

POLYTECHNIQUE MONTRÉAL

affiliée à l'Université de Montréal

**Étude de l'infiltration de particules dans une texture fibreuse pour un procédé
de mise en œuvre de composites à matrice céramique**

GABRIEL MARCIL-ST-ONGE

Département de Génie mécanique

Thèse présentée en vue de l'obtention du diplôme de *Philosophiae Doctor*

Département de génie mécanique

Décembre 2022

POLYTECHNIQUE MONTRÉAL

affiliée à l'Université de Montréal

Cette thèse intitulée :

Étude de l'infiltration de particules dans une texture fibreuse pour un procédé de mise en œuvre de composites à matrice céramique

présentée par **Gabriel MARCIL-ST-ONGE**

en vue de l'obtention du diplôme de *Philosophiae Doctor*

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

Louis LABERGE LEBEL, président

Sylvain TURENNE, membre et directeur de recherche

Bernard CLÉMENT, membre et codirecteur de recherche

Cédric BÉGUIN, membre

Yann LE PETITCORPS, membre externe

REMERCIEMENTS

Cette thèse de doctorat est l'aboutissement d'un travail de quelques années qui ont été enrichissantes tant sur le plan personnel que scientifique. La contribution de plusieurs personnes a été indispensable pour sa réalisation, que ce soit pour leur soutien technique, informel ou moral, je tiens à le souligner. Je veux tout d'abord à remercier mon directeur de thèse, le professeur Sylvain Turenne, pour m'avoir offert cette opportunité unique. Tu m'as conseillé et épaulé tout au long de mon parcours aux études supérieures. J'admire particulièrement ton calme soutenu, quelle que soit la situation, et ton oreille attentive à tout moment où elle est requise. Merci à Bernard Clément, mon co-directeur de thèse, qui m'a conseillé sur l'élaboration et l'analyse statistique de plans d'expériences. Je veux également remercier Alessandro Scola qui a été mon mentor durant la majeure partie de mon doctorat. Ton support et tes conseils pour un jeune scientifique en devenir ont été éclairants.

Je tiens aussi à remercier les autres membres qui ont fait partie de l'équipe du projet RDCoop à Polytechnique Montréal. Merci à Isabelle Ortega de m'avoir offert l'opportunité de découvrir la recherche sur les matériaux composites à matrice céramique durant un stage précédant cette thèse. Cette expérience, initialement prévue pour seulement 4 mois, s'est transformée en un projet de longue haleine qui m'aura fait découvrir ma vocation. Merci à Gabriel Leleu et Arthur Saada d'avoir réalisé des campagnes expérimentales dont les résultats m'ont été grandement utiles. Merci à Kartikeya Upreti pour le support moral que nous nous sommes partagés durant ces années et pour les campagnes de traitement thermique que tu as fait sur plusieurs de mes échantillons. Un très grand merci à Christian-Charles Martel, technicien pour les laboratoires de matériaux composites où mes travaux ont eu lieu, pour les tâches que je t'ai demandées.

J'étends mes remerciements à Safran Ceramics pour m'avoir accepté dans ce projet et aux intervenants qui y étaient impliqués directement. Merci à Nicolas Eberling-Fux, Paul Carminati, Cédric Descamps et Alexis Queva d'avoir élargi mes connaissances sur mon sujet de thèse, pour avoir suivi de près mes activités, pour m'avoir conseillé de manière constructive sur mes travaux expérimentaux et la rédaction de ce manuscrit.

Merci à Thierry Lafrance et l'équipe de Mëkanic d'avoir conçu et participé à la fabrication de la nouvelle colonne de Darcy qui a amplement été utilisée dans les travaux expérimentaux pour cette

thèse et l'ensemble du projet. Merci à Benedict Besner d'avoir programmé le système de contrôle de la colonne de Darcy adapté à nos besoins spécifiques.

Et finalement, merci à ma famille, mes amis et toutes autres personnes, impliquées de près ou de loin, pour votre support continu. Vos encouragements, votre support et vos conseils ont été une source de motivation bien utile durant tout mon parcours, et même indispensable dans les moments difficiles.

RÉSUMÉ

Dans le but de comprendre les mécanismes d'infiltration intervenant dans la mise en forme des CMC par un procédé de filtration sur membrane, une étude phénoménologique de l'infiltration de particules céramiques dans une texture fibreuse céramique a été réalisée. Quelques étapes séquentielles de fabrication, de caractérisation puis d'analyse ont été opérées afin d'atteindre cet objectif.

Tout d'abord, la cinétique de croissance des crus a été vérifiée expérimentalement à l'aide d'un outillage conçu spécifiquement pour ce type d'essai, la colonne de Darcy. Tous les paramètres reliés aux crus de particules et aux suspensions qui sont nécessaires pour modéliser macroscopiquement la cinétique de croissance ont été mesurés. Le modèle a été validé selon des filtrations à pression constante puis à débit constant.

La validation de la cinétique de croissance a permis, par la suite, de lancer les essais de fabrication de composites ayant une forme simple (plaque) avec un renfort fibreux. La fabrication des composites SiC/SiC et $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ a été menée selon des plans d'expériences dans le but de vérifier l'influence de certains paramètres textiles, procédés et suspensions sur les empilements de particules et la formation de défauts. Il a été soulevé que les mécanismes principaux qui les gouvernent sont une rétention mécanique des particules par les fibres et les effets visqueux. La rétention se produit lorsque la distance entre les fibres ou les torons est trop faible pour que les particules puissent les traverser. L'étude n'a pas permis de caractériser précisément les facteurs intervenant dans la rétention au niveau quantitatif, mais le ratio de taille entre les interstices entre les fibres et les particules sous les 10 : 1 semble provoquer une rétention accentuée. Les effets visqueux sont reliés au taux de charge de la suspension. Les suspensions céramiques sont visqueuses et rhéofluidifiantes. Ces caractéristiques augmentent avec son taux de charge. La rhéofluidifiante de la suspension occasionne des changements brusques de sa viscosité lors de la filtration. Cela pourrait provoquer un désordre dans la diffusion des particules. Elles se déposeraient alors trop rapidement pour remplir les espaces entre les fibres ou les torons, causant ainsi la formation d'un macropore. Il a été montré qu'une architecture de tissage plus lâche de la préforme ou la diminution du taux volumique de fibres limitaient la formation de défauts.

Les données de la mise en œuvre des CMC ont également permis de vérifier la cinétique de croissance d'un cru à l'intérieur de la préforme céramique et d'établir un premier modèle

macroscopique de cinétique de croissance 1D pour les composites. Dû à la variabilité dans les essais SiC/SiC et à un écart considérable entre les courbes de filtration théoriques et expérimentales, les paramètres nécessaires pour établir le modèle n'ont pas pu être mesurés pour ce type de matériau. Pour les essais $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$, les paramètres puis le modèle ont été validés. Le modèle tend toutefois à surestimer la cinétique de croissance du cru dans une préforme fibreuse avec une erreur allant jusqu'à 15% dans certains cas.

Les données de la modélisation ont ensuite servi à alimenter la conception d'un script de simulation de la croissance de la matrice en 2D au sein de la préforme fibreuse. Ce script a par ailleurs servi à choisir des stratégies d'injection pour des pièces de géométries plus complexes (un demi-pi et un pied d'aube en SiC/SiC puis une cornière en « L » et une plaque avec une dégressivité en épaisseur en $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$), mais les comparaisons entre les résultats de simulation et les résultats expérimentaux sont mitigées. Dans le cas des pièces SiC/SiC, la vitesse à laquelle le cru se construit ne peut pas être prédite, mais la prédiction de l'allure du front de croissance du cru est qualitativement similaire à ce que l'on retrouve expérimentalement. Dans le cas des CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$, la vitesse de croissance du cru de la simulation est comparable à celle des essais expérimentaux pour la cornière, mais pas pour la pièce dégressive. Les simulations prédisent bien l'allure du front de croissance pour les deux pièces $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$.

Mots-clés : Composites à matrice céramique, Infiltration de suspension, Plan d'expériences, Modélisation, Simulation numérique

ABSTRACT

To understand the infiltration mechanisms involved in CMC manufacturing by a cake filtration process, a phenomenological study of the infiltration of ceramic particles in a ceramic fibrous fabric has been performed. Some sequential steps of manufacturing, characterization and then analysis were done to achieve this objective.

First, the growth kinetics of the cakes were experimentally verified using a setup designed for this type of testing, the Darcy's column. All the parameters associated with the particle cakes and the slurries (suspensions) that are necessary to model the growth kinetics macroscopically were measured. The model was validated for constant pressure and constant flow filtrations.

The validation of the growth kinetics then allowed the start of the simple shaped (plate) composite samples manufacturing with a fibrous reinforcement. The manufacturing of SiC/SiC and Al₂O₃/Al₂O₃ composites was conducted according to some experimental designs (DOE) to verify the influence of some textile, processing and slurry parameters on particle build-up and defect formation. It was raised that the main mechanisms that control them are the mechanical retention of the particles by the fibers and viscous effects. Retention occurs when the distance between the fibers or the strands is too small for the particles to pass through them. The study was unable to characterize precisely the factors involved in retention quantitatively, but the size ratio between the small spaces between the fibers and particles below 10 : 1 appears to cause enhanced retention. Viscous effects are related to the concentration of the slurry. Ceramic slurries are shear thinning and this characteristic increases with the concentration. The shear thinning behavior of the slurry could cause sudden changes in its viscosity during the filtration. This could cause a disruption in the particle diffusion. The particles would then settle too quickly to fill the spaces between the fibers or strands, causing the formation of a macropore. It has been shown that a looser weave of the preform or the reduction of the fiber volume ratio limits the formation of defects.

The CMC filtration data also allowed verification of the growth kinetics of a cake within the ceramic preform and the establishment of a first macroscopic model of 1D growth kinetics for the composites. Due to the variability in the SiC/SiC samples and a considerable discrepancy between the theoretical and experimental filtration curves, the parameters necessary to establish the model could not be measured. For the Al₂O₃/Al₂O₃ samples, the parameters and then the model were

validated. However, the model tends to overestimate the growth kinetics of the cake in a fibrous preform with an error of up to 15% in some cases.

The modeling data were then used to develop a simulation script for the 2D matrix growth within the fibrous preform. This script was also used to evaluate injection strategies for parts with more complex shapes (a half-pi and a blade root in SiC/SiC, as well as an "L" angle and a plate with a decreasing thickness in $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$), but the comparisons between the simulation and experimental results are mixed. In the case of SiC/SiC parts, the rate at which the cake builds cannot be predicted, but the prediction of the cake growth front is qualitatively similar to what is found experimentally. In the case of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ parts, the cake growth rate from the simulation is comparable to the parts made experimentally for the angle, but not for the tapered part. The simulations predict the growth front shape well for both $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ parts.

Keywords : Ceramic matrix composites, Slurry infiltration, Design of experiments, Modeling, Numerical simulation

TABLE DES MATIÈRES

REMERCIEMENTS	III
RÉSUMÉ.....	V
ABSTRACT	VII
TABLE DES MATIÈRES	IX
LISTE DES TABLEAUX.....	XIII
LISTE DES FIGURES.....	XV
LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS	XXIX
LISTE DES ANNEXES.....	XXX
CHAPITRE 1 INTRODUCTION.....	1
CHAPITRE 2 ÉTAT DE L'ART SCIENTIFIQUE	7
2.1 Les composites à matrice céramique.....	9
2.1.1 Mécanismes de rupture des CMC	11
2.1.2 Procédés de fabrication des CMC	16
2.1.3 Les CMC à l'étude dans cette thèse	23
2.2 Principes de filtration	26
2.2.1 Généralités des milieux poreux	26
2.2.2 Loi de Darcy.....	28
2.2.3 Catégories de filtration	30
2.2.4 Paramètres affectant la filtration dans un renfort fibreux	37
2.3 Modélisation numérique de l'infiltration	44
2.3.1 Modèles d'infiltration généraux	44
2.3.2 Modèle d'infiltration appliqué à la fabrication de CMC.....	45
CHAPITRE 3 PROBLÉMATIQUE ET OBJECTIFS.....	48

3.1	Problématique.....	48
3.2	Objectifs de recherche.....	50
CHAPITRE 4 MÉTHODOLOGIE EXPÉRIMENTALE.....		52
4.1	Équipements de fabrication.....	54
4.1.1	Colonne de Darcy.....	54
4.1.2	Singularités géométriques typiques de composantes de moteurs d'avions et moules modulaires	58
4.2	Constituants des CMC SiC/SiC.....	60
4.2.1	Renforts en carbure de silicium.....	60
4.2.2	Composants et préparation des suspensions de carbure de silicium	61
4.2.3	Stabilité et caractéristiques des suspensions de carbure de silicium.....	62
4.3	Constituants des CMC Al ₂ O ₃ /Al ₂ O ₃	64
4.3.1	Renforts d'alumine	64
4.3.2	Composants et préparation des suspensions d'alumine	65
4.3.3	Stabilité et caractéristiques des suspensions d'alumine	67
4.4	Filtres utilisés	71
4.5	Fabrication des CMC	74
4.6	Mesures et caractérisation de la porosité.....	77
4.6.1	Mesure de la porosité par densité géométrique	78
4.6.2	Mesure de la porosité par triple pesée à l'eau	80
4.6.3	Porosimétrie par intrusion de mercure	81
4.6.4	Microtomographie	81
4.6.5	Préparation d'échantillons et microscopie électronique à balayage.....	82
4.6.6	Résumé des techniques de caractérisation de la porosité.....	83

CHAPITRE 5	VÉRIFICATION EXPÉRIMENTALE DE LA CINÉTIQUE DE CROISSANCE DES CRUS DE CÉRAMIQUE.....	84
5.1	Validation du modèle de croissance des crus SiC	85
5.2	Analyse de la porosité des crus SiC	95
5.3	Validation du modèle de croissance des crus Al_2O_3	101
5.4	Conclusion.....	104
CHAPITRE 6	ÉTUDE PHÉNOMÉNOLOGIQUE DE L'INFILTRATION DES PARTICULES LORS DE FABRICATION D'UN COMPOSITE.....	106
6.1	Les facteurs à l'étude et leurs modalités	108
6.2	Les plans d'expériences	112
6.3	Résultats, discussion et analyse de l'influence des facteurs textiles, suspensions et procédés sur l'infiltration	115
6.3.1	Plan d'expériences SiC/SiC	115
6.3.2	Plan d'expériences $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ avec le liant A	141
6.3.3	Plan d'expériences $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ avec le liant B	168
CHAPITRE 7	ÉTUDE DE LA CINÉTIQUE DE FILTRATION DES CRUS DE CÉRAMIQUE DANS DES TEXTURES FIBREUSES.....	179
7.1	Analyse du modèle de croissance des composites SiC/SiC	180
7.2	Analyse du modèle de croissance des composites $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$	187
7.3	Conclusion.....	192
CHAPITRE 8	SIMULATION DE LA FILTRATION EN 2D.....	194
8.1	Contexte et but de la simulation.....	195
8.2	Modèle de filtration sur membrane en 2D	196
8.3	Application à l'infiltration des pièces modèles 3D	202
8.3.1	Pièce en demi-pi (SiC/SiC)	203

8.3.2	Pied d’aube en queue d’aronde (SiC/SiC).....	205
8.3.3	Cornière en « L » ($\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$).....	210
8.3.4	Dégressivité en épaisseur ($\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$)	218
8.4	Conclusion.....	220
CHAPITRE 9	CONCLUSION ET PERSPECTIVES	222
RÉFÉRENCES.....		227
ANNEXES		235

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 4-1 Filtres utilisés pour les travaux de thèse	71
Tableau 4-2 Résumé des méthodes de caractérisation de la porosité employées dans les travaux de cette thèse	83
Tableau 5-1 Facteurs et modalités de l'étude de la cinétique de croissance de crus SiC à pression constante.....	86
Tableau 5-2 Coefficients mesurés et calculés pour le modèle de cinétique de croissance des crus SiC lors des filtrations à pression constante.....	89
Tableau 5-3 Facteurs et modalités de l'étude de la cinétique de croissance de crus SiC à débit constant.....	91
Tableau 5-4 Coefficients relatifs aux crus calculés pour le modèle de cinétique de croissance des crus SiC lors des filtrations à débit constant	92
Tableau 5-5 Facteurs et modalités de l'étude de la cinétique de croissance de crus Al_2O_3 à pression constante.....	102
Tableau 5-6 Coefficients mesurés et calculés pour le modèle de cinétique de croissance des crus Al_2O_3 lors des filtrations à pression constante	103
Tableau 6-1 Facteurs et modalités pour l'étude de l'infiltration dans la mise en œuvre d'un CMC SiC/SiC.....	108
Tableau 6-2 Facteurs et modalités pour l'étude de l'infiltration dans la mise en œuvre d'un CMC Al_2O_3/Al_2O_3	111
Tableau 6-3 Facteurs utilisés pour la mise en œuvre des CMC avec la texture sergée 2×2	132
Tableau 6-4 Facteurs utilisés pour la mise en œuvre des CMC avec les textures d'épaisseur de 7,2 mm.....	137
Tableau 6-5 Coefficients de détermination du modèle quadratique en fonction de la réponse étudiée	143
Tableau 6-6 Résumé des données moyennes de porosité en fonction de l'épaisseur du composite pour le PEx Al_2O_3/Al_2O_3 avec le liant A.....	160

Tableau 6-7 Facteurs et modalités pour le PEx $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ avec le liant B.....	169
Tableau 6-8 Pourcentage de la mésoporosité et de la macroporosité dans des échantillons présentés sur la Figure 6-54 selon des gammes de taille de pore.....	176
Tableau 7-1 Mesures de perméabilité des CMC du PEx SiC/SiC	184
Tableau A-1 Matrice d'essais de la première série d'expériences de filtrations SiC à pression constante.....	237
Tableau A-2 Matrice d'essais de la deuxième série d'expériences de filtrations SiC à pression constante et à courte durée	238
Tableau A-3 Matrice d'essais de la troisième série d'expériences de filtrations SiC à débit constant	238
Tableau B-1 Plan d'expériences d'infiltration de préformes SiC	241
Tableau B-2 Plan d'expériences Box-Behnken d'infiltration de préformes Al_2O_3 avec le liant A	242
Tableau B-3 Plan d'expériences complémentaire d'infiltration de préformes Al_2O_3 avec le liant B	244

LISTE DES FIGURES

Figure 1-1 Moteur LEAP de Safran (Safran, 2015)	1
Figure 1-2 Comparaison du comportement mécanique contrainte-déformation entre les céramiques monolithiques et les composites à matrice céramique (Kim, 2019)	2
Figure 1-3 Schéma de principe du procédé d'infiltration de suspension.....	4
Figure 2-1 Exemple de tissage de fibre au MEB (adapté de (Wu et al., 2020))	8
Figure 2-2 Exemples de tissages en 2D et en 3D (adapté de (Hart et al., 2017))	8
Figure 2-3 Résistance spécifique de matériaux structuraux en fonction de la température d'application (Heidenreich et al., 2009)	10
Figure 2-4 Schéma de dissipation de l'énergie lors de la rupture d'un CMC (adapté de (Nadolski et al., 2008))	12
Figure 2-5 Surface de rupture d'un CMC SiC/SiC montrant le mécanisme d'arrachement (AG, 2006).....	13
Figure 2-6 Schéma de principe de la déviation de fissures par une interphase (Ramdane, 2014) .	14
Figure 2-7 Schéma de principe de la déviation de fissures par une matrice poreuse (Ramdane, 2014)	15
Figure 2-8 Modes de rupture des composites à matrice céramique (Koch, 2008).....	16
Figure 2-9 Schéma de principe de l'infiltration de polymère et pyrolyse (adapté de (Schmidt-Wimmer et al., 2012))	18
Figure 2-10 Schéma de principe de l'infiltration de vapeur chimique à gradient (Sjlande, 2014) .	19
Figure 2-11 Étapes principales de l'injection flexible Polyflex pour les CMC. (a) Drapage de la préforme et ouverture de la cavité, (b) injection de la suspension dans la cavité et (c) application de la pression dans la cavité de compaction pour amorcer la filtration (adapté de (Scola, Eberling-Fux, et al., 2019)).....	21
Figure 2-12 Exemple de fabrication de CMC par l'utilisation de pré-imprégnés (adapté de (Chawla, 2012))	22

Figure 2-13 Représentation en 2D des types de porosité	27
Figure 2-14 Visualisation du domaine linéaire de Darcy (adapté de (Bloschanskaya et al., 2017))	29
Figure 2-15 Principe de la filtration sur membrane (adapté de (Iritani & Katagiri, 2016)).....	31
Figure 2-16 Mécanismes de rétention des particules dans un filtre pour une filtration en profondeur où (a) est un blocage mécanique, (b) est un dépôt par inertie et adhésion et (c) est un dépôt par diffusion brownienne (Ripperger et al., 2013)	36
Figure 2-17 Représentation schématique de la migration de particules lors d'un écoulement dans une conduite cylindrique. La migration se produit des zones à fort taux de cisaillement (bords de la conduite) vers les zones à faible taux de cisaillement (centre de la conduite)	39
Figure 2-18 Cas de préforme où l'alignement des plis est (a) parallèle et (b) décalé (adapté de (Chohra et al., 2006))	41
Figure 2-19 Aspect d'une suspension d'alumine (a) avec de la mousse pour une faible quantité de dispersant et (b) plutôt liquide avec un bon ratio de dispersant (Billotte et al., 2017).....	43
Figure 3-1 Photo d'un CMC SiC/SiC au MEB présentant des défauts typiques (adapté de (Dugois, 2017))	49
Figure 4-1 Répartition des travaux de cette thèse, de Saada et de Leleu	53
Figure 4-2 Montage complet de la colonne de Darcy	54
Figure 4-3 Colonne de Darcy (adapté de (Mëkanic, 2021))	55
Figure 4-4 Vue en coupe de la colonne de Darcy (adapté de (Mëkanic, 2021)).....	57
Figure 4-5 Vue en coupe du porte-échantillon la colonne de Darcy (adapté de (Mëkanic, 2021))	57
Figure 4-6 Schéma de principe du fonctionnement de la colonne de Darcy avec une suspension d'alumine (adapté de (Scola, 2018))	58
Figure 4-7 Singularités géométriques étudiées dans le projet en collaboration avec Safran Ceramics. (a) Géométrie en forme de demi-pi, (b) pied d'aube en queue d'aronde, (c) cornière en forme de « L » et (d) dégressivité en épaisseur	59
Figure 4-8 (a) Exemple de préforme HI Nicalon TM de type S consolidée par un dépôt de nitrure de bore, (b) de préforme HI Nicalon TM de type S au stade pré-consolidée par le dépôt de nitrure	

de bore et (c) exemple d'un CMC produit après infiltration dans la colonne de Darcy d'une préforme découpée	61
Figure 4-9 Mesures granulométriques cumulative et incrémentale de la poudre de carbure de silicium	62
Figure 4-10 Potentiel zêta mesuré sur des particules de carbure de silicium en fonction du pH de la solution. La valeur maximale se situe entre un pH de 10 et 12.....	63
Figure 4-11 Courbes rhéologiques des suspensions SiC en fonction de leur concentration.....	64
Figure 4-12 (a) Exemple de préforme UD d'alumine et (b) d'un CMC produit après filtration dans la colonne de Darcy d'une préforme découpée	65
Figure 4-13 Mesures granulométriques cumulative et incrémentale de la poudre d'alumine	66
Figure 4-14 Procédure de préparation des suspensions Al_2O_3	67
Figure 4-15 Viscosité à $0,1 \text{ s}^{-1}$ de cisaillement en fonction de la concentration massique d'acide nitrique par rapport à la masse totale de la suspension pour une suspension d'alumine chargée à 33% (adapté de (Billotte et al., 2017))	68
Figure 4-16 Comparaison de la viscosité de suspensions d'alumine B03 par rapport aux concentrations d'acide nitrique dans la suspension. Les concentrations d'acide testées sont de 100%, 50% et 25% de quantité usuelle d'une suspension B33. La zone hachurée n'est pas considérée dans la comparaison	70
Figure 4-17 Courbes rhéologiques des suspensions d'alumine en fonction de leur concentration volumique en particule (3%, 18% et 33%)	71
Figure 4-18 Évolution de la perméabilité du filtre A en fonction du débit d'injection imposé (adapté de (Scola, Podgorski, et al., 2019))	73
Figure 4-19 Évolution de la perméabilité des filtres A et B en fonction du débit d'injection imposé	73
Figure 4-20 Montage de la colonne de Darcy connectée à un pot de pression pour le déliantage des préformes d'alumine : (a) Colonne de Darcy et (b) pot de pression	74
Figure 4-21 Exemple de cycle de traitement thermique de consolidation des CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$	77

Figure 4-22 Représentation schématique des différents types de porosité dans un CMC en fonction de leur échelle de taille.....	78
Figure 5-1 Représentation d'un blocage du capteur de pression de la colonne de Darcy en raison d'un cru dont l'épaisseur est trop élevée.....	87
Figure 5-2 Crus de carbure de silicium selon la concentration de la suspension en fraction volumique de particule, la pression d'injection (bar) et la durée de la filtration (minutes). (a) C20%-P4,5-60min, (b) C20%-P6-30min, (c) C20%-P4,5-30min, (d) C20%-P4,5-5min.....	87
Figure 5-3 Exemple de courbe de filtration produite lors d'une fabrication d'un cru SiC avec une suspension chargée à 20% volumique de particules et à pression constante de 6 bar pendant 1 heure	88
Figure 5-4 Cinétique de croissance de crus SiC en fonction de la concentration volumique de la suspension et de la pression induite au fluide (a) C10%-P4,5 bar (b) C10%-P6 bar (c) C20%-P4,5 bar et (d) C20%-P6 bar	90
Figure 5-5 Exemple de courbe de filtration produite lors d'une fabrication d'un cru SiC avec une suspension chargée à 20% volumique de particules et à débit constant de 1,4 mL/min pendant 45 minutes	92
Figure 5-6 Cinétique de croissance de crus SiC en fonction de la concentration volumique de la suspension et du débit d'injection. (a) C10%-D1,4 mL/min (b) C10%-D4,3 mL/min (c) C20%-D1,4 mL/min et (d) C20%-D4,3 mL/min	93
Figure 5-7 Comparaisons des courbes de montée en pression à débit constant (mL/min) avec le modèle numérique	95
Figure 5-8 Analyse de la variance de la porosité en fonction des modalités de l'étude sur la cinétique de filtration des crus SiC. Les points en rouge montrent des variances significativement différentes avec une confiance de 95% alors que les points en noir ne le sont pas	96
Figure 5-9 Régression linéaire de l'épaisseur des crus SiC issus des injections à pression constante et à débit constant en fonction de leur porosité avec des intervalles de confiance à 95%	97

Figure 5-10 Régression linéaire de l'épaisseur des crus SiC issus des injections à pression constante et à débit constant en fonction de leur perméabilité avec des intervalles de confiance à 95%	98
Figure 5-11 Profils théoriques de pression appliquée sur le fluide (en bleu) et sur les particules du cru (en gris) lors d'une filtration sur membrane compressible	99
Figure 5-12 Moyennes de perméabilité des crus SiC fabriqués par filtration à pression constante en fonction de leur pression cible respectivement	100
Figure 5-13 Crus d'alumine selon la concentration de la suspension en fraction volumique de particules, la pression d'injection (bar) et la durée de la filtration (minutes). (a) C33%-P6-90 min, (b) C18%-P6-90 min, (c) C3%-P6-90 min	102
Figure 5-14 Cinétique de croissance de crus Al_2O_3 en fonction de la concentration volumique de la suspension et de la pression induite au fluide (a) C33%-P6 bar (b) C18%-P6 bar et (c) C3%-P6 bar.....	104
Figure 6-1 Pyramide des essais du projet en ordre chronologique : Travaux de cette thèse, travaux de maîtrise de Saada et de Leleu, travaux subséquents de Saada et de Leleu.....	107
Figure 6-2 Exemple d'un toron où la zone entre les fibres est inaccessible aux particules en raison du revêtement de nitrure de bore et de carbure de silicium dans un CMC SiC/SiC	109
Figure 6-3 Exemple d'un pli sergé 2×2	110
Figure 6-4 Schémas fictifs d'une texture interlock avec une peau de surface comparativement à une texture interlock sans peau de surface	111
Figure 6-5 Espace inter-torons dans un renfort unidirectionnel Al_2O_3	112
Figure 6-6 Coupe tomographique (résolution à $5 \mu\text{m}$) non segmentée (à gauche) et segmentée (à droite) d'un CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ montrant des exemples de pores (révélés en rouge dans l'image de droite)	113
Figure 6-7 Exemple de défaut causé par des résidus de liant à fort grossissement au MEB	114
Figure 6-8 Porosité dans l'espace matriciel de CMC SiC/SiC fabriqués en fonction de la concentration de la suspension, de l'ouverture du toron (Ouv : ouvert, Fer : fermé), du débit	

- de l'injection (D1,5 : 1,5 mL/min, D0,5 : 0,5 mL/min) ainsi que la peau de surface. La ligne pointillée à une porosité de 0,5 représente la valeur nominale du cru 118
- Figure 6-9 Tomographie d'un CMC SiC/SiC pré-consolidé par un dépôt BN/SiC où le dessus de la préforme (côté injection) possède plusieurs zones dépourvues de matrice.....119
- Figure 6-10 Tomographie d'un CMC SiC/SiC pré-consolidé (à torons fermés) présentant les types de pores que l'on retrouve dans ces matériaux 121
- Figure 6-11 Schéma de construction d'un cru de particules (en rouge) entre deux torons au cours d'une infiltration se faisant du haut vers le bas. Le dépôt des particules réduit progressivement les canaux permettant d'alimenter la zone inter-torons augmentant davantage les effets de migration de particules 122
- Figure 6-12 Comparaisons de la distribution de la porosité mesurée par PHg dans des CMC SiC/SiC en fonction de la concentration de la suspension (C20% : 20%vol. et traits pleins, C10% : 10%vol. et traits pointillés), du débit de l'injection (D1,5 : 1,5 mL/min, D0,5 : 0,5 mL/min) ainsi que la peau de surface (Peau : Présence de la peau de surface, NoPeau : Absence de la peau de surface) 123
- Figure 6-13 Porosité dans l'espace matriciel de CMC SiC/SiC fabriqués en fonction du débit d'injection, de l'ouverture du toron (Ouv : ouvert, Fer : fermé), de la concentration de la suspension (C20% : 20%vol., C10% : 10%vol.) ainsi que la peau de surface. La ligne pointillée à une porosité de 0,5 représente la valeur nominale recherchée 125
- Figure 6-14 Porosité dans l'espace matriciel de CMC SiC/SiC fabriqués en fonction de la peau de surface, du débit de l'injection (D1,5 : 1,5 mL/min, D0,5 : 0,5 mL/min) ainsi que de la concentration de la suspension (C20% : 20%vol., C10% : 10%vol.). La ligne pointillée à une porosité de 0,5 représente la valeur nominale recherchée.....126
- Figure 6-15 Comparaisons de la distribution de la porosité mesurée par PHg dans des CMC SiC/SiC sans peau de surface (traits pleins) et avec peau de surface (traits pointillés) en fonction du débit de l'injection (D1,5 : 1,5 mL/min, D0,5 : 0,5 mL/min) ainsi que de la concentration de la suspension (C20% : 20%vol., C10% : 10%vol.) 127
- Figure 6-16 Porosité dans l'espace matriciel de CMC SiC/SiC fabriqués en fonction de l'ouverture du toron, de la concentration de la suspension (C20% : 20%vol., C10% : 10%vol.), du débit

- d'injection ($D_{1,5}$: 1,5 mL/min, $D_{0,5}$: 0,5 mL/min) ainsi que la peau de surface. La ligne pointillée à une porosité de 0,5 représente la valeur nominale recherchée 128
- Figure 6-17 Exemple de fissures de retrait en fonction de la direction principale de séchage dans (a) un CMC SiC/SiC à torons ouverts en tomographie, (b) le même CMC SiC/SiC à torons ouverts au MEB, (c) un CMC SiC/SiC à torons fermés en tomographie, (d) le même CMC SiC/SiC à torons fermés au MEB.....129
- Figure 6-18 Exemple de remplissage intra-torons d'un CMC SiC/SiC avec une texture à torons ouverts (gauche : tomographie, droite : MEB) présentant (a) de la mésoporosité et (b) de l'empilement de particules 130
- Figure 6-19 Comparaison du remplissage d'un toron présentant un TVF local plus faible (55% à gauche) et un TVF local plus élevé (65% à droite) dans un CMC SiC/SiC avec une texture à torons ouverts 131
- Figure 6-20 Comparaisons de la distribution de la porosité mesurée par PHg dans des CMC SiC/SiC à torons fermés (traits pleins) et à torons ouverts (traits pointillés) en fonction du débit de l'injection ($D_{1,5}$: 1,5 mL/min, $D_{0,5}$: 0,5 mL/min) ainsi que de la concentration de la suspension ($C_{20\%}$: 20%vol., $C_{10\%}$: 10%vol.).....131
- Figure 6-21 Porosité dans l'espace matriciel de CMC SiC/SiC fabriqués en fonction de l'architecture textile. La ligne pointillée à une porosité de 0,5 représente la valeur nominale recherchée.....133
- Figure 6-22 Coupes tomographiques montrant le remplissage global des quatre coupons de la Figure 6-21 où (a) et (b) sont les coupons au tissage sergé 2×2 puis (c) et (d) sont les coupons au tissage interlock. Des macropores sont pointés par les flèches 134
- Figure 6-23 Schéma pour illustrer les différences entre l'entrelacement plus important des torons dans (a) l'armure interlock en comparaison avec (b) l'armure sergée 136
- Figure 6-24 Coupes tomographiques montrant l'effet de l'entrelacement des torons sur la réduction du diamètre effectif entre deux torons où (a) est une texture sergée 2×2 et (b) est une texture interlock.....136
- Figure 6-25 Porosité dans l'espace matriciel de CMC SiC/SiC fabriqués en fonction de la concentration de la suspension, de l'ouverture du toron (Ouv : ouvert, Fer : fermé), du débit

de l'injection (D1,5 : 1,5 mL/min, D0,5 : 0,5 mL/min), de la peau de surface ainsi que de l'épaisseur de la texture fibreuse. La ligne pointillée à une porosité de 0,5 représente la valeur nominale recherchée.....138

Figure 6-26 Comparaison de la largeur des torons dans des CMC avec l'armure interlock d'épaisseur de (a) 7,2 mm et (b) 2,8 mm 139

Figure 6-27 Coupe tomographique d'une texture interlock à 7,2 mm d'épaisseur où les diamètres effectifs entre les torons de chaque pli sont généralement plus élevés que ceux dans les textures interlock à 2,8 mm d'épaisseur.....139

Figure 6-28 Exemple de numérisation tomographique d'un CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ montrant des fissures de retrait dans un espace inter-torons riche en matrice granulaire ainsi que des macropores 142

Figure 6-29 Diagramme de Pareto des paramètres du PEx $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ avec le liant A selon la porosité dans l'espace matriciel. Les bandes noires indiquent que l'augmentation du facteur entraîne une diminution de la porosité du CMC alors que les bandes blanches indiquent que l'augmentation du facteur entraîne une augmentation de la porosité. Les facteurs dont la bande dépasse les lignes rouge ou bleue sont considérés comme significatif avec une confiance de 95% (p-value = 0,05) selon le calcul de l'erreur pure ou l'erreur quadratique moyenne respectivement.....145

Figure 6-30 Analyse de la variance des effets principaux linéaires du PEx $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ avec le liant A selon la porosité dans l'espace matriciel. Les points en rouge sont significatifs avec une confiance de 95% alors que les points en noir ne le sont pas.....146

Figure 6-31 Diagramme de Pareto des paramètres du PEx $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ avec le liant A selon la macroporosité mesurée par segmentation de tomographies. Les bandes noires indiquent que l'augmentation du facteur entraîne une diminution de la porosité du CMC alors que les bandes blanches indiquent que l'augmentation du facteur entraîne une augmentation de la porosité. Les facteurs dont la bande dépasse les lignes rouge ou bleue sont considérés comme significatif avec une confiance de 95% (p-value = 0,05) selon le calcul de l'erreur pure ou l'erreur quadratique moyenne respectivement 147

- Figure 6-32 Analyse de la variance des effets principaux linéaires du PEx $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ avec le liant A selon la macroporosité mesurée par segmentation de tomographies. Les points en rouge sont significatifs avec une confiance de 95% alors que les points en noir ne le sont pas 148
- Figure 6-33 Comparaisons de la distribution de la porosité mesurée par PHg dans des CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ en fonction de la concentration de la suspension (C3% et traits pleins : 3%vol., C33% et traits pointillés : 33%vol.), la pression d'injection (P3 : 3 bar, P6 : 6 bar) et l'épaisseur du composite (E1,1 : 1,1 mm, E4,2 : 4,2 mm). Les paramètres qui ne sont pas affichés dans la légende sont à leur valeur médiane 150
- Figure 6-34 Comparaisons de la distribution de la porosité mesurée par PHg dans des CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ en fonction de l'espace inter-torons (EIT0,2 et traits pleins : 0,2 mm, EIT1,0 et traits pointillés : 1,0 mm), du taux volumique de fibres (TVF30 : 30%, TVF50 : 50%) et de la concentration de la suspension (C3% : 3%vol., C33% : 33%vol.). Les paramètres qui ne sont pas affichés dans la légende sont à leur valeur médiane 152
- Figure 6-35 Comparaison du volume de porosité mesurée par PHg dont la taille est supérieure à 0,1 μm dans les CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ selon les trois modalités d'espace inter-torons. Les données proviennent des mesures de porosité par intrusion de mercure 153
- Figure 6-36 Comparaison de la macroporosité entre les nappes de plis de CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ en coupe tomographique en fonction de leur espace inter-torons moyen de (a) 0,2 mm et de (b) 1,0 mm. Les flèches pointent des zones inter-plis entre accolades qui sont riches en défauts formés par des résidus de liant 154
- Figure 6-37 Exemple d'un macropore causé par un résidu de liant entre deux plis d'un CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ 155
- Figure 6-38 Exemples typiques de mésoporosité intra-toron dans les CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ 156
- Figure 6-39 Comparaisons de la distribution de la porosité mesurée par PHg dans des CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ en fonction du taux volumique de fibres (TVF30 et traits pleins : 30%, TVF50 et traits pointillés : 50%), de l'épaisseur (Ep4,2 : 4,2 mm), de la concentration de la suspension (C3% : 3%vol) et l'espace inter-torons (EIT0,2 : 0,2 mm, EIT1,0 : 1,0 mm). Les paramètres qui ne sont pas affichés dans la légende sont à leur valeur médiane 157

- Figure 6-40 Comparaison de la microporosité mesurée par PHg dont la taille se situe entre 0,1 μm et 0,2 μm dans les CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ selon les trois modalités du taux volumique de fibres. Les données proviennent des mesures de porosité par intrusion de mercure.....158
- Figure 6-41 Exemples typiques de compaction de la matrice à proximité des fibres dans un CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$: (a) décollement de la matrice par rapport aux fibres, (b) gradient de compaction 159
- Figure 6-42 Comparaisons de la proportion cumulative de mercure introduit dans des CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ durant les mesures en PHg en fonction de l'épaisseur de la préforme (Ep1,1 et traits pleins : 1,1 mm, Ep4,2 et traits pointillés : 4,2 mm), de l'espace inter-torons (EIT1,0 : 1,0 mm), du taux volumique de fibres (TVF30 : 30%, TVF : 50%) et de la pression d'injection (P3 : 3 bar, P6 : 6 bar). Les paramètres qui ne sont pas affichés dans la légende sont à leur valeur médiane 161
- Figure 6-43 Schéma de l'effet du bombement du filtre et de la préforme lors de l'assemblage de la colonne de Darcy.....162
- Figure 6-44 Exemple de variation locale de l'épaisseur de CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ fabriqués à l'aide du jeu de cales pour une épaisseur théorique nominale de 1,1 mm. Elle est due au bombement du filtre et de la préforme dans la grille de compaction.....162
- Figure 6-45 Exemples de variation locale de l'épaisseur d'un CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ sur le taux volumique de fibres ainsi que la formation de mésoporosité. La zone (a) est à TVF plus élevé (65%) alors que la zone (b) est à TVF plus faible (58%).....163
- Figure 6-46 Exemple d'un composite $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ de 1,1 mm d'épaisseur gauchi et délaminé à la suite du traitement thermique de consolidation.....164
- Figure 6-47 Surface de réponse de l'interaction Taux volumique de fibres $\times$ Pression sur la porosité globale dans l'espace matriciel 165
- Figure 6-48 Surface de réponse de l'interaction Espace inter-torons $\times$ Pression sur la porosité globale dans l'espace matriciel 166
- Figure 6-49 Porosité dans l'espace matriciel de CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ avec le liant B fabriqués en fonction de la concentration de la suspension (C33% : 33% vol., C18% : 18% vol.), du taux volumique de fibres (TVF30 : 30%, TVF50 : 50%) et de l'épaisseur du composite

(Ep1,1 : 1,1 mm, Ep4,2 : 4,2 mm). La ligne pointillée à une porosité de 0,4 représente la valeur nominale que l'on cherche à obtenir	170
Figure 6-50 Exemple de résidu de liant sur une coupe tomographique d'un CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ avec le liant B	171
Figure 6-51 Exemple de défaut de surface dû à l'arrachement de la matrice lors du démoulage d'un CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ avec le liant B.....	171
Figure 6-52 Exemple d'un CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ avec le liant B à 50% de taux volumique de fibres où une suspension chargée à 33% vol. a été utilisée pour l'injection. (a) Photo de la surface du côté de l'injection et (b) coupe tomographie au centre où des zones inter-torons sans matrice sont pointées par les flèches	173
Figure 6-53 Exemple d'une coupe d'un CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ avec le liant B avec un taux volumique de fibres évalué à 50%. Quelques mésopores (pointés par les flèches rouges) peuvent être observés.....	174
Figure 6-54 Comparaisons de la distribution de la porosité mesurée par PHg dans des CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ en fonction du taux volumique de fibres (TVF30 et traits pleins : 30%, TVF50 et traits pointillés : 50%) et de l'épaisseur (Ep1,1 : 1,1 mm, Ep4,2 : 4,2 mm)	175
Figure 7-1 Exemple de courbe de filtration (montée en pression) lors de la mise en œuvre d'un CMC SiC/SiC. Les sections sont les différents mélanges de suspension et de fluide de présaturation	181
Figure 7-2 Représentation schématique dans la colonne de Darcy des sections soulevée de la filtration sur la Figure 7-1	182
Figure 7-3 Exemple de deux courbes de filtration de CMC SiC/SiC à torons fermés avec l'utilisation d'une suspension chargée à 20% et d'un débit de 1,5 mL/min	185
Figure 7-4 Courbes de filtration de la Figure 7-3 en comparaison avec le modèle de filtration à débit constant sans ajustement pour le gradient de concentration de la suspension	187
Figure 7-5 Exemple de montée en pression à débit constant lors de la mise en œuvre d'un CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$	188

Figure 7-6 Exemple de courbe de filtration à pression constante produite lors d'une fabrication d'un CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$	189
Figure 7-7 Cinétique de filtration de CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ à une pression d'injection de 4,5 bar et une suspension de concentration volumique de 18% en comparaison au modèle itératif de Scola et al. en associant la texture fibreuse à une réduction de l'aire de section moyenne	190
Figure 7-8 Courbes de filtration à pression constante de CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ avec un taux volumique de fibres de 50% et de 30%. Les autres facteurs (concentration :18%vol., espace inter-torons : 0,6 mm, épaisseur : 4,2 mm, pression : 4,5 bar) sont constants pour les deux courbes	192
Figure 8-1 Exemple de blocage de la surface d'injection (en vert) par le cru de particules avant que la pièce ne soit totalement remplie	196
Figure 8-2 Discrétisation de la pièce « demi-pi » en petits éléments (carrés jaunes) avec une stratégie d'injection. La bande verte est la surface d'injection alors que la bande bleue est le filtre	197
Figure 8-3 Représentation schématique du principe de propagation du cru dans les éléments discrétisés d'une pièce modélisée. Les zones en rouge représentent la construction du cru	198
Figure 8-4 Boucle de résolution du script de simulation	199
Figure 8-5 Représentation schématique du réseau de résistance initial pour un élément de CMC avec un filtre.....	199
Figure 8-6 Représentation schématique de l'épaisseur initiale du cru dans un élément activé ...	200
Figure 8-7 Représentation schématique de l'épaisseur initiale ($z_1 + z_2$) d'un élément actif (contour épais) contournant un coin par rapport au filtre lors d'une simulation	201
Figure 8-8 Exemple d'un blocage de l'apport en suspension lors d'une simulation	201
Figure 8-9 Stratégie d'injection de la pièce demi-pi. Les bandes vertes sont les surfaces d'injection et les bandes bleues sont les filtres.....	203
Figure 8-10 Simulation de l'infiltration du demi-pi.....	203

Figure 8-11 Coupe tomographique surexposée d'un demi-pi où l'infiltration a été réalisée selon la stratégie d'injection présentée sur la Figure 8-9	204
Figure 8-12 Stratégies d'injection du pied d'aube. Le filtre couvre toute la partie droite dans chaque stratégie alors que la position des surfaces d'injection varie : (a) faces fine et épaisse et (b) face fine. Les bandes vertes sont les surfaces d'injection et les bandes bleues sont les filtres	205
Figure 8-13 Simulation de l'infiltration du pied d'aube selon la première stratégie d'injection où les surfaces d'injection sont positionnées sur la face fine et la face épaisse.....	206
Figure 8-14 Coupe tomographique surexposée d'un pied d'aube où l'infiltration a été réalisée selon la première stratégie d'injection où les surfaces d'injection sont positionnées sur la face fine et la face épaisse	207
Figure 8-15 Simulation et coupe tomographique surexposée d'un pied d'aube où l'infiltration a été interrompue et réalisée selon la première stratégie d'injection où les surfaces d'injection sont positionnées sur la face fine et la face épaisse. Le front de croissance du cru est montré par la ligne pointillée et les flèches en rouge sur la coupe tomographique.....	208
Figure 8-16 Simulation de l'infiltration du pied d'aube selon la deuxième stratégie d'injection où les surfaces d'injection sont positionnées sur la face fine seulement	209
Figure 8-17 Coupe tomographique surexposée d'un pied d'aube où l'infiltration a été réalisée selon la deuxième stratégie d'injection où les surfaces d'injection sont positionnées sur la face fine seulement.....	210
Figure 8-18 Stratégies d'injection de la cornière. Le filtre est positionné sur le côté concave de la pièce alors que les surfaces d'injection sont sur le côté convexe. (a) Surfaces d'injection et filtre sur tout le long de leur surface respective, (b) surfaces d'injection sur les parties verticale et horizontale et filtre tout le long de la pièce puis (c) surfaces d'injection tout le long de la pièce et filtre sur la partie horizontale et la jonction. Les bandes vertes sont les surfaces d'injection et les bandes bleues sont les filtres	211
Figure 8-19 Simulation de l'infiltration de la cornière selon la première stratégie d'injection où les surfaces d'injection et le filtre sont positionnés sur toute la surface de la pièce.....	212

- Figure 8-20 Coupe tomographique de la zone de jonction de la cornière où l'infiltration a été réalisée selon la première stratégie d'injection. Les surfaces d'injection et le filtre sont positionnés sur toute la surface de la pièce 213
- Figure 8-21 Simulation de l'infiltration de la cornière selon la deuxième stratégie d'injection où les surfaces d'injection sont positionnées sur les parties verticale et horizontale et le filtre est sur tout le long de la pièce.....214
- Figure 8-22 Coupe tomographique de la zone de jonction de la cornière où l'infiltration a été réalisée selon la deuxième stratégie d'injection. Les surfaces d'injection sont positionnées sur les parties verticale et horizontale et le filtre est sur tout le long de la pièce 215
- Figure 8-23 Simulation de l'infiltration de la cornière selon la troisième stratégie d'injection où les surfaces d'injection sont positionnées sur tout le long de la pièce et le filtre est sur la partie horizontale et la jonction uniquement 216
- Figure 8-24 Coupes tomographiques de la zone de jonction de la cornière pour deux essais où l'infiltration a été réalisée selon la troisième stratégie d'injection. Les surfaces d'injection sont positionnées sur tout le long de la pièce et le filtre est sur la partie horizontale et la jonction uniquement. (a) Injection de 28 h et (b) injection de 45 minutes.....217
- Figure 8-25 Comparaison du front de croissance du cru dans la partie verticale des deux cornières injectées à des temps de 28 h (à gauche) et de 45 minutes (à droite) (Leleu, 2022).....218
- Figure 8-26 Stratégie d'injection de la pièce présentant une dégressivité en épaisseur. Les bandes vertes sont les surfaces d'injection et les bandes bleues sont les filtres.....218
- Figure 8-27 Simulation de l'infiltration de la pièce présentant une dégressivité en épaisseur 219
- Figure 8-28 Coupes tomographiques de la pièce présentant une dégressivité en épaisseur. Les différentes sections de la pièce sont (a) partie épaisse, (b) partie dégressive et (c) partie mince. Les surfaces d'injection sont positionnées sur le dessus et le filtre est sur le dessous de chaque partie.....220

LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS

CCHP	Chaire des Composites à Haute Performance
CIL	Contrainte Interlaminaire
CMC	Composite à matrice céramique
CMO	Composite à matrice polymère
CVI	Chemical Vapor Infiltration
EIT	Espace inter-torons
MEB	Microscope Électronique à Balayage
MI	Melt Infiltration
PE _x	Plan d'expériences
PHg	Porosimétrie par intrusion de mercure
PIP	Polymer Infiltration and Pyrolysis
PVA	Polyvinyl Alcohol
RTM	Resin Transfer Molding
SC	Slurry Cast
TEAH	Tetraethylammonium Hydroxide
TVF ou V_f	Taux Volumique de Fibres
WIC	Weak Interphase Composite
WMC	Weak Matrix Composite
VARTM	Vacuum-Assisted Resin Transfer Molding

LISTE DES ANNEXES

Annexe A	Essais d'injection pour la fabrication de crus de carbure de silicium.....	235
Annexe B	Matrices d'essais des plans d'expériences	239

CHAPITRE 1 INTRODUCTION

Dans le secteur de l'aéronautique et l'aérospatiale, les normes environnementales sont de plus en plus restrictives, ce qui motive les compagnies d'aviation à réduire leurs émissions polluantes. Une des meilleures façons de réduire les émissions polluantes causée par les avions est de réduire leur masse afin de réduire leur consommation en carburant. Actuellement, certaines pièces d'avion, comme celles qui composent les turbines à gaz dans les moteurs, sont composées de superalliages de nickel, car ces matériaux conservent de bonnes propriétés mécaniques lorsqu'ils sont utilisés à de hautes températures allant jusqu'à 1100°C (Reed, 2008). Cela dit, la limite pratique de ces matériaux est presque atteinte à ce jour (Bornemisza & Napier, 1988). Le Groupe Safran est l'un des meneurs dans l'approvisionnement de composantes pour l'industrie aéronautique. En 2008, Safran et General Electric (GE) ont décidé de renouveler leur partenariat (CFM International) afin de concevoir une nouvelle génération de moteurs d'avion, le LEAP (*Leading Edge Aviation Propulsion*) qui est montré sur la Figure 1-1. De son nom « saut » en anglais, on envisage d'effectuer un bond considérable en matière technologique. Successeur du CFM56 grandement utilisé dans l'industrie aéronautique, ce nouveau moteur vise une performance améliorée tant au niveau de son efficacité, de la réduction de sa masse, mais aussi en matière de réduction de l'empreinte sonore. L'intérêt pour une progression vers des matériaux novateurs est donc palpable et le temps est venu de poursuivre les recherches afin de repousser les limites des turbines à gaz dans les moteurs d'avion.



Figure 1-1 Moteur LEAP de Safran (Safran, 2015)

Les céramiques sont des matériaux qui présentent de bonnes propriétés mécaniques à haute température en plus d'être beaucoup moins denses que les métaux, mais leur comportement fragile les rend inadéquates pour le milieu de l'aéronautique (Bornemisza & Napier, 1988; Ohnabe et al., 1999). Les composites à matrice céramique (CMC) sont toutefois des matériaux composés d'un renfort fibreux (qui est généralement en céramique) dans lequel on insère des particules de céramique qui composent une matrice. Dans un tel composite, le renfort prend les charges mécaniques et la matrice permet d'assurer sa cohésion. La particularité des CMC est que l'arrangement entre le renfort et la matrice au niveau microstructural permet de ralentir la propagation de fissures dans le matériau (Park & Seo, 2011; Warren, 1992). La Figure 1-2 montre une comparaison de l'allure typique de courbes mécaniques de contrainte en fonction de la déformation que l'on obtient avec une céramique monolithique (courbe rouge) et un CMC (courbe noire). Les céramiques monolithiques sont rigides (représentée par la pente de montée en contrainte), mais fragiles. En contrepartie, les CMC échangent cette haute rigidité pour une augmentation de l'énergie (représentée par l'aire sous la courbe) nécessaire pour causer sa rupture. Possédant un comportement plus résistant et tenace que les céramiques monolithiques, les CMC deviennent alors les matériaux de choix pour les nouvelles technologies aéronautiques (Wood, 2013).

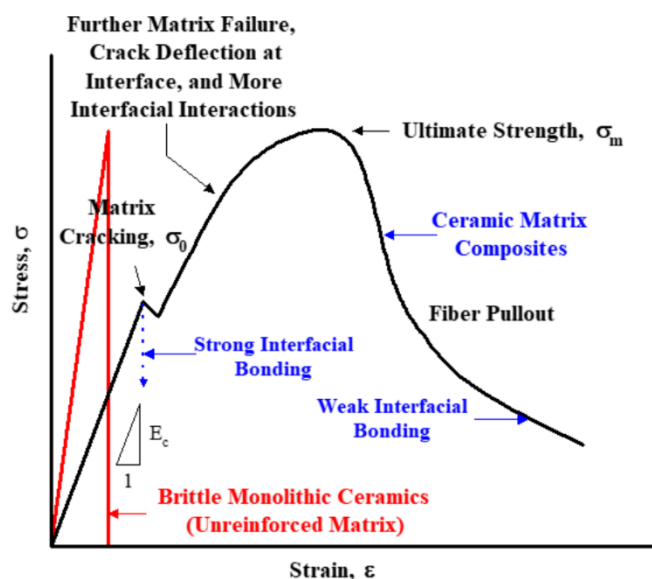


Figure 1-2 Comparaison du comportement mécanique contrainte-déformation entre les céramiques monolithiques et les composites à matrice céramique (Kim, 2019)

Il existe plusieurs méthodes de fabrication des CMC dont les méthodes d'infiltration de vapeur chimique (*Chemical Vapour Infiltration* ou CVI) où la matrice est infiltrée dans le renfort par un procédé de déposition de gaz, les méthodes d'infiltration de suspension (*Slurry Cast* ou SC) où la matrice est introduite par voie liquide et les méthodes d'infiltration de polymère et pyrolyse (*Polymer Infiltration and Pyrolysis* ou PIP) où l'on imprègne le renfort par une matrice polymère qui est ensuite décomposée en céramique par pyrolyse dans un environnement sans oxygène.

La méthode d'infiltration de suspension est couramment utilisée pour les bonnes propriétés mécaniques des pièces issues de ce procédé et pour son coût de production assez faible dans certains cas. Le procédé est schématisé sur la Figure 1-3. Préalablement au moulage, un renfort est placé fermement dans un moule de façon à le confiner à la forme voulue de la pièce (2). En parallèle, on incorpore des particules céramiques dans un médium liquide afin de créer une suspension chargée en particules (3). Cette suspension est ensuite coulée dans le moule (4) avant la fermeture des points d'injection puis le moule est pressurisé (5) afin que le liquide soit filtré et que les particules puissent se loger entre les fibres du renfort (6). C'est l'étape d'infiltration. Dans certains cas, la cavité de moulage est poreuse afin de pouvoir évacuer le liquide et retenir les particules. Dans ce cas-ci, elle joue également le rôle de filtre. Lorsque l'infiltration des particules est terminée, la pièce est gorgée d'eau et un séchage à l'aide d'un gaz ou d'un environnement à température moyennement élevée est requis pour éliminer le liquide résiduel et obtenir un produit sec (7). La pièce peut ensuite être démoulée (8) afin d'obtenir ce qu'on appelle une pièce à l'état vert (*green body*). Une étape subséquente de consolidation de la matrice granulaire par un traitement thermique (principe de frittage) est finalement essentielle afin de créer des liens mécaniques entre les particules de la matrice et parfois, le renfort, conférant ainsi une certaine tenue pour la pièce (9).

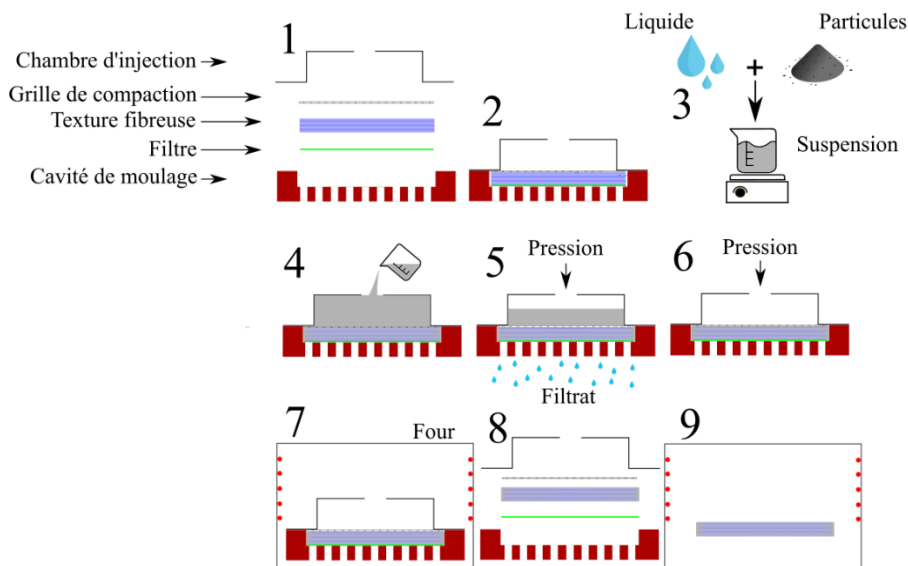


Figure 1-3 Schéma de principe du procédé d'infiltration de suspension

Depuis quelques années, une équipe de recherche de l'École Polytechnique de Montréal travaille en collaboration avec Safran Ceramics dans le but d'améliorer la fabrication de CMC par un procédé d'infiltration de suspension. Un premier projet avait été lancé en 2015 par les travaux de doctorat de Scola (Scola, 2018). Ce projet portait sur l'adaptation d'un procédé d'injection flexible utilisé dans la fabrication de composites à matrice polymère pour les composites à matrice céramique. La cinétique de filtration de particules d'alumine dans des renforts en 1D a été étudiée. Il a par ailleurs été démontré qu'il était possible de fabriquer des pièces $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ de géométrie simple (plaques) par le procédé SC. Pour ce type d'infiltration de suspension, le renfort céramique est déposé sur une membrane poreuse qui permet la rétention des particules céramiques au passage de la suspension afin qu'un cru se construise progressivement à l'intérieur de la préforme. Les résultats montrent un assez bon contrôle du taux de porosité en ne faisant qu'une seule passe d'infiltration qui est de courte durée. De plus, le coût de l'équipement est relativement faible. Cela dit, on ne sait pas encore s'il pourrait être utilisé pour la fabrication de pièces réelles car leurs géométries un peu plus complexes présentent des zones singulières où il est difficile d'y introduire les particules. Des défauts peuvent donc apparaître à plusieurs endroits.

Dans le cadre des travaux d'un second projet de recherche, deux types de CMC intéressants sont à l'étude : ceux à base de carbure de silicium (SiC/SiC) et ceux tout en alumine ($\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$). Les CMC SiC/SiC possèdent une excellente tenue à haute température. Ils conservent de bonnes propriétés mécaniques à des températures allant jusqu'à 1400°C , mais leur grande sensibilité aux

phénomènes d'oxydation qui interviennent dans l'environnement des moteurs d'avion limite leur domaine d'utilisation. Ceci implique qu'il faut que les pièces issues de ce matériau soient protégées en utilisant un revêtement afin d'empêcher l'oxygène de pénétrer dans les pores (Eaton & Linsey, 2002; Parlier & Ritti, 2003; Roy et al., 2014). Les perspectives des CMC SiC/SiC se trouvent dans la fabrication de composantes des chambres de combustion des turbines à gaz. De leur côté, les CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ conservent de bonnes propriétés mécaniques à des températures allant jusqu'à 1100°C tout en étant beaucoup plus légers que les alliages métalliques en plus du fait qu'ils sont naturellement résistants à l'oxydation (Parlier & Ritti, 2003; Schmücker & Mechnich, 2008). Ils sont également beaucoup moins coûteux à produire que les CMC SiC/SiC avec en contrepartie des propriétés mécaniques un peu plus modestes. Les perspectives des CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ se situent dans le moulage des tuyères d'échappement des turbines à gaz.

Ce second projet a pour objectif de fabriquer deux pièces réelles que l'on peut retrouver dans les moteurs d'avion selon un procédé d'infiltration de suspensions. La première pièce est une aube de turbine SiC/SiC qui se retrouverait en sortie des chambres de combustion. La deuxième est une tuyère d'échappement cylindro-cônique $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ en sortie d'une turbine à gaz. Pour y parvenir, il faut toutefois être en mesure de fabriquer des pièces dont la santé matière est adéquate pour ce type d'application. Il faut donc qu'elles soient presque complètement dépourvues de défauts puisque ces derniers affecteraient les propriétés mécaniques des pièces. Le projet a été segmenté en plusieurs étapes. La première portait sur la compréhension des mécanismes physiques d'infiltration des particules lorsqu'elles s'empilent entre les fibres d'un renfort fibreux de géométrie simple. La seconde étape, étudiée en partie dans les maîtrises de Saada (Saada, 2022) et de Leleu (Leleu, 2022), portait sur l'étude des effets géométriques de pièces ainsi que la conception de moules modulaires servant à leur mise en œuvre. Finalement, durant la troisième étape, les travaux des étapes précédentes ont été combinés afin de fabriquer les deux pièces. Cette thèse s'intéresse principalement à la première étape de ce second projet. Elle a pour objectif de mieux comprendre les mécanismes d'infiltration des particules dans un renfort fibreux lors de la fabrication d'une pièce par voie liquide tel que décrit ci-dessus. Pour y parvenir, elle se concentre sur la formation des défauts, c'est-à-dire la mésoporosité (à l'échelle des fibres du renfort) ainsi que la macroporosité (à l'échelle des torons du renfort).

Le Chapitre 2 correspond à une revue de littérature sur les CMC et leurs moyens de fabrication par voie liquide. En premier lieu, les généralités des CMC seront présentées sommairement avec un

accent sur les composites SiC/SiC et $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$. Ensuite, des principes de filtration, incluant quelques modèles mathématiques déjà établis, seront expliqués avec quelques paramètres qui peuvent influencer l'infiltration de particules.

La problématique et les objectifs de recherche de cette thèse sont décrits dans le Chapitre 3. Pour répondre à ces objectifs, le Chapitre 4 concernera la méthodologie expérimentale. La dynamique du projet impliquant la relation de cette thèse et de deux maîtrises sera tout d'abord présentée, suivie des équipements de fabrication et de tous les matériaux qui ont été utilisés pour les travaux expérimentaux de cette thèse. Ce chapitre se terminera par un résumé de la méthodologie de mise en œuvre des CMC puis des moyens de caractérisation qui ont permis de conduire les analyses nécessaires pour répondre aux objectifs de recherche.

Le Chapitre 5 est consacré à la présentation de résultats préliminaires permettant la validation des matériaux et techniques utilisées pour les travaux expérimentaux discutés dans le Chapitre 6. Ce dernier est une étude phénoménologique de l'infiltration de particules dans des renforts céramiques. Quelques facteurs principaux que l'on peut contrôler lors de l'élaboration d'un CMC sont testés par la réalisation de quelques plans d'expériences.

Les données de filtrations des composites discutés dans le Chapitre 6 ont ensuite été analysées dans le 0. On a tenté d'établir des modèles 1D macroscopique de la cinétique de filtration du procédé de fabrication pour les deux matériaux à l'étude. Ces données ont ensuite été amenées à alimenter le Chapitre 8 qui concerne la conception d'un script de simulation de filtration en 2D. Les simulations ont également été comparées à des résultats expérimentaux de fabrication de pièces de géométrie 2D.

Finalement, le Chapitre 9 est la conclusion générale des travaux de cette thèse. Un sommaire des résultats principaux y est présenté, suivi de quelques recommandations pour la mise en œuvre de CMC par voie liquide et des perspectives de travaux futurs.

CHAPITRE 2 ÉTAT DE L'ART SCIENTIFIQUE

La définition générale d'un matériau composite (forme abrégée : « composite ») peut être résumée par un mélange ou un assemblage d'au moins deux matériaux afin de produire un nouveau matériau ou de profiter de leurs caractéristiques lorsqu'un matériau seul ne les possède pas toutes. Le grand avantage de l'utilisation de matériaux composites réside dans la vaste possibilité de créer des matériaux avec des propriétés adaptées spécifiquement pour une utilisation particulière. De manière industrielle, on conçoit typiquement des composites à l'aide d'un renfort fibreux (aussi appelé « texture fibreuse » ou « préforme fibreuse ») et d'une matrice. Le renfort supporte les charges mécaniques alors que la matrice permet d'assurer la cohésion du composite, de répartir les efforts mécaniques dans les fibres du renfort et potentiellement de les protéger contre des substances ou des environnements potentiellement corrosifs.

Le renfort peut être composé de fibres coupées ou d'un tapis de fibres entremêlées, mais pour obtenir des matériaux dits de « haute performance » ayant de très bonnes propriétés mécaniques, il est couramment tissé. Dans un tel renfort, plusieurs fibres regroupées entre elles dans un toron (aussi appelé « mèche ») peuvent être tissées comme le montre la Figure 2-1. La taille et la forme des torons ainsi que le nombre de fils par toron sont variables selon les tissus.

Les tissus les plus couramment utilisés sont ceux en 2D et 3D dont des exemples sont présentés sur la Figure 2-2. Lorsqu'un renfort 2D est utilisé, plusieurs plis peuvent être empilés les uns par-dessus les autres afin d'obtenir l'épaisseur et la proportion de fibres (aussi appelée le taux volumique de fibres) voulues. Dépendamment du tissage, les renforts 2D possèdent des propriétés variant selon la direction des torons du sens chaîne (dans la longueur du tissu) et des torons du sens trame (dans la largeur du tissu). Pour cette raison, il est courant d'empiler des plis dans plusieurs directions pour avoir un laminé dont les propriétés sont quasi-isotropes, c'est-à-dire homogène dans le plan du composite. Les tissus 3D ont des torons traversant les couches dans le sens de l'épaisseur pour les maintenir ensemble. Ils peuvent ressembler à un empilement de tissus 2D, mais ce n'est pas toujours le cas. Les architectures 3D sont très vastes et certaines d'entre elles peuvent être complexes. En plus des renforts 2D et 3D, il existe également des renforts unidirectionnels (UD) où les torons d'un pli sont dans une direction et ne sont pas entrelacées entre elles.

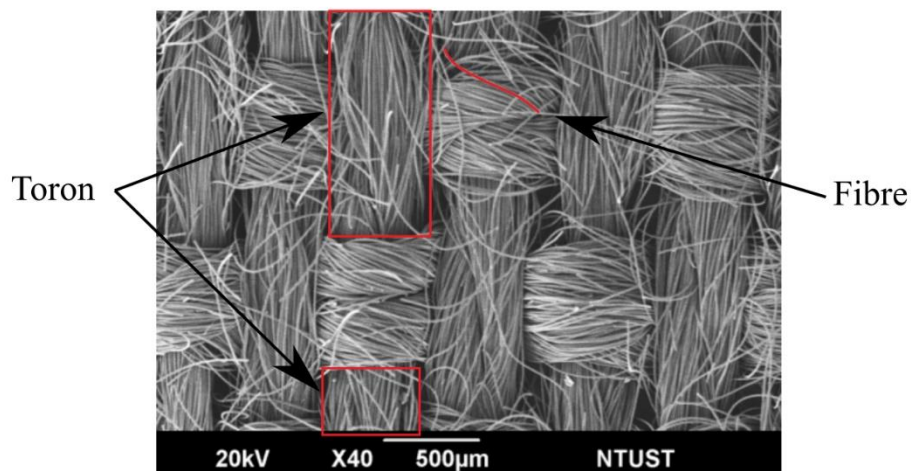


Figure 2-1 Exemple de tissage de fibre au MEB (adapté de (Wu et al., 2020))

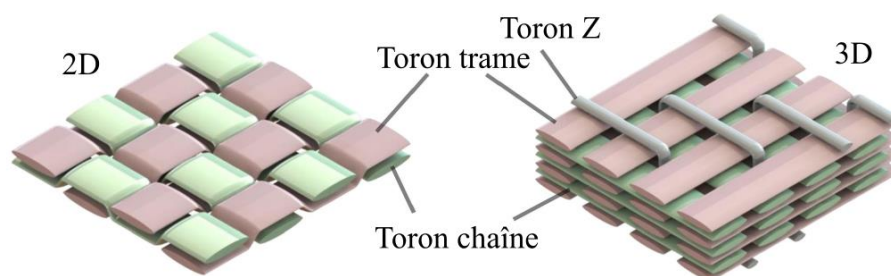


Figure 2-2 Exemples de tissages en 2D et en 3D (adapté de (Hart et al., 2017))

Tout comme pour les types de tissus applicables aux composites industriels, les matrices sont très diverses et elles influencent significativement les propriétés du composite. Il y a trois grandes familles de composites qui sont identifiées par leur type de matrice : les composites à matrice organique (CMO), les composites à matrice métallique (CMM) et les composites à matrice céramique (CMC). Le type de matrice des CMM et des CMC est plutôt explicite. En ce qui concerne les CMO, des résines thermoplastiques ou thermodurcissables sont utilisées. Afin de remplir son rôle cohésif et pour assurer la répartition des charges mécaniques, la matrice doit être dépourvue de défauts qui sont normalement générés durant le procédé de mise en forme du composite lorsqu'elle est introduite dans le renfort. Cette étape cruciale constitue la substance de cette thèse dans le cadre d'un procédé de densification de renforts par filtration de particules pour la mise en forme de CMC. Le type de matrice, la façon de l'introduire dans le renfort et le renfort lui-même sont tous des facteurs qui influencent la densification du composite. Dans les sections de

ce chapitre, les différents aspects de CMC, de leurs procédés de fabrication ainsi que des méthodes de modélisation de ces procédés seront brièvement présentés.

2.1 Les composites à matrice céramique

Contrairement aux céramiques monolithiques, les composites à matrice céramique sont des matériaux non fragiles et très convoités pour des applications dans des conditions extrêmes (excellentes propriétés mécaniques et tenue thermique). Ce sont des matériaux relativement récents et encore en phase de développement depuis le milieu des années 1970 (Ding, 2014; Lamon, 2005). Ils se divisent en deux grandes familles : les oxydes et les non-oxydes. Les non-oxydes, principalement en carbone (C) ou en carbure de silicium (SiC), ont été étudiés en premier pour leurs propriétés mécaniques (excellente résistance au fluage) à des températures excédant les 1400°C (Krenkel, 2008). En plus de leur bonne tenue en température, les CMC en carbure de silicium présentent de bonnes propriétés en fatigue, une bonne résistance à l'usure et même une capacité à bloquer les radiations (Iveković et al., 2013; Katoh et al., 2014). Cependant, leur détérioration prématurée en milieu fortement oxydant a poussé les chercheurs à étudier l'autre famille des CMC, les oxydes. Contrairement aux non-oxydes, les oxydes ne se dégradent pas en milieu oxydant par leur nature chimique (Kaya, 1999; Lewis III, 2000; Liang & Dutta, 2001; Ohnabe et al., 1999). On y retrouve principalement l'alumine (Al_2O_3), la silice (SiO_2), la zircone (ZrO_2) et la mullite ($3\text{Al}_2\text{O}_3-2\text{SiO}_2$) (Schmücker & Mechnich, 2008). De plus, les matières premières et les procédés de fabrication des oxydes sont beaucoup moins dispendieux que ceux de non-oxydes. Néanmoins, même si leurs propriétés mécaniques sont adéquates à température ambiante, des comportements de fluage deviennent observables à des températures plus modestes que les non-oxydes (1000-1100°C) en raison des fibres qui ne sont pas thermiquement stables à plus de 1000°C (Jurf & Butner, 2000; Parlier & Ritti, 2003).

La Figure 2-3 présente les principaux matériaux structuraux utilisés dans le domaine de l'aéronautique selon leur résistance spécifique (résistance divisée par la masse volumique) en fonction de leur température d'utilisation. À l'heure actuelle, les CMC représentent tout de même le meilleur espoir de réduction de masse pour certaines composantes des moteurs d'avion qui sont fabriquées avec des superalliages de nickel. Comme autre point de comparaison, la densité des CMC se trouve entre 2 et 3 g/cm³ alors que l'on parle d'une densité qui se situe entre 7 et 9 g/cm³ pour les superalliages de nickel. Comme mentionné dans l'Introduction, les perspectives des CMC

sont principalement dans le domaine de l'aéronautique et de l'aérospatial. Pour les oxydes, leur température d'utilisation maximale est similaire aux superalliages de nickel ce qui peut les rendre adéquats dans les chambres de combustion des moteurs d'avion. Avec la faible conduction thermique des CMC Oxyde/Oxyde poreux, on pense également qu'il serviront à produire des boucliers thermiques pour les engins spatiaux (Schmücker & Mechnich, 2008). Les températures d'utilisation plus élevées des non-oxydes leur permettent d'être utilisés pour d'autres applications. Les CMC C/C servent d'une part dans la fabrication de disques de frein. Avec leur sensibilité à l'oxydation particulièrement élevée, ils sont souvent à usage unique pour des courses automobiles, mais ils ont également servi dans des applications aéronautiques, militaires et commerciales (Weiß, 2008). Ils peuvent également servir pour la conception de chambres de combustion ou de fournaies à haute température où l'environnement est inerte ou sous vide. La particularité des CMC C/C est que leur résistance et leur rigidité augmente avec une température croissante, ce qui leur donne un facteur de sécurité additionnel pour des applications dépassant les 2000°C. Ils ont d'ailleurs déjà servi pour la fabrication de cous de tuyères où l'air est accéléré à Mach 1. Ces zones sont portées à des températures excédant les 2500°C où les gradients de température et les flux de chaleur sont extrêmes (Christin, 2008). Il faut donc un matériau capable de résister à ces conditions et posséder une conduction thermique élevée. Les CMC SiC/SiC possèdent des propriétés mécaniques et thermiques un peu plus faibles que les CMC C/C, mais leur résistance à l'oxydation est meilleure. Ils sont donc des candidats pour la fabrication de certaines composantes se situant dans les zones chaudes des moteurs d'avion comme les chambres de combustion en addition aux applications similaires à celles des CMC C/C.

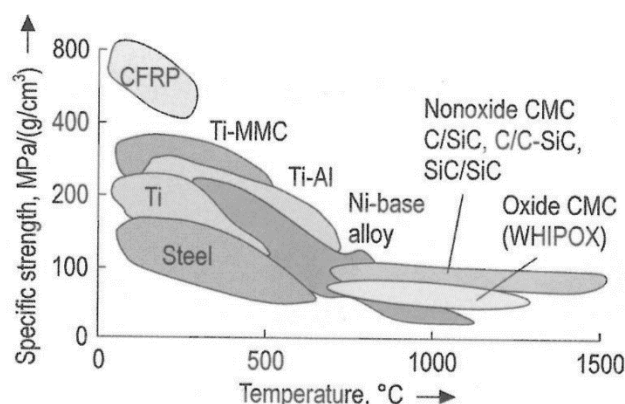


Figure 2-3 Résistance spécifique de matériaux structuraux en fonction de la température d'application (Heidenreich et al., 2009)

Dans cette section, les aspects généraux des CMC seront présentés. On expliquera d'abord les mécanismes de rupture qui leur confèrent leurs propriétés non fragiles. Ensuite, on brossera un portrait des principaux procédés de fabrication en commençant par les fibres puis par l'incorporation de la matrice. Finalement, les CMC SiC/SiC et $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ à l'étude dans cette thèse seront présentés de façon plus détaillée.

2.1.1 Mécanismes de rupture des CMC

La particularité principale des CMC est que même en étant composés de deux matériaux fragiles, une pièce peut présenter un comportement plus tenace et résistant que les céramiques monolithiques (parfois le même matériau est utilisé à la fois pour la matrice et pour le renfort). Dans un composite, le renfort reprend généralement les charges mécaniques alors que la matrice sert à distribuer ces charges. Pour assurer le comportement non fragile, on peut alors énumérer quelques exigences (Lamon, 2014) :

- 1) Les fibres doivent être liées à la matrice pour assurer que le matériau est continu.
- 2) Il faut préserver les fibres lorsqu'une fissure s'amorce dans la matrice.
- 3) Lorsque les fissures se propagent dans la matrice, il faut que la répartition des charges mécaniques reste en bonne proportion entre les fibres et la matrice.
- 4) En environnement agressif, il ne faut pas que les fissures induisent un chemin facile pour qu'une substance corrosive puisse attaquer les fibres.

2.1.1.1 Principes de base de rupture

Les principes de base de la rupture d'un CMC reprennent les deuxième et troisième points énumérés ci-dessus. Pour préserver les fibres d'un CMC, les fissures sont déviées au travers de la matrice. C'est ce qu'on appelle la déviation de fissures. Elle est causée par les liaisons plus faibles mécaniquement entre la matrice et les fibres que les fibres elles-mêmes. Une fissure se propage toujours dans les directions où l'énergie de rupture est la plus faible (dans les « chemins les plus faciles »).

La Figure 2-4 représente le fonctionnement de la dissipation de l'énergie pour un CMC. La matrice est tout d'abord fissurée (microfissures) due aux charges mécaniques dans des zones où les concentrations de contrainte sont les plus fortes (5). Durant une fissuration, la fissure se propage dans la matrice et atteint tout d'abord l'interface entre la fibre et la matrice. Ensuite, elle contourne

la fibre, car les propriétés mécaniques à l'interface sont beaucoup plus faibles que celles de la fibre. Cela provoquera le décollement de la fibre et de la matrice (4). Progressivement, une ouverture se crée de sorte que la fibre soit le seul élément liant les deux côtés de la matrice fissurée. C'est ce qu'on appelle le pontage des fibres (3). Lorsque l'énergie emmagasinée dans une fibre étirée est trop élevée, la fibre va ultimement céder à un point parfois plus éloigné du plan d'avance de la fissure pour ensuite glisser dans la matrice (2). Autrement, la fibre peut également céder sur le plan d'avance de la fissure (1). Dans ce cas-ci, il n'y aurait pas d'arrachement des fibres.

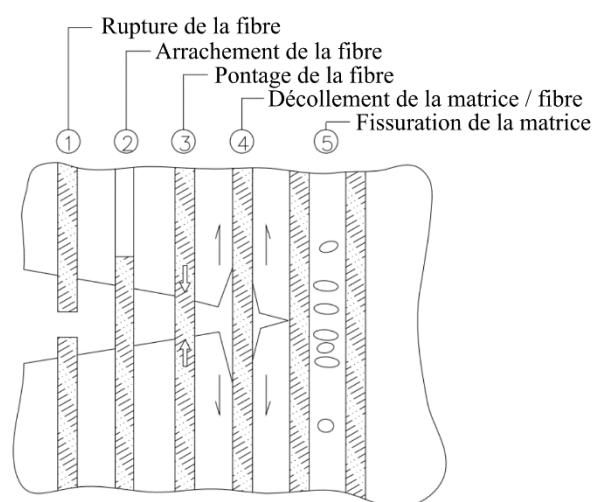


Figure 2-4 Schéma de dissipation de l'énergie lors de la rupture d'un CMC (adapté de (Nadolski et al., 2008))

Une certaine portion de l'énergie est dissipée par friction durant l'arrachement des fibres. Ces dernières peuvent supporter des charges assez importantes en mécanisme d'arrachement et c'est cela qui confère au matériau un comportement pseudo-ductile (Keller et al., 2005). La surface de rupture d'un CMC montrée sur la Figure 2-5 montre l'arrachement des fibres de la matrice. L'énergie emmagasinée dans une fibre qui a cédé est moins importante que l'énergie dans une fibre intacte. Toutefois, elle est tout de même essentielle pour conserver une bonne répartition des charges dans le composite et éviter de surcharger les fibres qui ne sont pas rompues (Dassios, 2007). Puisque des milliers de fibres sont présentes dans un composite, l'addition de la friction devient conséquente.

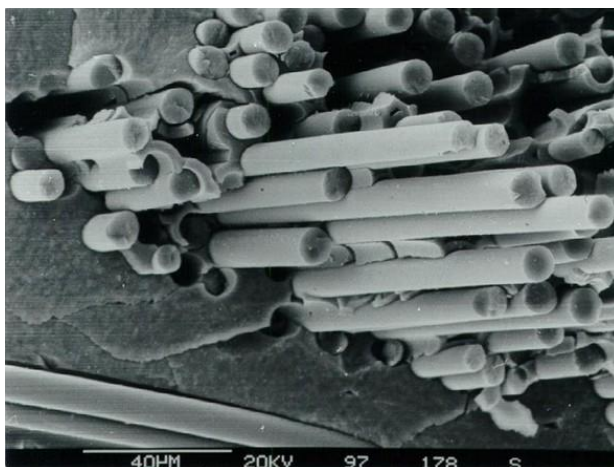


Figure 2-5 Surface de rupture d'un CMC SiC/SiC montrant le mécanisme d'arrachement (AG, 2006)

On distingue d'ailleurs deux types de CMC qui mettent en œuvre les principes de déviation de fissures, ceux à interface faible et ceux à matrice faible. Ces derniers permettent des mécanismes de ruptures similaires, mais les moyens pour y parvenir sont différents.

2.1.1.2 Les CMC à interface faible

Une des méthodes les plus utilisées pour provoquer la déviation de fissures est de placer une interphase comme revêtement sacrificiel sur les fibres du renfort afin qu'elle se brise pour laisser les fissures contourner les fibres. On distingue d'ailleurs l'interphase de l'interface, cette dernière étant une surface entre deux matériaux où une discontinuité (par exemple, une fissure) peut se produire. Le mécanisme de déviation de fissure est expliqué par le fait que l'interface entre la matrice et la texture fibreuse est plus faible mécaniquement que ces derniers. En effet, le modèle de He et Hutchinson (He & Hutchinson, 1989) montre que si l'énergie de rupture de l'interface est significativement plus petite que l'énergie de rupture des fibres ($\Gamma_I/\Gamma_F < 0.25$), alors les fissures ne se propageront pas dans les fibres, mais plutôt dans l'interface. On appelle ce type de matériau un *Weak Interface Composite* (WIC). La conception des CMC SiC/SiC actuels sont un bon exemple de ce cas. La matrice et le renfort possèdent des modules d'élasticité similaires, mais une interphase est déposée par exemple par infiltration de vapeur chimique (CVI) sur les fibres avant de les densifier avec la matrice.

Comme mentionné dans la section 2.1.1.1, une des étapes de l'endommagement du matériau est le décollement des fibres de la matrice. Pour un WIC, trois comportements peuvent se produire et ils

représentés schématiquement sur la Figure 2-6 : la fissure est déviée à l'interface entre l'interphase et la matrice, la fissure est déviée dans l'interphase elle-même ou la fissure traverse l'interphase pour atteindre l'interface entre l'interphase et la fibre (Keller et al., 2005; Ramdane, 2014). L'interphase est d'ailleurs également choisie en fonction de la compatibilité chimique entre les matériaux (Lamon, 2014; Li & Xia, 2018) et elle doit permettre que les fibres puissent s'arracher pour bien répartir les contraintes.

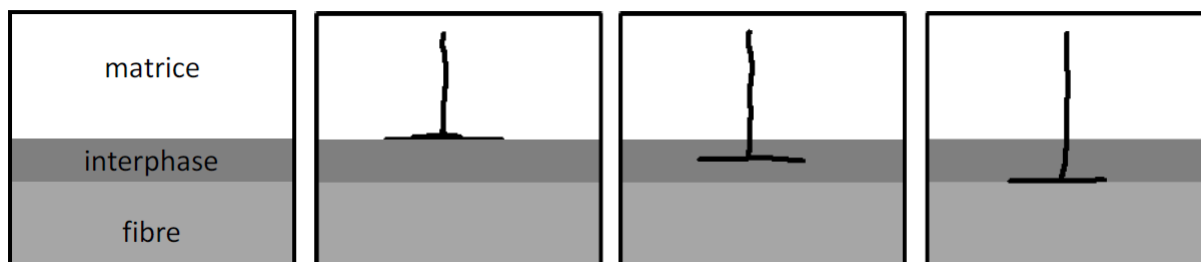


Figure 2-6 Schéma de principe de la déviation de fissures par une interphase (Ramdane, 2014)

2.1.1.3 Les CMC à matrice faible

Ce n'est toutefois pas la seule façon d'assurer des mécanismes de dissipation d'énergie pour protéger les fibres. Plusieurs autres procédés de fabrication des CMC produisent une matrice qui est mécaniquement beaucoup plus faible que le renfort. Ce type de matériau est un *Weak Matrix Composite* (WMC). Dans ce cas-ci, la matrice est solidement liée aux fibres, mais elle est affaiblie par la fine porosité contenue dans celle-ci. Les mécanismes de rupture sont très similaires à ceux des WIC. Des microfissures s'amorcent dans les pores un peu plus gros où les concentrateurs de contrainte sont plus importants. Elles se propagent ensuite de manière diffuse dans la matrice jusqu'à l'atteinte des fibres. À l'interface, l'énergie de rupture des fibres est beaucoup plus grande que celle de rupture de la matrice et les fissures contourneront les fibres (Keller et al., 2005) comme le montre la Figure 2-7. La matrice est à ce point faible qu'elle ne permet pas de transférer des contraintes trop importantes aux fibres (Schmücker & Mechnich, 2008). La rupture finale du composite se produit lorsque plusieurs plans de rupture se rejoignent pour créer un plan dans toute la section de l'échantillon. Les CMC Oxyde/Oxyde tels que ceux tout en alumine produits aujourd'hui en sont un bon exemple. Il faut toutefois bien contrôler le taux de porosité dans ce type de CMC. S'il est trop élevé, cela est un indicateur de la présence de plusieurs défauts dans le matériau. Plusieurs concentrateurs de contraintes sont donc présents et il sera plus simple pour les

fissures de traverser la pièce, conduisant ainsi à de plus faibles résistances mécaniques. Certaines références indiquent qu'un compromis optimal du taux de porosité de la matrice pour assurer la déviation de fissures se situe autour de 30-40% (Evans et al., 1991; Heathcote et al., 1999; Levi et al., 1999; Mattoni et al., 2001).

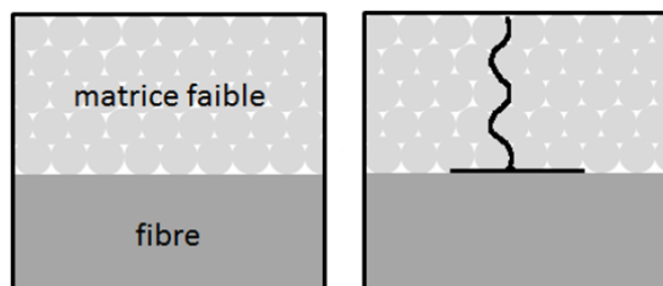


Figure 2-7 Schéma de principe de la déviation de fissures par une matrice poreuse (Ramdane, 2014)

2.1.1.4 Sommaire des mécanismes de rupture des CMC

Dans les deux types de CMC, que l'on parle des WIC ou des WMC, les mécanismes de déviation et de diffusion de fissures permettent à des matériaux fragiles de présenter un comportement mécanique pseudo-ductile. Ils conservent d'autant plus leurs bonnes propriétés de résistance et leur bonne tenue à haute température tout en présentant la faible densité caractéristique des céramiques.

Dans la Figure 2-8, on montre les modes de rupture en relation avec les modules de Young relatifs (entre les fibres et la matrice) et les énergies de rupture relatives (entre les fibres et l'interface). Bien que plusieurs propriétés mécaniques soient en jeu, on peut convenir que généralement, dans le cas où la matrice et les fibres ont une rigidité similaire, il faut que l'interface soit beaucoup plus faible que les fibres pour qu'il y ait une rupture non fragile. Dans le cas où la matrice est beaucoup plus faible que le renfort, il n'est pas nécessaire que le composite ait une interface faible puisque c'est la matrice qui se fissurera.

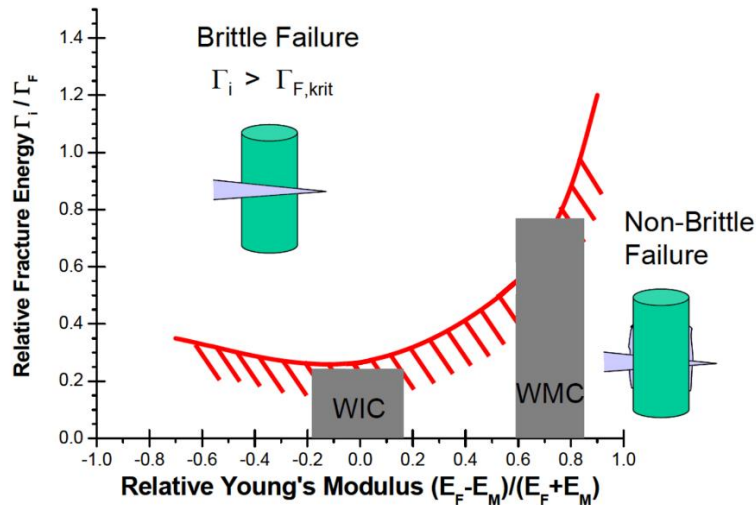


Figure 2-8 Modes de rupture des composites à matrice céramique (Koch, 2008)

2.1.2 Procédés de fabrication des CMC

Il y a plusieurs étapes concrètes pour fabriquer un CMC tel que la fabrication des fibres (1), l'ensimage pour leur manipulation comme leur transport et leur tissage (2), le désensimage de celles-ci une fois drapées en moule (3), la déposition d'une interface sur le renfort (4), la densification de ce dernier par l'incorporation d'une matrice (5), le traitement thermique de consolidation ou frittage (6) et finalement, la montée capillaire servant à boucher les pores résiduels (7). Dans cette sous-section, seule l'étape de densification (5) sera approfondie.

2.1.2.1 Densification du renfort par incorporation de la matrice

Une des étapes les plus importantes du procédé de fabrication des CMC est l'incorporation de la matrice au sein du renfort. En effet, la fabrication des fibres ainsi que des composants primaires qui constitueront la matrice sont des étapes qui sont bien maîtrisées à priori. Les entités qui fabriquent des CMC se les procurent d'un fabricant commercial. Cela dit, un volume important des défauts présents dans les CMC provient de l'étape où le renfort est densifié par la déposition de la matrice puisque les mécanismes physiques en jeu sont encore mal compris à ce jour. Le choix du procédé de densification est donc conséquent.

2.1.2.1.1 L'infiltration de polymère et pyrolyse

L'infiltration de polymère et pyrolyse (PIP) consiste à infiltrer un polymère dans un renfort fibreux en céramique puis de décomposer le polymère en céramique par une pyrolyse. Le polymère est un précurseur puisque sa structure moléculaire n'est pas encore sous forme de céramique, mais il contient les bons éléments pour le devenir. Les étapes principales de ce procédé sont schématisées sur la Figure 2-9. On imprègne donc le renfort de ce polymère par les moyens conventionnels d'imprégnation des composites à matrice polymère comme le moulage par transfert de résine (*Resin Transfer Molding* ou RTM) ou la préparation de pré-imprégnés. L'étape suivante consiste à polymériser le polymère par un traitement thermique à basse température (autour de 200°C) pour qu'un réseau tridimensionnel se crée entre les molécules. Dans cet état réticulé, la réaction est irréversible (le polymère est thermodurcissable). L'étape suivante de pyrolyse à haute température (typiquement à plus de 1000°C) transformera tous les groupes organiques de la matrice pour ne laisser que les composants céramiques sous une forme cristalline ou amorphe.

L'enjeu principal du procédé PIP survient lors de l'étape de pyrolyse. Due au réarrangement tridimensionnel des composants sous les traitements thermiques de plusieurs composants, la matrice subit un retrait volumique considérable allant jusqu'à 40% dans certains cas (Motz et al., 2008) et même à plus de 55% dans d'autres (Moraes et al., 2000). Les conséquences se résument surtout à la création de multiples porosités et fissures de retrait réparties dans la pièce. Cela a des effets négatifs importants sur leurs propriétés mécaniques. C'est pourquoi plusieurs ré-infiltrations de polymère puis pyrolyses sont requises pour fermer une partie de la porosité à chaque itération. Il est également possible d'incorporer des particules céramiques dans le polymère afin de réduire le retrait volumique.

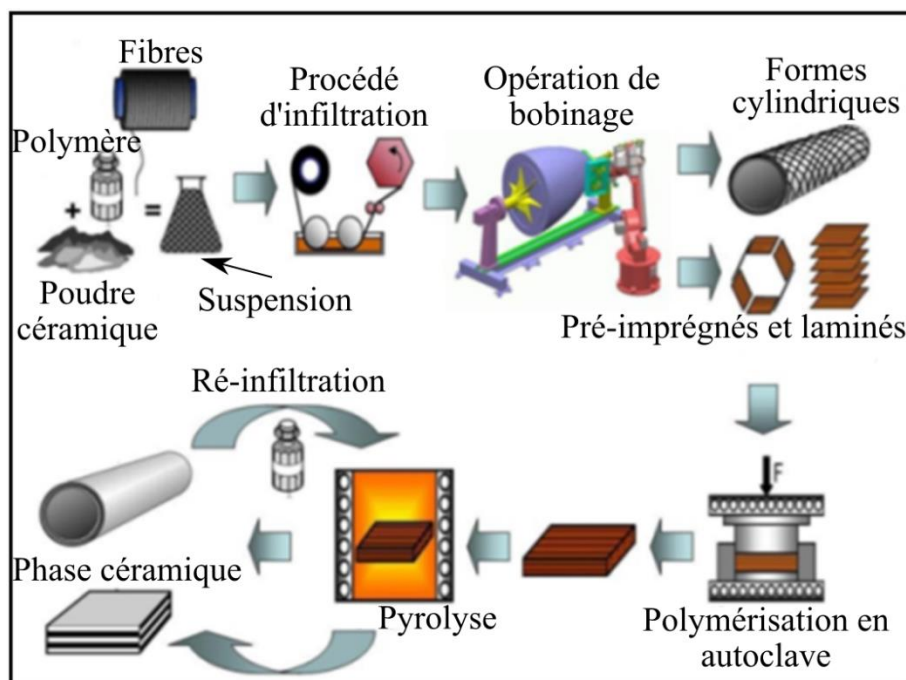


Figure 2-9 Schéma de principe de l'infiltration de polymère et pyrolyse (adapté de (Schmidt-Wimmer et al., 2012))

2.1.2.1.2 L'infiltration de vapeur chimique

L'infiltration de vapeur chimique est un procédé de fabrication par voie gazeuse. Les composants céramiques sont tout d'abord sous la forme d'un précurseur gazeux. Le renfort a été préalablement formé dans sa géométrie puis placé dans un four à plus de 800°C. Le précurseur est ensuite injecté dans le four avec un autre composant gazeux qui servira de catalyseur afin de transformer chimiquement le précurseur en composant céramique voulu. Les particules entrent dans la préforme fibreuse par diffusion ou par convection pour être déposées chimiquement (craquage) sur les fibres. Finalement, les rejets gazeux sont évacués et traités. On distingue deux modes principaux de procédé par CVI : le type isotherme-isobare et le type à gradient (Leuchs, 2008).

Comme son nom l'indique, la température et la pression interne du four sont constantes pour le type isotherme-isobare. Les mécanismes d'infiltration des particules sont donc pilotés par la diffusion. Puisque cette dernière est très lente, il faut également bien contrôler la température et la pression pour s'assurer qu'elles ne soient pas trop élevées. Dans le cas échéant, la vitesse d'infiltration serait trop grande et la surface de la préforme se boucherait avant que le cœur ne

puisse se densifier complètement. Par conséquent, les temps de fabrication sont typiquement de plusieurs semaines et l'épaisseur des pièces est limitée à quelques millimètres (Leuchs, 2008).

Pour le type à gradient un schéma est présenté sur la Figure 2-10. On impose un gradient de pression et de température pour accélérer l'infiltration. Le gradient de pression est imposé pour augmenter le débit de gaz. La pression à l'entrée du four est donc plus élevée qu'à sa sortie. Pour contrebalancer le fait que la déposition de particules serait plus élevée sur la face de la préforme qui se trouve vers l'entrée du four, on la refroidit, ce qui a pour effet d'équilibrer la déposition. Les temps de fabrication sont donc réduits considérablement, mais l'instrumentation est beaucoup plus complexe. Il est également plus difficile d'infiltrer des pièces de géométrie complexe 3D, car il faut bien choisir les zones de refroidissement pour que l'infiltration reste homogène.

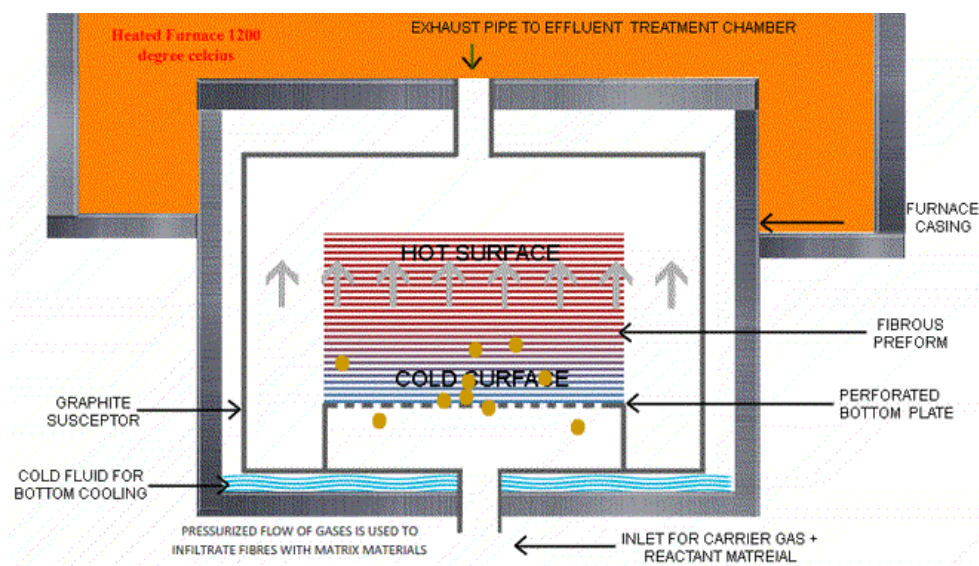


Figure 2-10 Schéma de principe de l'infiltration de vapeur chimique à gradient (Sjlande, 2014)

Le grand avantage du procédé CVI est qu'il produit des pièces avec d'excellentes propriétés mécaniques en plus d'une certaine résistance à la corrosion (tout en ayant la possibilité d'appliquer des barrières environnementales), ce qui est très souhaitée pour les CMC non-oxydes. En revanche, l'équipement pour les produire est très complexe et dispendieux. De plus, les temps de fabrication longs ont pour conséquence de rendre les coûts de production très élevés.

2.1.2.1.3 L'injection flexible Polyflex

Il existe plusieurs procédés qui se trouvent dans la catégorie de l'infiltration de suspension. L'injection flexible *Polyflex*, développée à l'École Polytechnique de Montréal dans la Chaire des

Composites à Haute Performance (CCHP), est un procédé d'injection des composites à haute performance et à haute cadence. Breveté initialement pour les composites à matrice organique (CMO) (Ruiz & Trochu, 2011), ce procédé utilise une membrane flexible pour imprégner un renfort et le mettre en forme. En collaboration avec Safran, le procédé a été adapté pour la fabrication de CMC (Podgorski et al., 2016) en filtrant une suspension chargée en particules. Il permet de mouler des pièces céramiques en une seule passe tout en contrôlant le taux de porosité. Son fonctionnement se divise en six étapes dont les principales sont schématisées sur la Figure 2-11 :

1. Drapage : la préforme est déposée sur une matière filtrante dans la cavité inférieure du moule. L'air est retiré des deux cavités de moule à l'aide d'une pompe à vide (Figure 2-11 a).
2. Injection : une suspension chargée en particules est injectée dans la cavité inférieure du moule de façon à remplir la cavité (Figure 2-11 b).
3. Compaction : le port d'injection de la suspension est fermé lorsque le volume voulu de suspension a été introduit et le fluide de compaction est introduit dans la cavité supérieure à pression voulue. La pression du fluide déforme la membrane permettant ainsi la filtration dans le sens transversal de la préforme. Les particules contenues dans la suspension se déposent sur le filtre entre les fibres du renfort et le filtrat est évacué par la cavité inférieure (Figure 2-11 c).
4. Séchage : tous les événements sont fermés et la pression de compaction est maintenue durant l'évacuation du filtrat.
5. Démoulage : la pièce est démoulée lorsque le cycle de séchage est terminé et lorsque le fluide de compaction a été retiré.
6. Frittage (ou autre traitement thermique permettant de consolider la matrice) : la pièce est placée dans un four puis portée à très haute température pour créer les liens mécaniques requis entre les constituants.

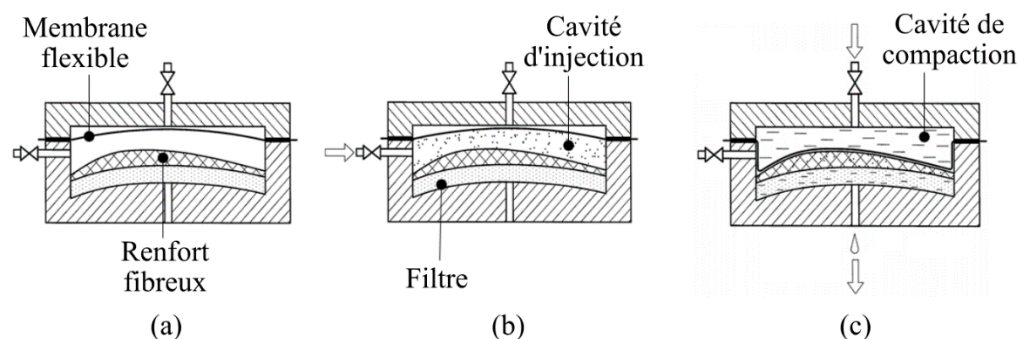


Figure 2-11 Étapes principales de l'injection flexible Polyflex pour les CMC. (a) Drapage de la préforme et ouverture de la cavité, (b) injection de la suspension dans la cavité et (c) application de la pression dans la cavité de compaction pour amorcer la filtration (adapté de (Scola, Eberling-Fux, et al., 2019))

Ce procédé présente quelques avantages comparativement aux procédés d'injection standards dont celui par RTM. Tout d'abord, au lieu d'utiliser des points d'injection, une membrane flexible est utilisée pour appliquer une pression constante sur toute la surface de la pièce. Puisque l'injection se fait dans la direction de l'épaisseur de la pièce, la vitesse d'imprégnation du renfort est beaucoup plus grande que celle d'une imprégnation dans le sens de la longueur. Étant flexible, la membrane peut facilement prendre la forme de géométries complexes et favorise toujours l'imprégnation dans le sens de l'épaisseur, quelle que soit la forme de la pièce. Cela limite le phénomène de rétention des particules qui est particulièrement présent lors d'imprégnations dans le sens longitudinal des pièces. Finalement, il présente également un avantage par rapport aux procédés APS (aspiration de poudre submicronique), car ces derniers ne permettent pas de contrôler le taux de matrice injectée dans la texture fibreuse contrairement à *Polyflex*. Cependant, il faut impérativement être en mesure de préformer le renfort à la bonne géométrie et au bon taux de fibre avant l'injection de la suspension (en utilisant des grilles rigides par exemple).

Un modèle mathématique de filtration de particules a été développé dans le but de prédire la croissance de la matrice durant l'injection flexible pour les CMC (Scola, Eberling-Fux, et al., 2019). Dans le cadre d'une étude expérimentale, ce modèle a été appliqué à la mise en œuvre de CMC Oxyde/Oxyde. Les résultats ont montré qu'il permettait de bien prédire la cinétique de croissance du cru lors de la fabrication de pièces de géométrie simple (plaques). Sa précision était remarquable comparativement aux procédés de fabrication conventionnels (Scola, Eberling-Fux, et al., 2019; Scola, Podgorski, et al., 2019). Les résultats ont d'ailleurs montré que l'injection

flexible était un peu plus rapide qu'un moulage de type RTM pour la mise en œuvre de CMC Oxyde/Oxyde dans une configuration où la filtration dans le sens transverse serait maximisée. En ce qui concerne les comportements mécaniques des composites qui en résultent, des résultats identiques ont été observés pour ces deux procédés.

2.1.2.1.4 Les pré-imprégnés

La fabrication de CMC par pré-imprégnés est le procédé par voie liquide le plus répandu dans le secteur industriel en raison de sa simplicité et de son coût relativement faible. La Figure 2-12 est un schéma des étapes principales de fabrication. Elle consiste à submerger préalablement un tissu de fibres dans une suspension aqueuse chargée en particules céramique (la matrice) ou un précurseur céramique. Le tissu peut ensuite être enroulé pour être conservé et stocké. Afin de l'utiliser pour produire des pièces, le tissu pré-imprégné doit être bien sûr découpé en plusieurs plis afin de les empiler dans les directions voulues. L'empilement est ensuite placé dans un moule où il sera mis en forme à la géométrie presque finale. Des étapes de pressage à chaud peuvent être appliquées pour que la densification soit adéquate. Il faut toutefois s'assurer que le pressage ne soit pas trop important pour ne pas endommager les fibres (Radhika & Sathish, 2022).

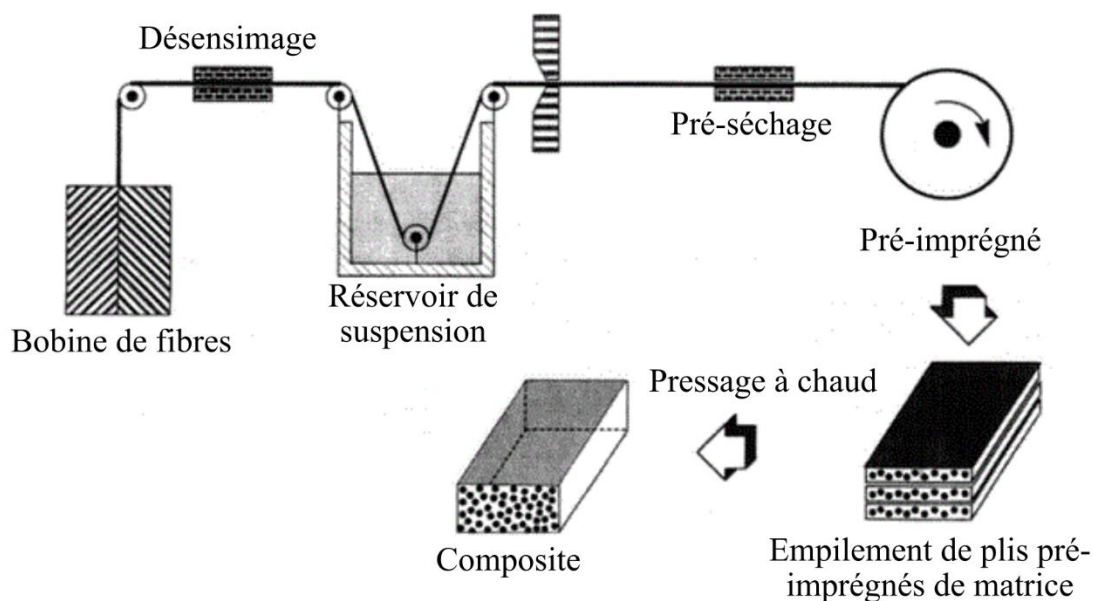


Figure 2-12 Exemple de fabrication de CMC par l'utilisation de pré-imprégnés (adapté de (Chawla, 2012))

La fabrication par pré-imprégnés est généralement une sous-étape d'un procédé conventionnel. Comme mentionné dans la section 2.1.2.1.1, les pré-imprégnés peuvent bien sûr servir comme étape d'infiltration du précurseur dans le procédé PIP. Ils peuvent également servir dans la fabrication par infiltration de suspension. L'enjeu principal de ce procédé est qu'il permet difficilement de produire des pièces de géométrie très complexe. De plus, le taux de porosité est généralement plus difficile à contrôler.

2.1.3 Les CMC à l'étude dans cette thèse

Plusieurs types de CMC sont présentement étudiés dans les quatre coins du globe. Ceux tout en carbure de silicium et ceux tout en alumine sont parmi les plus répandus. Il existe d'ailleurs plusieurs variations de ces matériaux et divers moyens de les fabriquer. Cette section brossera un tableau sommaire de la fabrication des CMC à l'étude de cette thèse suivant l'obtention des matières premières, c'est-à-dire la fabrication des fibres céramiques, de la poudre constituant la matrice, etc.

2.1.3.1 Composites SiC/SiC avec montée capillaire au silicium liquide

Les composites SiC/SiC sont constitués d'une matrice et d'un renfort en SiC et ils font partie de la catégorie des non-oxyde/non-oxyde. Ils sont composés d'une matrice et d'un renfort rigide liés par une interphase. Ils se trouvent donc dans la catégorie des WIC. Les perspectives de leur utilisation sont surtout dans les aubes de turbine qui se trouvent dans les chambres de combustion des moteurs d'avion.

Durant leur fabrication, l'interphase est d'abord appliquée sur des fibres Hi-Nicalon par CVI, car ce procédé permet de bien contrôler l'épaisseur des interphases en plus de pouvoir le faire sur des pièces de géométrie complexe. Elle a une fonction principale qui est d'assurer le mécanisme de déviation des fissures. Les interphases les plus utilisées sur le marché sont celles en nitrure de bore (BN) et celles en pyrocarbone (PyC). Ensuite, une première mince couche de carbure de silicium est déposée par CVI sur les torons du renfort. Cette couche a pour but de protéger les fibres du silicium liquide qui sera infiltré dans une étape subséquente. Elle ferme d'ailleurs complètement l'intra-toron, les rendant ainsi imperméables.

Lorsque l'ébauche fibreuse est prête, la matrice est ensuite introduite entre les fibres. La méthode utilisée est une injection de suspension par filtration et la caractéristique principale recherchée est

une bonne densification des fibres par la matrice (donc un faible taux de porosité). Une bonne densification permet, d'une part, de rendre la matrice plus rigide et donc d'améliorer les propriétés mécaniques du composite, mais elle permet également de réduire l'accès à l'oxygène jusqu'aux fibres dans les milieux oxydants. En effet, au contact de l'oxygène présent dans les vapeurs d'eau, ils se forment des SiO avec les fibres SiC renforçant ainsi leur lien avec la matrice (Koch, 2008; Koch et al., 2006). Dans une telle situation, le composite tend donc à perdre ses propriétés qui lui confèrent un comportement pseudo-ductile par la déviation de fissures.

Après l'étape de densification matricielle par filtration, un traitement thermique est nécessaire afin de consolider la matrice (créer des liens entre les particules) pour qu'elle possède une meilleure tenue mécanique. Une étape d'infiltration liquide (*Melt Infiltration* ou MI) est appliquée dans le but de fermer la majorité de la porosité résiduelle dans la matrice. Cette étape consiste traditionnellement à infiltrer du silicium liquide par capillarité dans la pièce densifiée, mais contenant tout de même une porosité ouverte. Le silicium réagit chimiquement avec le carbone présent dans le renfort pour former des carbures de silicium. Un volume résiduel de silicium liquide se situant entre 10% et 30% est souvent encore présent dans la pièce après cette étape de fabrication. S'il est porté à plus de 1400°C, il peut se liquéfier et s'évacuer de la pièce CMC, endommageant les composantes voisines. Le silicium pourrait également se diffuser dans la pièce CMC si elle est exposée à des températures élevées pour une longue durée, dégradant ainsi ses propriétés mécaniques (Bhatt et al., 2000). De plus, on observe une chute des propriétés mécaniques des fibres Hi-Nicalon à des températures dépassant les 1300°C dû à des comportements de fluage (Yun & Dicarlo, 1999). Ce sont donc plutôt les fibres qui limitent l'utilisation à haute température de ces composites.

Finalement, un revêtement de barrière environnementale doit être appliqué sur ce type de pièce pour sceller ses faces externes, étape primordiale lors d'une utilisation en environnement oxydant. La plupart de ces revêtements sont des alliages à base de silicium, des composants à base d'oxydes ou des silicates de terres rares. Leur rôle est bien sûr de protéger une pièce de la vapeur d'eau présente dans l'air ou d'autres gaz corrosifs afin d'augmenter drastiquement leur durée de vie. Les méthodes d'application des revêtements sont diverses, allant d'une trempe dans un bain de liquide à un jet de plasma. Il est d'ailleurs possible d'appliquer plusieurs couches de revêtements par différents procédés pour des performances optimales.

2.1.3.2 Composites $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$

Les composites $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ sont constitués d'une matrice et d'un renfort en Al_2O_3 (alumine) et ils sont de la catégorie des CMC Oxyde/Oxyde. Ils peuvent être fabriqués sous la forme d'un WIC ou d'un WMC, mais le second est présentement plus intéressant pour des questions de coûts de fabrication qui se rapprochent de celui des superalliages de nickel. Comme il a été décrit précédemment, la famille des oxydes est résistante à l'oxydation, mais leurs propriétés mécaniques ainsi que leur température maximale d'utilisation sont plus faibles que celles de la famille des non-oxydes. Ceci peut s'expliquer par le fait que les liaisons atomiques des oxydes ont un caractère ionique plus important comparativement aux liaisons covalentes des SiC. La diffusion atomique est donc plus facile dans les CMC Oxyde/Oxyde et leur dégradation démarre à plus faible température dû au phénomène de croissance des grains dans les fibres (Parlier & Ritti, 2003). Néanmoins, à des températures d'opération avoisinant les 1000°C , ils possèdent de bonnes propriétés en fatigue, en déformation et une bonne résistance au vieillissement (Jurf & Butner, 2000).

Le procédé global de fabrication de ce type de composite est beaucoup plus simple que celui des CMC SiC/SiC. La méthode la plus répandue de densification du renfort par la matrice pour les CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ est par voie de pré-imprégnés qui se trouve dans la famille d'infiltration de suspension. Pour cette thèse, la méthode de densification utilisée est la même que celle mentionnée pour les CMC SiC/SiC ci-dessus, c'est-à-dire par infiltration de suspension à l'aide d'une filtration. Une dernière étape de frittage à plus de 1000°C à pression normale est appliquée afin de conférer des liens mécaniques rigides entre les particules et les fibres.

Il est souvent évoqué que les CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ sont moins coûteux à produire que les CMC SiC/SiC puisqu'il n'est généralement pas nécessaire de déposer une interphase sur les fibres avant la densification et que la porosité n'est pas remplie par une étape de MI, mais il peut être tout de même assez dispendieux de les mettre en forme. En effet, bien que la porosité confère au matériau ses propriétés de déviation de fissure, les pièces en alumine sont souvent trop poreuses après une seule étape de densification. Plusieurs infiltrations peuvent donc être nécessaires afin d'obtenir un taux de porosité acceptable faisant rapidement grimper les coûts de fabrication. Cependant, l'étape de filtration permet en théorie de bien densifier le composite en une seule passe.

2.2 Principes de filtration

La filtration est un procédé utilisé dans plusieurs domaines tels que l'industrie pharmaceutique, l'industrie pétrolière, le traitement des eaux et bien d'autres. Elle intervient également dans la fabrication des céramiques pour les procédés de mise en forme par infiltration de suspension puisque les particules incorporées dans les suspensions sont ensuite filtrées sur une membrane poreuse.

Dans cette section, les généralités des mécanismes d'écoulement en milieux poreux seront tout d'abord présentées sommairement pour ensuite basculer sur la dynamique de filtration de particules en suspension. Finalement, les facteurs influençant les mécanismes d'infiltration les plus connus seront décrits.

2.2.1 Généralités des milieux poreux

Un milieu poreux est un espace vide contenu dans un milieu solide. La notion de porosité est attribuée à l'espace vide de sorte que le taux de porosité corresponde à la proportion de vide contenu dans un milieu poreux à volume défini. La valeur du taux de porosité se situe donc toujours entre 0 et 1 quelle que soit la nature du milieu. On peut distinguer deux types de porosité, la porosité fermée et la porosité ouverte. On parle de porosité fermée lorsque le vide est inaccessible par un fluide tentant de traverser le milieu poreux. Elle est représentée par les pores non connectés sur la Figure 2-13. Le terme communément utilisé pour la décrire est la « porosité ineffective » puisqu'elle entrave justement l'écoulement d'un fluide. On parle de porosité ouverte lorsque le réseau de pores est interconnecté de façon à ce qu'un fluide puisse traverser le milieu.

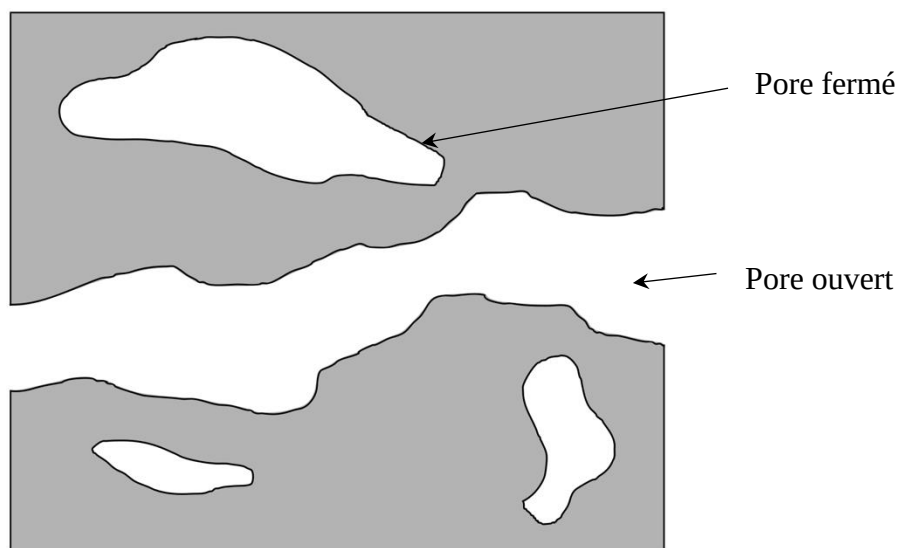


Figure 2-13 Représentation en 2D des types de porosité

L'écoulement d'un fluide traversant un milieu poreux fait intervenir la notion de perméabilité. Elle est une caractéristique d'un milieu qui représente la capacité de celui-ci à laisser s'écouler un fluide par sa porosité. L'écoulement du fluide passant dans la porosité peut être comparé à un régime de Stokes où le fluide s'écoule dans une conduite très étroite. Cependant, la distinction entre les régimes d'écoulement en milieu poreux par le nombre de Reynolds n'est pas la même que pour une conduite. Dans une conduite circulaire, il est accepté que l'écoulement est laminaire lorsque le nombre de Reynolds est plus faible que 2000 et que l'écoulement devient pleinement turbulent à une valeur plus élevée que 3000. Pour les milieux poreux, cette transition dépend plutôt de certaines caractéristiques du milieu (Venkataraman & Rao, 1998). Il a d'ailleurs déjà été démontré que la valeur de la limite supérieure pour le nombre de Reynolds d'un écoulement laminaire pouvait se trouver en dessous de 1 pour des milieux poreux sédimentaires (Arora, 1989).

Il faut d'ailleurs noter que la perméabilité est une caractéristique qui est très difficile à évaluer. Selon les montages en laboratoire, les matières utilisées, les erreurs et biais possibles ainsi que les opérateurs, les valeurs mesurées de perméabilité peuvent changer grandement d'une étude à une autre (Karaki et al., 2019). C'est la raison pour laquelle 12 laboratoires répandus dans le monde ont travaillé ensemble afin de produire la référence en matière de mesure de perméabilité (Vernet et al., 2014). Même en suivant la procédure quasi identique, ces 12 laboratoires obtiennent des valeurs de perméabilité dont l'écart maximal est de 25%, ce qui peut sembler assez élevé malgré

tout. En tenant compte de ces écarts, c'est généralement l'ordre de grandeur dans la mesure de perméabilité qui est important.

2.2.2 Loi de Darcy

La loi de Darcy (Darcy, 1856) a été développée par Henry Darcy qui cherchait à concevoir un réseau d'aqueduc pour la ville de Dijon en France dans le milieu du 19^e siècle. Cette loi met en relation la perméabilité du milieu (K), la viscosité (μ) et le débit (Q) du fluide, l'épaisseur (L) et l'aire (A) du filtre et finalement, la différence de pression (ΔP):

$$\Delta P = \frac{\mu L Q}{KA} \quad 2.1$$

Pour que cette équation soit valide, certaines hypothèses doivent être vérifiées :

- 1) Le milieu poreux est saturé par le fluide
- 2) Le fluide est newtonien et incompressible (le fluide conserve ses propriétés physiques constantes tout au long de l'écoulement)
- 3) L'écoulement est linéaire et laminaire (dans le « domaine de Darcy »)
- 4) La perméabilité du milieu est homogène

La Figure 2-14 présente les différents modes d'écoulement dans les milieux poreux. La zone de Darcy correspond à une gamme du nombre de Reynolds où la loi de Darcy est valide. Bien sûr, à Reynolds élevé, l'écoulement est turbulent, mais avant que la transition de laminaire à turbulent ne se produise, il existe un domaine où l'écoulement est laminaire sans que le gradient de pression ne soit linéaire (Chauveteau & Thirriot, 1967). Ceci désigne la limite supérieure de la zone de Darcy. Pour le modéliser, on peut ajouter un terme inertiel à l'équation de Darcy que l'on appelle le terme de Forchheimer. Il existe également une limite inférieure où la vitesse du fluide est tellement faible que le gradient de pression est également non-linéaire.

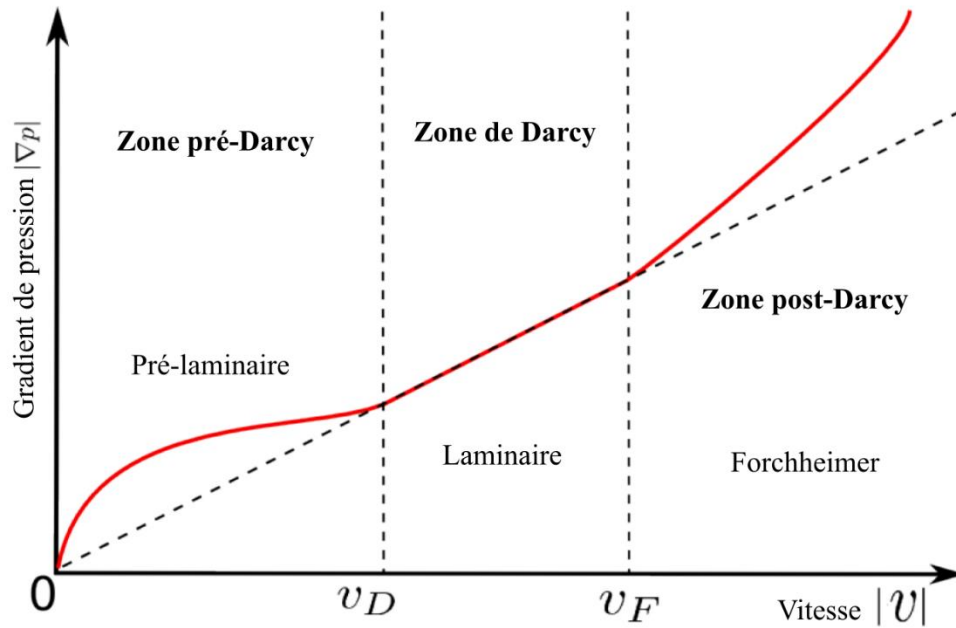


Figure 2-14 Visualisation du domaine linéaire de Darcy (adapté de (Bloschanskaya et al., 2017))

Cela dit, un écoulement en milieu poreux de très fine porosité est toujours (ou presque) dans le domaine de Darcy. En effet, d'une part, la vitesse de l'écoulement est suffisamment faible en raison de la faible perméabilité du milieu. D'autre part, si le gradient de pression n'est pas assez élevé, le fluide ne pourra pas se déplacer dans le milieu poreux en raison des forces d'adsorption qui contraignent les atomes ou molécules de liquide à se fixer sur le filtre.

Il est également important de mentionner que la perméabilité est un coefficient déterminé expérimentalement. À ce jour, il n'existe toujours pas de méthode robuste pour la calculer avec une grande précision. Néanmoins, c'est plutôt l'ordre de grandeur de la valeur de perméabilité qui est généralement suffisant. Le modèle de prédiction de perméabilité de lits de poudre le plus connu est sans doute celui de Kozeny-Carman (Kozeny, 1927) :

$$K = \frac{\varepsilon^3}{k_0 T^2 S_v^2 (1 - \varepsilon)^2} \quad 2.2$$

où ε est la porosité du milieu, k_0 est le facteur de forme du milieu, T est sa tortuosité et S_v concerne la surface interne spécifique du milieu.

Dans le cas de particules sphériques, $k_0 T^2$ vaut environ 5 et S_v vaut $6/d_s$ où d_s est le diamètre moyen d'une distribution de particules. L'Équation 2.2 devient alors :

$$K \approx \frac{\varepsilon^3 d_s^2}{180(1 - \varepsilon)^2} \quad 2.3$$

2.2.3 Catégories de filtration

Les procédés de mise en forme des céramiques par voie liquide passent par une étape de filtration. Il existe plusieurs principes de filtration, dont la filtration sur membrane où les particules sont déposées sur une membrane pour former un cru (aussi appelé gâteau), la filtration en profondeur où les particules se logent dans la porosité d'un filtre et la filtration à écoulement transversal où le sens de filtration est perpendiculaire au sens d'injection d'un fluide. Lors de la densification d'un CMC, les deux premiers cas peuvent se produire simultanément, mais la filtration à écoulement transversal n'est pas très répandue dans ce secteur. Dans cette sous-section, la filtration sur membrane puis la filtration en profondeur seront couvertes.

2.2.3.1 Filtration sur membrane

La filtration sur membrane, représentée schématiquement sur la Figure 2-15, a été longuement étudiée en raison de son utilisation importante dans plusieurs secteurs industriels. Elle représente le cas où les particules d'une suspension aqueuse sont déposées sur une membrane filtrante afin de construire progressivement un cru. Pour que ce phénomène ait lieu, il faut utiliser un support (filtre) dont les pores sont, de manière générale, légèrement plus grands que les particules filtrées afin d'éviter qu'elles ne puissent bloquer les pores du filtre. Les pores du filtre sont également suffisamment étroits pour que les particules puissent former un réseau de pont pour laisser s'écouler le fluide. L'équation d'Hermans et Bredée (Hermans & Bredée, 1936; Hermans & Bredée, 1935) permet de distinguer les différents types de blocage possible pour le cas d'une filtration à pression constante :

$$\frac{d^2 t}{dV^2} = k \left(\frac{dt}{dV} \right)^n \quad 2.4$$

où k est une constante, V est le volume de filtrat et n est une autre constante dont la valeur est de 0, 1, 1.5 ou 2.

Pour vérifier une filtration sur membrane, il faut en principe que l'exposant n soit nul. Ceci correspond au cas où la taille des particules est plus petite que celle des pores du filtre, mais elle est suffisamment élevée pour que quelques particules puissent créer des ponts et bloquer le passage des autres.

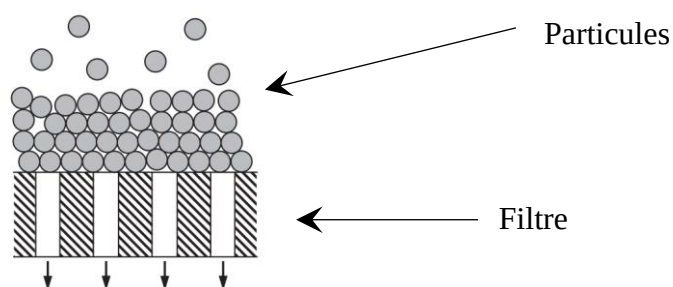


Figure 2-15 Principe de la filtration sur membrane (adapté de (Iritani & Katagiri, 2016))

Les travaux de plusieurs chercheurs au début du 20^e siècle, dont ceux de Sperry (Sperry, 1916) et Ruth (Ruth, 1935a, 1935b; Ruth et al., 1933a, 1933b) ont permis de définir l'équation classique de filtration en modifiant l'équation de la loi de Darcy et de comprendre la cinétique de croissance du cru. Il existe plusieurs cas de filtration sur membrane et même parfois plusieurs modèles mathématiques pour un seul cas. Celui qui représente le mieux la filtration de particules céramiques dans le cadre de cette thèse est le modèle classique du cas incompressible à pression constante et à débit constant. Dans le cas incompressible, on considère que les propriétés de résistance spécifique et de compaction du cru ne dépendent pas de la pression d'injection. Or, même en considérant des particules infiniment rigides, il y a toujours une possibilité pour ces dernières de se réarranger sous une forme plus compacte dépendamment de la pression. Néanmoins, les travaux de Scola (Scola, 2018) montrent qu'il est viable de considérer qu'un cru de particules d'alumine est incompressible sur une gamme de pression typique des procédés de mise en forme des CMC par infiltration de suspension. Il en est d'ailleurs de même pour les crus de carbure de silicium qui seront produits dans les travaux de cette thèse.

Pour comprendre l'équation de la filtration, la première étape consiste à ajouter un deuxième média poreux en série dans l'équation de Darcy. Ce dernier représente le cru dont l'épaisseur et, par conséquent, la résistance, augmentent dans le temps :

$$\Delta P = \frac{\mu \Delta z}{KA} \frac{dV}{dt} + \mu R_m \frac{1}{A} \frac{dV}{dt} \quad 2.5$$

où ΔP (Pa) est la perte de charge, dV/dt (m³/s) est le débit de filtration, μ (Pa·s) est la viscosité du filtrat, Δz (m) est l'épaisseur du cru, K (m²) est sa perméabilité, A (m²) est l'aire de filtration et R_m (m⁻¹) est la résistance de la membrane filtrante (inverse de la perméabilité).

La problématique de l'Équation 2.5 est qu'elle est composée de deux variables dépendantes du temps, V et Δz , et la perméabilité du cru est inconnue. En réarrangeant l'équation et en substituant les termes de perméabilité et d'épaisseur par des propriétés du cru qui sont mesurables, on ne garde que le terme V comme variable dépendante. L'équation classique de filtration peut être obtenue:

$$\frac{dt}{dV} = \frac{\mu \alpha W}{\Delta P A^2} V + \frac{\mu R_m}{\Delta P A} \quad 2.6$$

où α (m/kg) est la résistance spécifique à l'écoulement de la couche de cru et V (m³) est le volume de suspension chargée déplacé.

Le paramètre W (kg/m³) représente la masse de cru sec (particules déposées) par unité de volume de filtrat :

$$W = \frac{s\rho}{1 - sm} \quad 2.7$$

où s (-) est la fraction massique des particules contenues dans la suspension aqueuse et ρ (kg/m³) est la masse volumique du filtrat.

Le paramètre m (-) est le coefficient d'humidité du cru. Supposons que l'empilement de particules se fait de manière complètement désordonnée. Certaines particules se déposeront de sorte que la porosité sera fermée et le fluide qui y circulait restera emprisonné dans cette porosité. Le liquide peut entrer initialement dans le pore, mais restera immobile une fois fermé. Or, il faut connaître la fraction massique où circule le liquide durant la filtration. Le coefficient d'humidité représente donc la proportion massique de cru humide (masse de cru sec + masse de fluide qui circule dans

les interstices ouverts du cru durant la filtration) par rapport à la masse totale du cru sec. Il est calculé par la formule suivante :

$$m = 1 + \frac{\text{Masse de fluide interstitiel}}{\text{Masse de gâteau sec}} = 1 + \frac{\varepsilon \rho}{(1 - \varepsilon) \rho_s} \quad 2.8$$

où ε (-) est la porosité du cru et ρ_s (kg/m³) est la masse volumique du solide.

Dans le cas où le cru est compressible, les paramètres α et W seraient dépendants de la pression, mais lorsque celle-ci est constante, on peut facilement intégrer l'Équation 2.6 de l'instant initial ($t = 0, V = 0$) à l'instant final (t, V), et on obtient l'équation quadratique suivante :

$$t = \frac{\mu \alpha W}{2 \Delta P A^2} V^2 + \frac{\mu R_m}{\Delta P A} V \quad 2.9$$

On peut la mettre sous sa forme linéaire en divisant par V :

$$\frac{t}{V} = \frac{\mu \alpha W}{2 \Delta P A^2} V + \frac{\mu R_m}{\Delta P A} \quad 2.10$$

Cette forme permet de trouver le paramètre α à l'aide de la pente du graphique t/V vs V durant une filtration.

Il est ensuite possible de résoudre l'Équation 2.9 pour V afin d'obtenir l'équation du volume de filtrat produit par rapport au temps :

$$V(t) = A \left[\sqrt{\left(\frac{R_m}{\alpha W} \right)^2 + \frac{2 \Delta P}{\mu \alpha W} t} - \frac{R_m}{\alpha W} \right] \quad 2.11$$

Il est également connu que la masse du cru peut être calculée de deux façons :

$$M = W V \quad 2.12$$

$$M = A \Delta z (1 - \varepsilon) \rho_s \quad 2.13$$

En joignant les Équations 2.12 et 2.13 et en isolant Δz , il est finalement possible de déduire l'équation de la cinétique de croissance du cru :

$$\Delta z = \frac{WV(t)}{A(1 - \varepsilon)\rho_s} \quad 2.14$$

À débit constant, l'Équation 2.6 peut être résolue directement en sachant que le débit (q) en m^3/s est égal à dV/dt et à V/t :

$$\frac{t}{V} = \frac{\mu\alpha W}{\Delta P A^2} V + \frac{\mu R_m}{\Delta P A} \quad 2.15$$

Pour calculer le terme α , on doit plutôt se servir de la pente correspondante de la courbe de la pression en fonction du temps en réorganisant les termes de l'Équation 2.15 :

$$\Delta P(t) = \frac{\mu\alpha W q^2}{A^2} t + \frac{\mu R_m q}{A} \quad 2.16$$

Selon le même principe que pour le cas à pression constante, il est possible de reprendre l'Équation 2.15 puis d'isoler V afin d'obtenir l'équation du volume de filtrat produit par rapport au temps :

$$V(t) = A \left[\sqrt{\left(\frac{R_m}{2\alpha W} \right)^2 + \frac{\Delta P(t)}{\mu\alpha W} t} - \frac{R_m}{2\alpha W} \right] \quad 2.17$$

Il est important de noter que ces équations ne tiennent pas compte du fait que des particules puissent se loger dans la membrane filtrante, surtout au début de la filtration. Néanmoins, après seulement un court moment, la résistance à l'écoulement de la membrane devient négligeable vis-à-vis celle du cru. L'approche est donc valable.

Wakeman (Wakeman, R., 2007) a étudié les effets des propriétés des particules sur la filtration sur membrane. Il a déterminé que leur taille, leur distribution de taille, leur forme ainsi que leur interaction avec le fluide dans lequel elles y sont incorporées avaient des impacts importants sur la filtration. La littérature montre clairement que la taille des particules influence grandement la résistance spécifique du cru, qui est considérée comme sa propriété constitutive. En effet, la taille de la porosité est de manière générale proportionnelle à la taille des particules et la résistance à

l'écoulement augmente lorsque la taille de la porosité diminue. Il est toutefois pratiquement impossible d'avoir une suspension contenant des particules de tailles identiques. Elles présentent toujours une distribution de tailles plus ou moins grande. Dans le cas où la distribution est grande, les particules fines ont tendance à se loger dans le fond du cru où se trouve le filtre lorsqu'elles sont plus petites que les pores formés par les particules de plus grande taille (Hampton, J. H. D. et al., 1992). Cela a pour effet de rendre la perméabilité dans le cru non uniforme. La forme des particules influence surtout leur compaction. Généralement, les particules ayant un facteur de forme élevé (comme une épingle par exemple) ne se compactent pas aussi efficacement que des sphères qui possèdent une surface spécifique faible. Par conséquent, ces dernières peuvent former des crus ayant des taux de porosité plus faibles, ce qui leur confère une résistance à l'écoulement plus élevée. Les particules en forme de plaque ou de flocon peuvent constituer une exception à cette règle expérimentalement (Bourcier et al., 2016; Haramkar et al., 2021). Ceci est probablement dû à un arrangement horizontal de ces particules qui causerait une résistance plus élevée. Finalement, les forces de répulsions entre le média liquide d'une suspension et de ses particules influencent généralement la dispersion de ces dernières. Pilotées par les ions autour de la surface chargée d'une particule, le potentiel électrostatique de répulsion amène les particules à se disperser. Dans le cas contraire, les particules auront tendance à s'agglomérer, ce qui accélérera la filtration. Dans la littérature, on utilise surtout le potentiel zêta pour mesurer ces forces de répulsions.

2.2.3.2 Filtration en profondeur

La filtration en profondeur est un procédé très répandu dans le domaine de la filtration. On utilise des filtres poreux pour capturer des particules à l'intérieur de leur porosité au lieu de les laisser s'accumuler sur sa surface. Contrairement à la filtration sur membrane qui peut servir à retirer l'eau pour conserver la phase solide, la filtration en profondeur a souvent pour but d'effectuer l'inverse, c'est-à-dire retirer la phase solide d'une suspension pour ne conserver que le fluide. L'avantage principal des types de filtres utilisés dans les procédés de filtration en profondeur est qu'ils permettent de capturer une grande quantité de particules avant qu'ils ne se bouchent. Ils peuvent donc filtrer une grande quantité de fluide à des débits relativement élevés.

La filtration en profondeur est caractérisée par des mécanismes physiques de rétention des particules de la suspension à l'intérieur de la porosité d'un filtre. On peut identifier trois mécanismes de rétention principaux qui sont représentés schématiquement sur la Figure 2-16. Le

premier (a) est un blocage mécanique dû à une particule dont la taille est trop grande pour traverser les pores du filtre. Généralement, ce principe s'applique aux plus grosses particules d'une suspension. Le deuxième (b) s'applique plutôt aux particules de taille moyenne qui sont sujettes à se déposer par inertie et adhésion. Finalement, le troisième mécanisme (c) concerne les plus petites particules qui suivent les effets de diffusion brownienne.

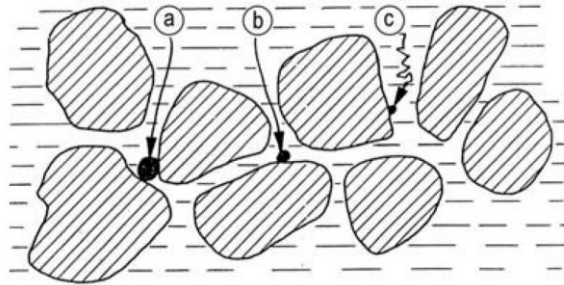


Figure 2-16 Mécanismes de rétention des particules dans un filtre pour une filtration en profondeur où (a) est un blocage mécanique, (b) est un dépôt par inertie et adhésion et (c) est un dépôt par diffusion brownienne (Ripperger et al., 2013)

Certains modèles d'efficacité de filtre sont proposés dans la littérature, mais les phénomènes sont encore mal compris. Contrairement à la filtration sur membrane qui suit une loi physique, la filtration en profondeur suit des lois de probabilités. On utilise une équation différentielle où on attribue un coefficient de filtration empirique λ pour signifier l'atténuation de la concentration c de la suspension s'écoulant dans le filtre (Ripperger et al., 2013) :

$$-\frac{\partial c}{\partial L} = \lambda c \quad 2.18$$

où c (-) est la concentration de la suspension et L (m) est la distance entre la face du filtre initialement en contact avec la suspension et la position de mesure.

Les types de filtres les plus utilisés pour les procédés de filtration en profondeur sont les filtres en sol granulaire (très souvent de sable). Au début du 20^e siècle, Terzaghi a étudié la mécanique des sols, dont la filtration en profondeur dans des sols granulaires. Ses travaux ont permis de développer un critère de taille de particule largement utilisé encore à ce jour afin de s'assurer, d'une part, que les particules contenues dans le fluide puissent être retenues dans le sol granulaire (filtre) et d'autre part, que la porosité du filtre soit suffisamment élevée afin d'éviter d'entraver le passage du fluide (Terzaghi et al., 1996).

Deux conditions doivent être respectées pour répondre au critère :

$$D_{15F} \leq 4d_{85B} \quad 2.19$$

$$D_{15F} \geq 4d_{15B} \quad 2.20$$

où D_{xF} est le diamètre des grains du filtre où $x\%$ (en masse) des particules sont plus petites dans une distribution granulométrique alors que d_{xB} correspond au diamètre des particules à filtrer où $x\%$ (en masse) des particules sont plus petites dans une distribution granulométrique. La première condition est la limite supérieure acceptable de taille des grains du filtre et la deuxième condition correspond à la limite inférieure.

Pour plusieurs procédés de mise en forme des CMC par voie liquide spécifiquement, le type de filtration qui domine la densification de la préforme est la filtration sur membrane. Les mécanismes de filtration en profondeur peuvent tout de même avoir un impact sur la qualité du remplissage d'une pièce puisque le renfort fibreux peut agir comme un filtre. Typiquement, ces effets de rétention sont défavorables à la densification de la préforme puisqu'ils peuvent bloquer des zones normalement accessibles aux particules. Plusieurs facteurs peuvent d'ailleurs influencer les mécanismes de rétention tels que le type de tissage, la taille des fibres, des torons et des particules à filtrer, les vitesses d'injection du fluide porteur, les interactions chimiques entre les fibres et les particules, etc. Dans la section suivante (cf. section 2.2.4), l'impact de différents facteurs sur la rétention de particules dans un renfort dans lequel s'écoule une suspension sera présenté.

2.2.4 Paramètres affectant la filtration dans un renfort fibreux

Les deux types de filtration les plus importants pour les procédés d'infiltration des CMC ont été expliqués dans la section précédente (cf. section 2.2.3), mais seulement pour les cas théoriques dans des conditions idéales. Dans cette section, l'impact de plusieurs paramètres sur la qualité de la densification d'un renfort fibreux par filtration sera étudié.

2.2.4.1 La concentration de la suspension

L'effet de la concentration d'une suspension céramique a été grandement étudié dans la littérature et sur plusieurs aspects. Tout d'abord, une augmentation de la concentration en particules entraîne une diminution du temps de filtration en raison de la quantité plus importante de particules

déposées. Dugois (Dugois, 2017) a réalisé des simulations numériques d'un procédé SC de filtration sur membrane dans un renfort fibreux SiC où la zone intra-toron est inaccessible aux particules. Il a montré que le temps d'infiltration était un facteur qui influençait la taille des macropores d'un composite et donc sa santé matière. En effet, un temps d'infiltration plus long laisse le temps aux particules de mieux remplir la zone inter-torons avant qu'elle ne soit bouchée par un amas de particules. Il est important de mentionner qu'il n'y a pas que la concentration initiale de la suspension qui influence le temps d'infiltration, mais aussi la pression et le débit d'infiltration. Cependant, Dugois a montré que ces deux paramètres opératoires présentaient une influence négligeable par rapport au dépôt de particules tant que l'écoulement reste dans le domaine laminaire.

L'approche de Dugois est surtout basée sur les travaux de Phillips et al. (Phillips et al., 1992), qui ont étudié les effets de migration de particules dans l'écoulement d'un fluide cisailé, et ceux de Hampton et al. (Hampton, R. et al., 1997), qui ont montré de manière numérique et expérimentale que le modèle de Phillips et al. était valable. Cela mène Dugois à interpréter la zone inter-torons comme une veine cylindrique qui est principalement caractérisée par la diffusion particulaire. Hampton et al. ont montré que le débit ne l'influence presque pas lorsque l'écoulement reste laminaire. Selon Phillips et al., ce n'est pas directement la vitesse de l'écoulement qui influence la migration particulaire, mais plutôt son taux de cisaillement. Ils soulèvent que les particules ont tendance à migrer à partir des zones à fort taux de cisaillement vers celles à faible taux. Ce phénomène est représenté schématiquement sur la Figure 2-17 qui représente un écoulement de particules dans une conduite cylindrique. Dans cette situation, le taux de cisaillement exercé sur le fluide est beaucoup plus important sur les bords de la conduite qu'en son centre. On retrouve donc une surconcentration de particules au centre de la conduite et une sous-concentration sur les bords.

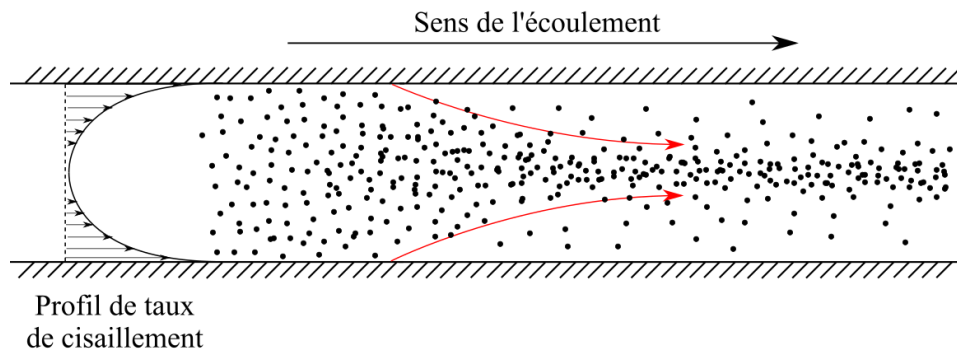


Figure 2-17 Représentation schématique de la migration de particules lors d'un écoulement dans une conduite cylindrique. La migration se produit des zones à fort taux de cisaillement (bords de la conduite) vers les zones à faible taux de cisaillement (centre de la conduite)

Pour la fabrication de CMC, la viscosité des suspensions qui sont utilisées pour incorporer la matrice dans la texture fibreuse dépend parfois de sa concentration. D'une part, l'augmentation de la concentration de la suspension en particules entraîne une augmentation de sa viscosité. D'autre part, les suspensions ont parfois un caractère rhéofluidifiant, c'est-à-dire que leur viscosité diminue pour un taux de cisaillement croissant. Le caractère rhéofluidifiant évolue dans le même sens que la concentration de la suspension, c'est-à-dire qu'une suspension de forte concentration présentera un comportement rhéofluidifiant important.

Lorsqu'une telle suspension traverse une conduite, comme le cas précédent, la migration particulaire affectera la viscosité locale de la suspension. Près des bords de la conduite, le taux de cisaillement est élevé et la concentration locale en particule est faible. Ces deux caractéristiques entraînent donc une diminution locale de la viscosité. À l'inverse, au centre radial de la conduite, la concentration locale de la suspension est élevée alors que le taux de cisaillement est faible. La viscosité sera alors élevée. En combinant ces effets, on retrouve une tendance à entraîner des variations brusques de la viscosité de la suspension entre le centre de la conduite et ses bords. Cela pourrait alors causer un désordre de la diffusion particulaire.

Dans des écoulements complexes comme ceux étudiés pour ces travaux, où des variations de section et de direction de l'écoulement sont inévitables (par le passage de la suspension dans la texture fibreuse), on peut supposer que la migration induite par le taux de cisaillement ainsi que la diffusion particulaire sont encore plus désordonnées. Il est donc possible de conclure que l'utilisation d'une suspension faiblement chargée en particules est bénéfique pour réduire la taille

et possiblement la quantité des macropores dans une filtration avec un renfort. Bien que la concentration d'une suspension pourrait avoir un impact minimal globalement sur le taux de remplissage d'une préforme, une forte concentration favorise la formation de défauts localement.

2.2.4.2 Les caractéristiques des particules et du renfort

Dans la section 2.2.3.2, il a été montré qu'un renfort fibreux pouvait représenter un filtre dans un mécanisme de filtration en profondeur. Il a également été dégagé que la taille des particules influençait le mécanisme de rétention, mais on peut identifier un seuil de taille des particules en fonction de celle de la porosité du renfort : le seuil critique de filtration. Ce seuil est divisé en trois catégories. La première est lorsque la taille des particules est similaire à celle de la porosité du renfort. Dans ce cas-ci, les particules seront filtrées à l'interface entre le renfort et la suspension et ne pénétreront pas dans la préforme. La deuxième catégorie est lorsque les particules sont très petites par rapport à la porosité du renfort. Dans ce second cas, il n'y aura pas ou très peu de rétention de particules et donc pas de filtration causée par la préforme. La dernière catégorie est un intermédiaire entre les deux autres. Les particules sont de taille suffisante pour être déposée à l'intérieur du renfort et c'est ce qu'on appelle la filtration en profondeur, décrite précédemment à la section 2.2.3.2. Dans cette sous-section, les relations entre les caractéristiques des particules et des filtres (ou renforts) utilisés lors des procédés de filtration seront exposés.

La façon dont la préforme a été tissée influence notamment la taille et la forme des pores de cette préforme. En effet, on peut prendre par exemple le cas de plis tissés en 2D. On distingue deux possibilités d'alignement des torons qui sont représentées schématiquement sur la Figure 2-18. Il y a tout d'abord l'alignement parallèle (a) où les plis (couches) sont empilés de façon à ce que les torons soient parallèles. Ensuite, il y a l'alignement décalé (b) où les plis sont décalés. La notion de porosité effective entre donc en jeu. Elle correspond à la ligne de vue dans l'espace entre les torons. Dans l'alignement parallèle, la porosité effective est l'espace normal entre les torons, mais dans l'alignement décalé, elle est plutôt calculée en soustrayant une certaine partie cachant le canal par le décalage. Les chemins entre les torons deviennent, dans ce cas, moins accessibles à la diffusion des particules. Dugois (Dugois, 2017) a d'ailleurs simulé des infiltrations de particules par procédé SC avec des renforts dans les configurations parallèle et décalée. Il a montré que des plus grosses macroporosités dues à des empilements non optimaux étaient observées avec la configuration décalée plutôt que parallèle.

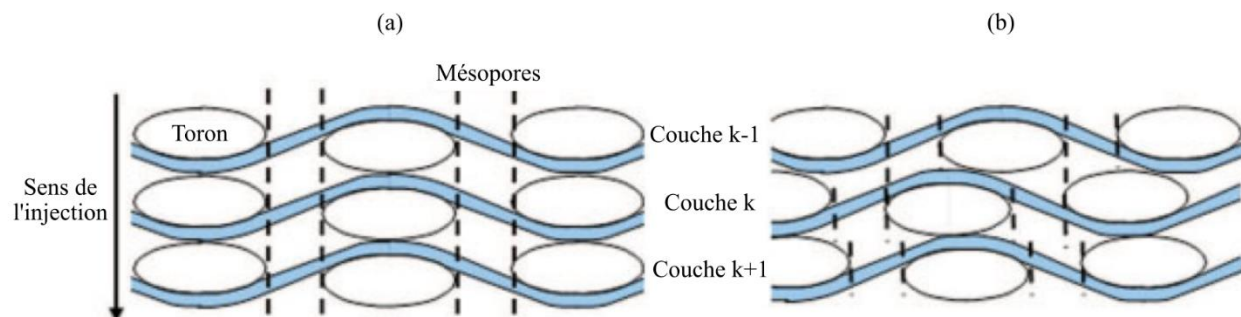


Figure 2-18 Cas de préforme où l'alignement des plis est (a) parallèle et (b) décalé (adapté de (Chohra et al., 2006))

Chohra et al. (Chohra et al., 2006) mentionnent le phénomène d'entrelacement des torons. Ce dernier se produit généralement lorsqu'il y a un décalage des plis où lorsqu'une fois compactés, les torons d'un pli se logent dans les espaces entre les torons d'un autre pli. Cela a pour effet de réduire davantage la porosité dans l'inter-torons. Ils ont également étudié l'effet de la taille des particules lors d'une filtration en profondeur dans la direction transversale d'un renfort où les plis étaient décalés. Ils ont utilisé un procédé RTM sous vide (VARTM) à l'aide de préformes en fibres de verre, une résine vinylester de viscosité connue ainsi que des particules d'alumine de distribution de taille connue pour préparer leurs suspensions. La concentration volumique en particules dans la résine était située autour de 3%. Les particules avaient des tailles de 10, 20, 40 et 80 μm . Ils notent l'influence importante de la taille des particules sur leur rétention. Lorsque la taille des particules excède le diamètre de pore effectif du renfort, la majorité des particules sont davantage retenues dans les premiers plis, présentant ainsi un effet de gradient de remplissage dans l'épaisseur. Cet effet de gradient est d'ailleurs plus prononcé lorsque les particules sont plus grosses relativement au diamètre effectif. Or, dans le cas où les particules présentent une taille plus faible que celle du diamètre effectif, elles se répartissent de manière beaucoup plus homogène au travers de l'épaisseur du renfort.

Lefèvre et al. (Lefevre et al., 2007) ont effectué une étude similaire en effectuant des filtrations de suspensions dans des préformes fibreuses à l'aide d'un procédé typique de moulage par injection liquide. Ils ont effectué les filtrations dans le sens longitudinal des préformes. Comme matériaux, des préformes en polytéraphthalate d'éthylène (PET), une résine polyester insaturée de viscosité de 0.2 Pa.s ainsi que des particules cylindriques en verre de 12 et 48 μm de diamètre ont été utilisées. La concentration massique des particules dans la résine se situait autour de 1,5%. Leurs essais

expérimentaux ont montré que, dans le domaine de filtration en profondeur, on observe une certaine ségrégation des particules dans le cas où elles ont une taille élevée, comme dans les travaux de Chohra et al. (Chohra et al., 2006). En effet, les particules de grandes tailles sont filtrées davantage dans les premiers instants de la pénétration du renfort et cette quantité diminue progressivement dans l'épaisseur jusqu'à atteindre une proportion presque nulle dans la dernière couche. Cependant, les particules de plus petites tailles se logent de manière plus homogène dans toute l'épaisseur de la préforme.

À l'égard de ces travaux, on soulève d'ailleurs quelques principes de filtration importants. Tout d'abord, la taille des particules relativement à la taille de la porosité dans la zone filtrée affecte le taux et les mécanismes de rétention. Lorsque les ordres de grandeurs de tailles des particules et de pores sont similaires, les particules ont tendance à se déposer mécaniquement dans ceux-ci. Lorsque cela se produit, les couches se saturent graduellement en particules, ce qui a pour effet d'augmenter également le taux de rétention, d'où le phénomène de gradient de concentration en particules. Lorsque les particules sont beaucoup plus fines que la porosité, ce sont les mécanismes physico-chimiques qui dominent, d'où la répartition plus équilibrée. On pourrait donc conclure que l'utilisation de particules fines est idéale pour faciliter le remplissage d'une préforme, car dans le cas contraire, seules les premières couches de la préforme pourront être remplies. On note également le fait que l'utilisation de particules plus fines entraîne une augmentation de la viscosité de la suspension, mais malgré cela, il est toujours plus bénéfique d'opter pour un composite plus homogène.

2.2.4.3 La stabilité d'une suspension chargée en particules

Lorsqu'on utilise certaines particules pour densifier un renfort, il est bien important de connaître leurs caractéristiques à l'état sec et dans un média liquide et de s'assurer de les maintenir les plus constantes possibles durant la filtration. Louis et al. (Louis et al., 2018) ont réalisé des tests de rétention dans un renfort avec des nanoparticules de silice et d'alumine. Les résultats différaient entre les deux types de particules, car l'alumine avait une forte tendance à s'agglomérer, résultant en une taille de particule effective beaucoup plus élevée que celle des particules elles-mêmes. Il va donc de soi que la rétention était beaucoup plus forte dans le cas des particules d'alumine.

Il est bien connu qu'il faut généralement ajouter un composant nommé dispersant dans les suspensions afin de bien disperser les particules sans qu'elles ne se réagglomèrent. Il semble que

le contrôle du pH est primordial pour les suspensions céramiques. Selon les travaux de Taruta et al. (Taruta et al., 1996), le pH de suspensions d'alumine fortement concentrée à 48% volumique se trouve autour de 5. Ils ont utilisé de l'acide chlorhydrique pour y parvenir. Billotte et al. (Billotte et al., 2017) ont également étudié la stabilité des suspensions d'alumine. Ils ont déterminé que l'ajout d'un dispersant était nécessaire pour limiter l'agglomération des particules. La Figure 2-19 montre l'état de la suspension sans ou avec très peu (0,01% massique) de dispersant (a) comparativement à l'état de la suspension avec une quantité de dispersant plus élevée que 0,04% massique (b). Sans dispersant, on peut observer que l'état de la suspension est plutôt moussant, mais ce phénomène n'a pas été expliqué par l'auteur. Ils ont donc utilisé une faible quantité d'acide nitrique comme dispersant. Selon leurs résultats, une suspension contenant de 0,08% à 0,2% massique d'acide nitrique devrait être stable pour une durée suffisante et présenter une viscosité minimale, la rendant ainsi bien mieux disposée à être utilisée dans la fabrication par SC. Comme dans le cas de Taruta et al., Billotte et al. ont déterminé que le pH optimal se trouvait entre 5 et 6 pour des suspensions chargées à 33% volumique cette fois-ci. L'alumine étant basique, on utilise donc souvent des acides comme dispersant. En plus de ceux qui ont été mentionnés ci-dessus, on retrouve également (mais pas limité à) l'acide ascorbique (Çınar & Akinc, 2014), l'acide citrique (Leong, 2010) et l'acide acétique (Sato et al., 2012).

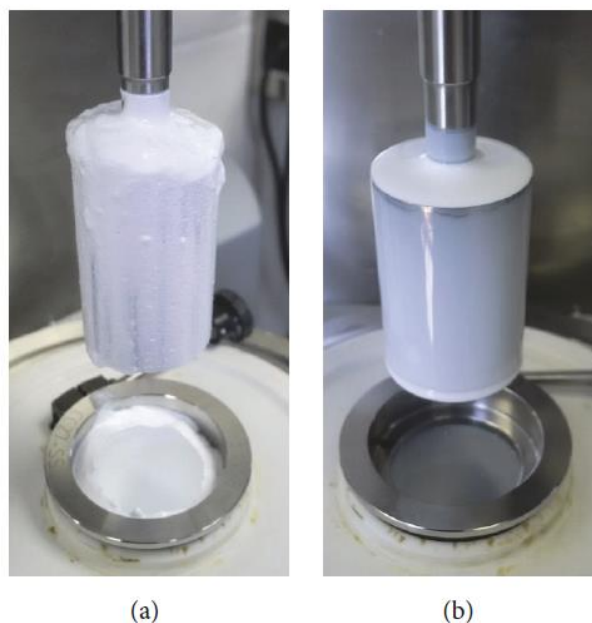


Figure 2-19 Aspect d'une suspension d'alumine (a) avec de la mousse pour une faible quantité de dispersant et (b) plutôt liquide avec un bon ratio de dispersant (Billotte et al., 2017)

Le pH est également très important pour les suspensions de carbure de silicium. En effet, on a démontré à maintes reprises que le pH optimal des suspensions de carbure de silicium se situe près de 10,0 (Ramachandra Rao et al., 1999; Sun & Gao, 2001; Xu et al., 2018). On utilise parfois le potentiel électrocinétique zêta (ou potentiel zêta) des particules afin de le déterminer. En effet, le potentiel zêta correspond à la charge d'une particule en solution recouverte d'ions. Une augmentation du potentiel zêta représente une augmentation de la répulsion entre les particules, ce qui a pour effet de minimiser ou d'éviter les phénomènes de floculation et de sédimentation. En d'autres termes, on cherche à avoir un potentiel zêta aussi grand que possible (en valeur absolue puisque la charge d'une particule peut être positive ou négative) pour optimiser la stabilité de la suspension. Pour les particules de carbure de silicium, le potentiel zêta maximal en valeur absolue se situe généralement autour d'un pH de 10. Le carbure de silicium est acide. Pour obtenir ce pH, on peut donc utiliser des bases comme dispersant.

2.3 Modélisation numérique de l'infiltration

La modélisation de mécanismes physiques permet de représenter mathématiquement des phénomènes qui sont difficiles à comprendre analytiquement, mais pour y arriver, certaines étapes sont nécessaires au préalable. Notamment, il faut effectuer des expérimentations simples ainsi que des caractérisations afin de comprendre les mécanismes en jeu à diverses échelles. Dans la fabrication de matériaux composites à matrice organique (CMO), un nombre imposant de modèles numériques ont été développés depuis le 20^e siècle jusqu'à aujourd'hui. Ces modèles traitent de sujets divers allant de la simulation de remplissage d'une préforme par une résine, de l'estimation des déformations dues aux contraintes résiduelles après la polymérisation de la résine et même de l'évaluation des propriétés locales d'une pièce. En ce qui concerne les céramiques techniques et les CMC, le développement des outils de simulation se trouve à plusieurs pas derrière celui des CMO. Cette situation est normale puisque le développement des CMC est en plein essor et que le marché est présentement relativement faible.

2.3.1 Modèles d'infiltration généraux

Dans les années récentes, quelques modèles numériques ont été proposés pour prédire des phénomènes d'infiltration tels que la compaction de particules pour former un cru (Alvim et al., 2019; Dong et al., 2009; Hwang et al., 2011; Lominé, 2007; Ni et al., 2006; Qian et al., 2014) ou

la filtration de particules à travers un filtre fibreux (Dugois, 2017; Haji et al., 2015; Jørgensen et al., 2020; Lefèvre, 2007). Ces études ont permis de mieux comprendre plusieurs mécanismes de filtration. Toutefois, elles sont toutes aux échelles microscopique ou mésoscopique, ce qui limite présentement leur utilisation dans un contexte industriel. On ne peut pas utiliser ces modèles pour prédire le remplissage d'une pièce qui est à l'échelle macroscopique par exemple. Les temps de calcul seraient beaucoup trop longs.

Theliander et Fathi-Najafi (Theliander & Fathi-Najafi, 1996) ont tout de même publié un modèle macroscopique permettant de prédire une filtration sur membrane compressible standard en reprenant le modèle de Wakeman (Wakeman, R. J., 1981), mais il pourrait être repris pour une filtration sur membrane incompressible en changeant certaines équations. Dans ce cas-ci, l'algorithme consiste à calculer le volume de filtrat à un instant t_i pour déterminer la masse de cru déposée, ce qui permet de connaître son épaisseur. Ensuite, on détermine la nouvelle résistance à l'écoulement du cru à l'instant t_i . Comme l'écoulement est ralenti par l'augmentation de la résistance, le nouveau volume de filtrat peut être calculé pour l'instant t_{i+1} .

Ce modèle ne prend néanmoins pas en considération le renfort fibreux qui serait présent lors de la fabrication de CMC. Il est également important de mentionner que les pièces réelles sont typiquement de forme 3D alors que les modèles sont généralement construits en 1D. Ils ne considèrent donc pas les singularités géométriques qui peuvent causer de mauvais remplissages locaux. Il est donc important de mentionner le manque à combler en ce qui concerne la modélisation numérique de fabrication pour des pièces réelles.

2.3.2 Modèle d'infiltration appliqué à la fabrication de CMC

Les travaux de Scola et al. (Scola, Podgorski, et al., 2019) ont permis d'établir un premier modèle de filtration 1D macroscopique servant à la fabrication de CMC en reprenant les équations classiques de la filtration présentées dans la section 2.2.3.1 puis en considérant les fibres du renfort comme un troisième média poreux en série avec le filtre et le cru de particules. Cette étude a été réalisée avec des CMC Oxyde/Oxyde tout en alumine pour des crus incompressibles et à pression constante.

Le processus itératif du modèle numérique de Scola ressemble grandement à celui de Theliander et Fathi-Najafi. On calcule tout d'abord un débit en fonction des caractéristiques physiques des matériaux et des paramètres opératoires connus à l'aide de l'Équation 2.21 :

$$q(t_i) = \frac{A \cdot \Delta P_{fiber}}{\left(\frac{\mu_{slurry}(z_{fiber} - \Delta z(t_i)_{ox/ox})}{K_{fiber}} \right)} + \frac{A \cdot (1 - V_f) \cdot \Delta P}{\left[\left(\frac{\mu \cdot z_s}{K_s} \right) + \left(\frac{\mu \cdot \Delta z(t_i)_{ox/ox}}{K_{ox/ox}} \right) \right]} \quad 2.21$$

où $q(t_i)$ est le débit de l'injection à l'instant t_i , A est l'aire de filtration, ΔP_{fiber} et ΔP sont les pertes de charge dans le renfort et dans le cru de particules respectivement, μ_{slurry} et μ sont les viscosités de la suspension et du filtrat respectivement, z_{fiber} et z_s sont l'épaisseur du renfort et du filtre respectivement, $\Delta z(t_i)_{ox/ox}$ est l'épaisseur du cru de particule dans le renfort à l'instant t_i , puis K_{fiber} , $K_{ox/ox}$ et K_s sont les perméabilités du renfort, du composite et du support (filtre) respectivement et V_f est le taux volumique de fibre.

Dans cette équation qui décrit comment calculer le débit à l'instant t_i , le terme de gauche dans l'addition représente la partie du débit calculée par la perte de charge du fluide porteur de la suspension passant au travers de l'épaisseur de la préforme fibreuse. Le terme de droite représente la portion du débit calculée par la perte de charge dans l'épaisseur du cru de particules qui se construit progressivement entre les fibres de la préforme pour former le composite. Dans la majorité des cas, on peut s'attendre à ce que la perméabilité du renfort soit plus élevée de plusieurs ordres de grandeur par rapport au filtre et au composite. Le terme de gauche devient alors négligeable. Cela est logique puisque si le renfort possédait une perméabilité trop faible, il y aurait une possibilité qu'il cause de la rétention des particules, ce qui nuirait à la filtration. Le débit sert donc à calculer le volume de fluide poussé au travers du filtre.

$$V(t) = \sum_{i=0}^n q(t_i) \cdot \Delta t \quad 2.22$$

où $V(t)$ est le volume total de fluide poussé et Δt est l'intervalle temps entre chaque itération.

Finalement, on peut calculer l'épaisseur du cru de particules dans le renfort en fonction du temps selon le volume poussé.

$$\Delta z(t)_{ox/ox} = \frac{V(t)W}{A \cdot (1 - V_f) \cdot (1 - \varepsilon) \cdot \rho_s} \quad 2.23$$

où W , ε et ρ_s sont les mêmes paramètres comme présentés dans la section 2.2.3.1 sur la filtration sur membrane. On utilise d'ailleurs les conditions aux rives $q(0) = 0$ et $\Delta z(0)_{ox/ox} = 0$ à l'instant initial.

Dans son modèle, Scola associe le volume occupé par le renfort fibreux à une diminution de l'aire de filtration. Le paramètre de l'aire de section de filtration dans les équations est donc multiplié par un facteur $1 - V_f$ qui représente la porosité du renfort. Cependant, cette hypothèse soulève encore des questions et elle n'a pas été vérifiée. En effet, on remarque que dans le modèle de Scola, ce terme est annulé dans le système d'équations. Cette approximation n'est donc pas vérifiée même si le modèle corrèle bien avec les résultats expérimentaux.

CHAPITRE 3 PROBLÉMATIQUE ET OBJECTIFS

3.1 Problématique

Bien que l'industrie aéronautique bénéficierait grandement de l'utilisation de CMC pour des raisons de réduction de masse, ces matériaux sont encore difficiles à implémenter de manière plus répandue. À ce jour, les coûts liés à leur fabrication sont trop élevés et l'obtention de propriétés mécaniques idéales est compliquée. Comme souligné dans la section 2.1.1, les CMC possèdent une porosité que l'on cherche à contrôler. Pour les CMC SiC/SiC qui ont une interface faible entre les fibres et la matrice, on chercherait à avoir une matrice non poreuse afin qu'elle ait des propriétés mécaniques au sommet de son potentiel ainsi que pour protéger les fibres dans les environnements oxydants. Cependant, les procédés de fabrication de ce type de matériau ne permettent pas de densifier le renfort parfaitement. Une étape subséquente d'infiltration de silicium liquide dans la porosité de la matrice est nécessaire et la porosité ainsi que la taille des pores doivent rester suffisamment grandes pour que l'infiltration de silicium puisse se faire de manière homogène dans une pièce. Pour les CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$, on cherche à obtenir une fine porosité dans la matrice pour qu'elle présente des propriétés mécaniques plus faibles que les fibres. Elle assure les mécanismes de déviation de fissure qui permettent ainsi de conserver les fibres intactes sans les briser prématurément lors de sollicitations mécaniques. Les procédés de fabrication par infiltration de suspension entraînent intrinsèquement la formation d'une fine porosité submicronique qui constitue le vide entre les particules. Théoriquement, il est possible de définir un taux de porosité minimal pour une matrice de particules lorsque leur dépôt est adéquatement aléatoire et homogène. Or, lorsque les taux de porosité mesurés sont supérieurs aux taux de porosité théoriques, cela est un indicateur de la présence de défauts de remplissage au sein de la matrice, comme de la macroporosité qui est caractérisée par un manque de particules entre les torons formant ainsi un pore de très grande taille. En effet, il est possible d'observer une multitude de macropores et des fissures de retrait dans les pièces comme le montre la Figure 3-1 qui représente une coupe microscopique d'un CMC SiC/SiC avec ses composants. Par conséquent, ces défauts entraînent une baisse des propriétés mécaniques de ces matériaux. Dans le cas des CMC SiC/SiC, les défauts rendent également l'étape d'infiltration de silicium liquide plus complexe.

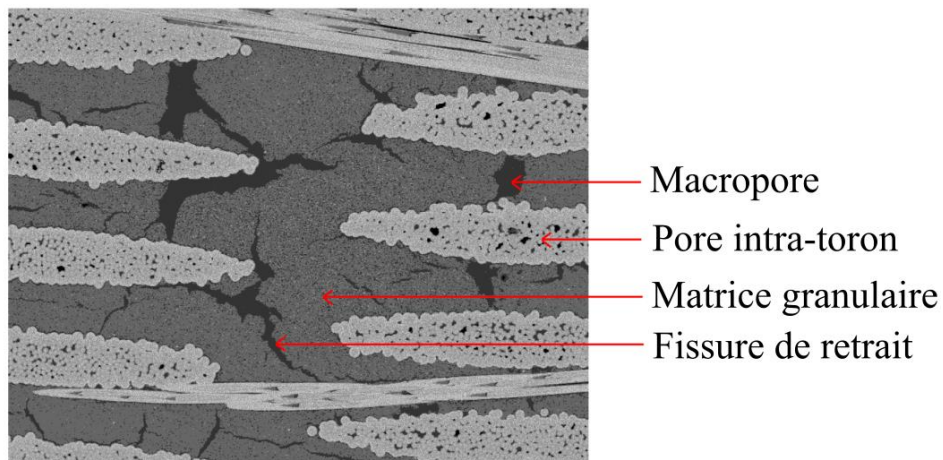


Figure 3-1 Photo d'un CMC SiC/SiC au MEB présentant des défauts typiques (adapté de (Dugois, 2017))

On distingue d'ailleurs les fissures de retrait qui sont intrinsèquement liées au retrait volumique différentiel de la matrice par rapport aux fibres lors des étapes de séchage et de consolidation par traitement thermique, alors que la macroporosité est à toute fin pratique causée lors de l'incorporation des particules dans le renfort et pourrait être contrôlée par une stratégie adéquate d'infiltration. Cependant, avec les techniques de moulage connues, il est difficile de fabriquer de façon reproductible des pièces ayant les propriétés mécaniques souhaitées (Council, 1998), avec des taux de porosité avoisinant les valeurs théoriques. Cette valeur représente la porosité du composite qu'on devrait obtenir si le renfort est complètement rempli de particules et de manière homogène.

Puisque les taux de porosité sont souvent très élevés et que l'on retrouve des zones pauvres en matrice sur les pièces, plusieurs étapes de densification sont requises afin d'obtenir une pièce qui puisse être utilisable. Les connaissances actuelles des procédés de fabrication des CMC ne sont donc pas adaptées face au besoin grandissant d'une technique de fabrication robuste à haute performance et les coûts associés au temps de fabrication, à l'équipement et aux matériaux utilisés pour concevoir ces pièces ne sont pas avantageux par rapport à la productivité dans un contexte industriel.

De plus, bien qu'il existe plusieurs modèles de prédiction de filtration, ils sont presque tous à des échelles microscopiques et en une dimension. Les quelques modèles à l'échelle macroscopique disponibles dans la littérature sont en une dimension également, donc ils ne permettent pas de

simuler le remplissage de pièces de géométries complexes. En outre, il n'y a pas d'outil de simulation adaptés aux besoins de l'industrie.

3.2 Objectifs de recherche

L'objectif global de cette thèse est de caractériser et de mieux comprendre les mécanismes d'infiltration 3D au cours de la fabrication de CMC par voie *Slurry Cast*. En identifiant les mécanismes en jeu, il est envisageable de prévoir la qualité globale d'une pièce en fonction de sa géométrie, des paramètres opératoires du procédé ainsi que des spécifications des textiles et des particules. Il serait donc possible de faire des choix éclairés afin de prévoir les stratégies d'injection optimales. Pour atteindre cet objectif principal, cinq objectifs spécifiques (OS) peuvent être identifiés :

- OS1. Valider expérimentalement la cinétique de croissance du cru d'une filtration sur membrane en 1D en fonction des matériaux utilisés dans cette étude.
- OS2. Analyser l'influence de différents facteurs textiles, suspensions et procédés sur le processus d'infiltration de la suspension dans un renfort fibreux de géométrie simple.
- OS3. Décrire expérimentalement les mécanismes d'infiltration et de croissance 3D dans des singularités typiques de composantes de moteur d'avion.
- OS4. Analyser les phénomènes physiques intervenant dans l'infiltration de suspension puis les modéliser numériquement de façon primaire à l'échelle macroscopique.
- OS5. Valider le modèle de croissance de cru par la fabrication de pièces représentant des singularités typiques de pièces réelles géométriquement complexes.

Ces travaux constituent une suite des travaux menés par Scola (Scola, 2018) entre les années 2015 et 2018. Durant ces années, Scola a montré qu'il était possible de fabriquer des CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ de géométrie simple tout en contrôlant le taux de porosité à l'aide d'une méthode de fabrication par infiltration de suspension dans le sens de l'épaisseur d'une pièce. De plus, il a établi un modèle de croissance pour un cru de particules se déposant entre les fibres d'un renfort. Le modèle de croissance de Scola se base d'ailleurs sur les modèles classiques de filtration. Cependant, une étude phénoménologique sur les principes physiques d'infiltration est nécessaire afin de mieux comprendre le procédé d'un point de vue industriel. Un des objectifs principaux de cette thèse est

donc d'approfondir cette voie. Pour atteindre ces objectifs, plusieurs campagnes expérimentales ont été requises. Le chapitre suivant portera sur la présentation de tous les éléments associés à ces campagnes.

CHAPITRE 4 MÉTHODOLOGIE EXPÉRIMENTALE

L'objectif du Chapitre 4 est de présenter tous les matériaux, outils et méthodes expérimentales qui ont été utilisés pour atteindre les objectifs de cette thèse. La majorité des travaux ont été réalisés dans les laboratoires de l'École Polytechnique de Montréal avec une contribution de Safran Ceramics notamment au niveau de l'approvisionnement en matières premières. Une grande partie de ces travaux ont été réalisés à l'aide d'une colonne de Darcy conçue spécifiquement pour la fabrication de CMC par infiltration de suspension en 1D dans le sens transverse. La colonne de Darcy a été utilisée pour l'étude phénoménologique en 1D ainsi que la validation des modèles de croissance. En ce qui concerne l'étude phénoménologique de l'infiltration des singularités géométriques, les travaux de Saada (Saada, 2022) ainsi que ceux de Leleu (Leleu, 2022) ont porté en grande majorité sur la conception et la fabrication de moules instrumentés servant à infiltrer des préformes drapées selon des singularités géométriques typiques de certaines composantes de moteur d'avion. Leurs moules modulaires ont d'ailleurs servi à fabriquer ces composantes de formes complexes afin d'alimenter les travaux de modélisation et simulation de l'infiltration 3D étudiées dans cette thèse. Il est convenu que l'ensemble de ces travaux a nécessité une collaboration particulière. Le logigramme ci-dessous permet de mieux comprendre la structure du projet et la répartition des travaux de chacun qui permettront éventuellement d'alimenter la fabrication de sections de pièces réelles d'où sont provenues les singularités géométriques étudiées.

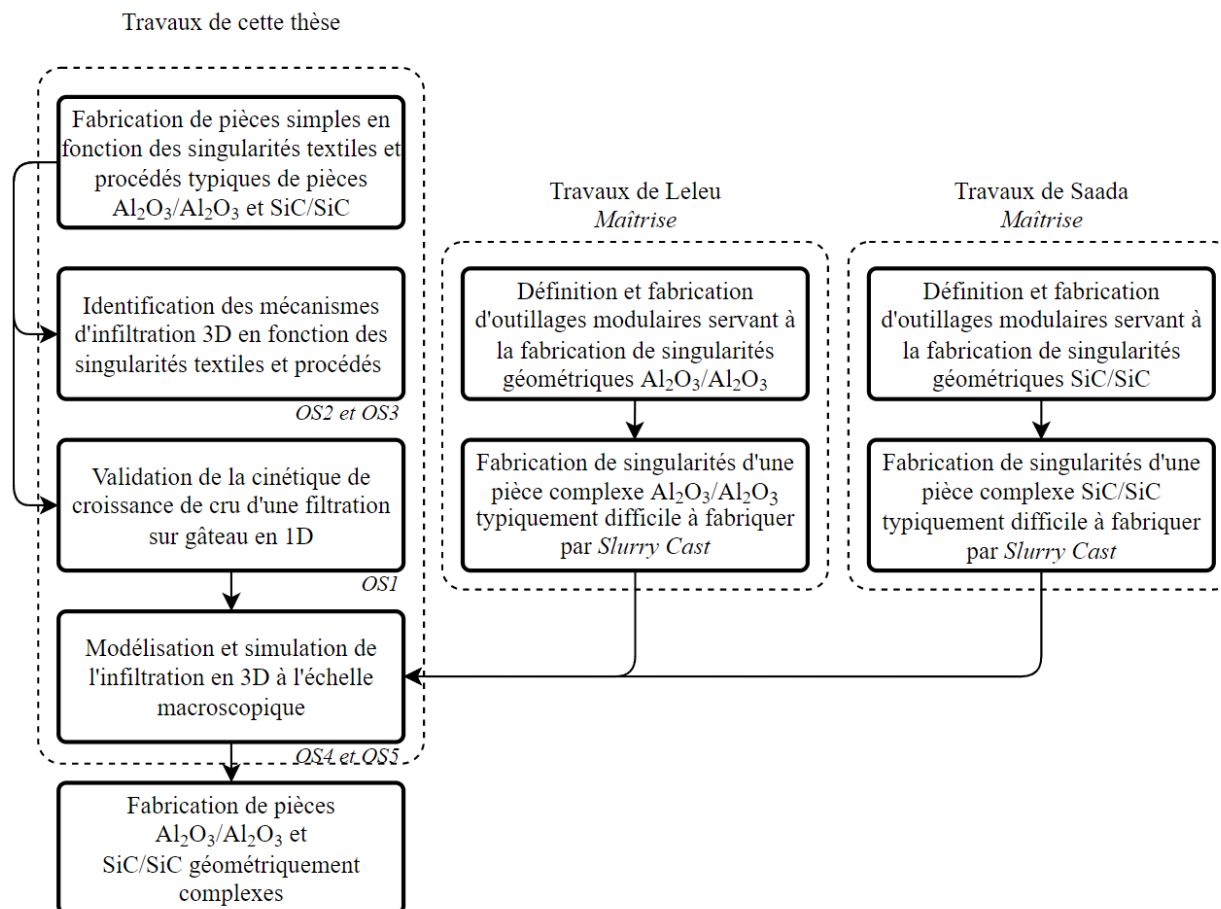


Figure 4-1 Répartition des travaux de cette thèse, de Saada et de Leleu

Le Chapitre 4 porte donc sur la méthodologie expérimentale employée pour l'atteinte des objectifs scientifiques. En premier lieu, on présente tous les matériaux élémentaires (e.g. fibres, particules céramiques) ainsi que les constituants à mélanger pour préparer les suspensions. Les recettes de mélange ainsi que les caractéristiques physiques des suspensions sont également présentées. En second lieu, les équipements de fabrication sont présentés sommairement. On expose, entre autres, leur fonctionnement et leurs limitations concernant les stratégies d'injection possiblement réalisables. Par la suite, les moyens de caractérisation de la porosité sont décrits. Plusieurs équipements et moyens de calculs ont été utilisés au cours de l'étude, tant au niveau qualitatif que quantitatif. L'information essentielle tirée de chaque moyen est expliquée. Finalement, les approches par plans d'expériences sont présentées. On explique la séquence logique de réalisation des différents essais en laboratoire et de quelle façon ces essais sont caractérisés pour l'étude.

4.1 Équipements de fabrication

Des équipements ont été conçus spécifiquement pour la fabrication des composites à l'étude de cette thèse. Tout d'abord, une colonne de Darcy a servi à étudier la cinétique de filtration puis l'impact des facteurs procédés, suspensions et textiles typiques intervenant dans la fabrication des CMC et sur leur qualité d'infiltration. La colonne de Darcy elle-même permet de fabriquer des pièces relativement simples. D'autres moules modulaires ont donc été conçus pour étudier l'infiltration de chaque pièce de forme complexe. Dans cette section, les divers moules et équipements de fabrication utilisés au cours des travaux de recherche seront présentés.

4.1.1 Colonne de Darcy

La colonne de Darcy est un équipement qui avait initialement été conçu par Scola (Scola, Podgorski, et al., 2019). Elle avait servi à étudier la cinétique de croissance d'un cru de particules sans fibres et avec fibres dans le but de l'utiliser pour le procédé d'injection flexible *Polyflex* adapté pour les CMC. Comme son nom l'indique, cet instrument reprend les principes de la loi de Darcy en poussant un fluide au travers d'un média poreux à l'aide d'un piston. La première itération de la colonne de Darcy n'était pas suffisamment robuste pour étudier plusieurs facteurs dont l'importance est jugée comme considérable. Une nouvelle itération a donc été conçue par Mëkanic©, une entreprise de conception de montages spécialisés pour les laboratoires de recherche. Cette nouvelle itération est montrée sur les Figures 4-2 et 4-3.

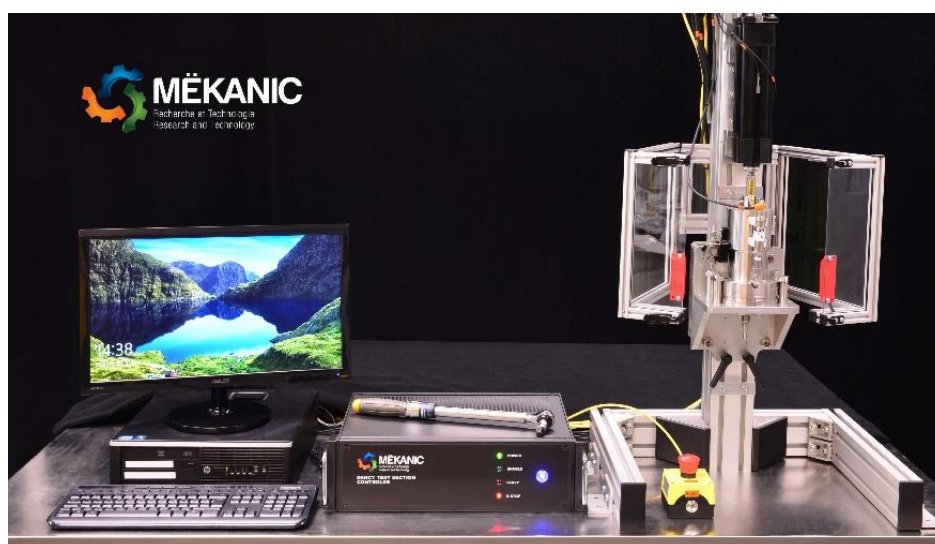


Figure 4-2 Montage complet de la colonne de Darcy

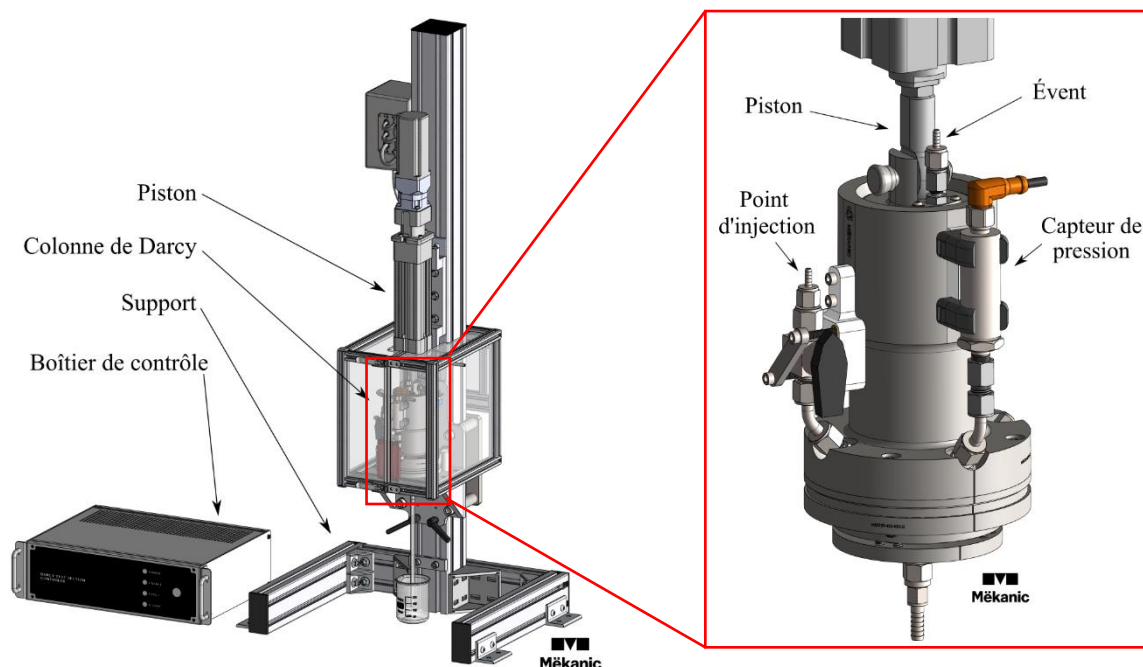


Figure 4-3 Colonne de Darcy (adapté de (Mèkanic, 2021))

Fabriquée entièrement en acier inoxydable pour sa résistance à la corrosion, la colonne de Darcy permet, entre autres, d'étudier des épaisseurs de pièce différentes à l'aide de divers jeux de cales et la cavité d'injection est suffisamment grande permettant ainsi d'injecter un grand volume de fluide (≈ 232 mL) déterminé par la course du piston qui est d'environ 6,8 cm. La limite maximale d'opération en pression est fixée à 105 psi (≈ 7 bar) bien que le montage puisse supporter une pression supérieure à cela. Les pièces céramiques fabriquées à l'aide de cet équipement sont des disques ayant un diamètre de 66,7 mm au maximum. Théoriquement, la limite d'épaisseur est très élevée en ne considérant que l'assemblage. Or, elle est plutôt imposée par les paramètres de l'essai. En effet, il faut comprendre qu'une pièce ayant un volume élevé nécessitera un volume important de suspension pour être complètement remplie. De plus, l'utilisation d'une suspension faiblement chargée en particules requiert également un volume de suspension important. Comme règle générale, on peut s'attendre à ce que 2 cm d'épaisseur soit la limite pratique supérieure dans des conditions normales.

Des vues en coupe de la colonne de Darcy peuvent être observées sur les Figures 4-4 et 4-5. Le déplacement du fluide se fait avec un piston contrôlé à l'aide d'un moteur électrique. Le piston est

relié au moteur avec un joint rotule qui permet de corriger tous les éventuels écarts de coaxialité avec la cavité d'injection. Un évent est positionné sur le piston afin d'évacuer l'air lors de l'injection du fluide par le point (ou surface) d'injection. La surface inférieure du piston est légèrement conique pour faciliter la purge de bulles d'air. Un capteur de pression permet de lire la pression maintenue à l'intérieur de la cellule en continu. Un programme de contrôle Labview a été développé pour contrôler le piston en régulant la pression interne avec une précision de $\pm 0,007$ bar ou le débit du fluide avec une précision de $\pm 0,10$ mL/min. Plusieurs données sont enregistrées en continu durant une filtration dont la pression, la position du piston et le temps depuis le début de l'essai.

Les pièces céramiques sont moulées dans un assemblage nommé porte-échantillon (montrée sur la Figure 4-5). Il est détachable du système piston-cavité d'injection tout en maintenant la compaction de la préforme par quatre vis traversant toutes les pièces qui le composent. Cela simplifie le séchage en moule, car le porte-échantillon est plus petit et léger que l'assemblage complet de la colonne de Darcy. De plus, des porte-échantillons supplémentaires peuvent être utilisés entre les étapes de séchage, augmentant ainsi la cadence de production. Une grille drainante est positionnée sous le filtre pour éviter qu'il ne se déforme sous la pression durant l'infiltration tout en permettant d'évacuer le filtrat (fluide libre de particules). Sous la grille drainante, la partie interne de la base de la colonne de Darcy possède une surface conique afin de faciliter l'évacuation de ce filtrat.

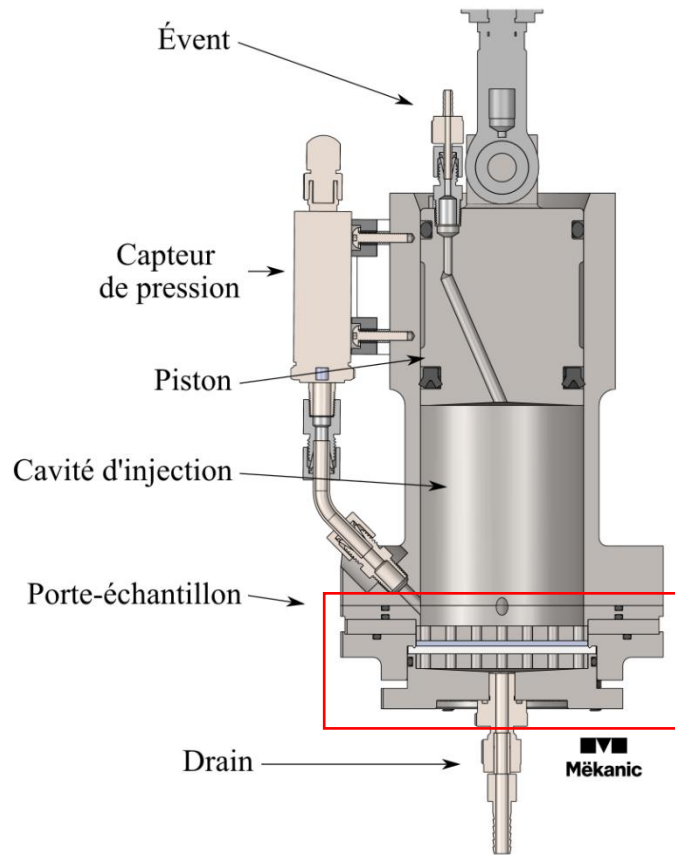


Figure 4-4 Vue en coupe de la colonne de Darcy (adapté de (Mëkanic, 2021))

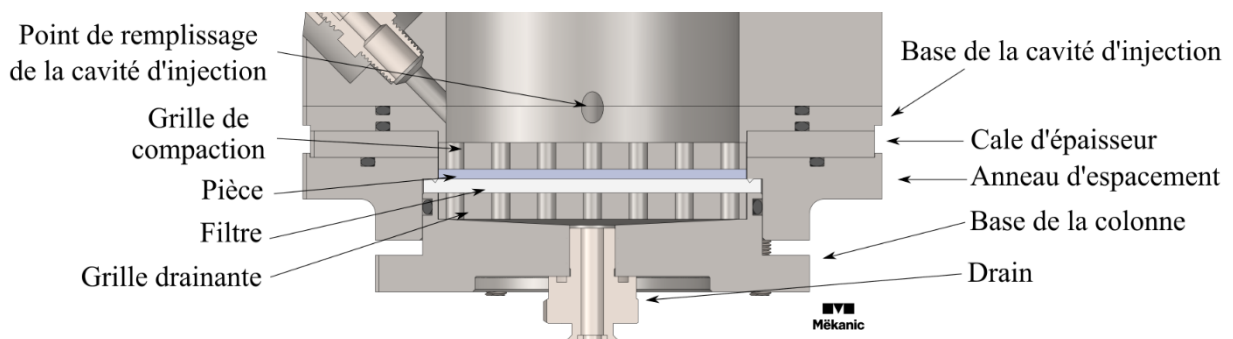


Figure 4-5 Vue en coupe du porte-échantillon la colonne de Darcy (adapté de (Mëkanic, 2021))

Le principe de fonctionnement est présenté sur la Figure 4-6. La suspension chargée en particules est tout d'abord injectée à l'intérieur de la colonne de Darcy. Les bulles d'air sont purgées à l'évent. La colonne de Darcy est ensuite fermée à l'évent et au point de remplissage de la cavité d'injection de façon à ce qu'elle soit complètement étanche. Le programme de contrôle est ensuite lancé afin d'abaisser le piston (Δx_{piston}) pour créer un différentiel de pression (ΔP) entre l'intérieur de la

colonne de Darcy (P_1) et l'extérieur (P_2) qui se trouve à la pression atmosphérique. Puisqu'un différentiel de pression est imposé, le média liquide de la suspension s'écoule au travers des pores de la matière filtrante laissant les particules céramiques se déposer sur le filtre (et entre les fibres du renfort, s'il y en a un). Le dépôt de particules que l'on nomme un cru est la matrice du composite et son épaisseur initiale est très faible. Une pression constante est maintenue en abaissant graduellement le piston afin que le cru puisse se construire et qu'il remplisse la préforme dans la totalité de son épaisseur si elle est présente. En retirant la grille de compaction, il est d'ailleurs possible de construire des crus de particules sans préforme comme le montre la Figure 4-6.

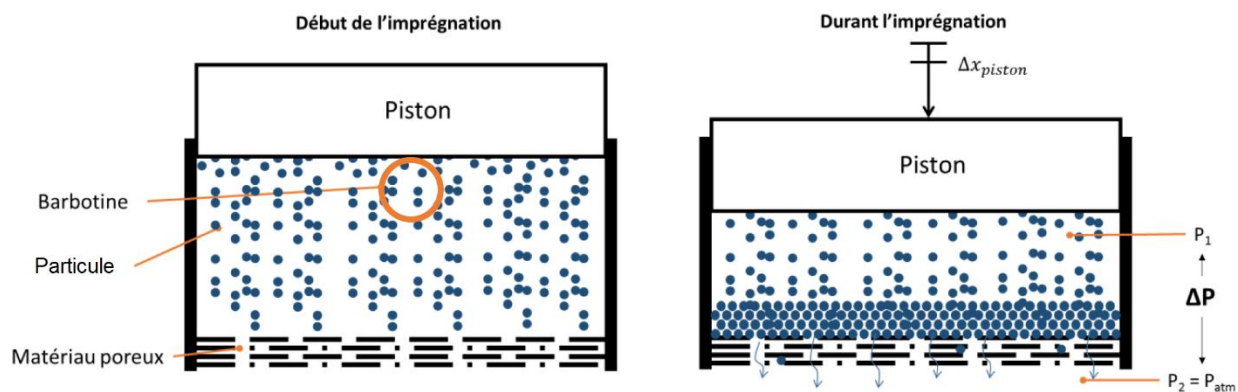


Figure 4-6 Schéma de principe du fonctionnement de la colonne de Darcy avec une suspension d'alumine (adapté de (Scola, 2018))

4.1.2 Singularités géométriques typiques de composantes de moteurs d'avions et moules modulaires

Afin d'étudier les effets géométriques intervenant durant une infiltration de particules céramiques, deux singularités géométriques de pièces ont été choisies pour chacun des deux types de matériaux étudiés pour un total de quatre pièces. Ces singularités sont présentées sur la Figure 4-7. Elles représentent des sections de pièces réelles qui sont difficiles à densifier complètement par incorporation d'une matrice particulaire par les procédés *Slurry Cast*. La pièce CMC SiC/SiC est une aube de turbine à haute pression en sortie des chambres de combustion. Les géométries singulières étudiées de cette pièce sont (a) une géométrie en forme de demi-pi et (b) un pied d'aube. La pièce de CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$, quant à elle, correspond à une tuyère d'échappement cylindro-cônique d'une turbine à gaz d'un moteur d'avion. Les géométries singulières de cette pièce qui

sont à l'étude de cette thèse sont représentées par (c) une cornière en « L » jouant le rôle de raidisseur et (d) une plaque possédant une dégressivité en épaisseur. Ces quatre géométries représentent des profils extrudés droits à l'exception de la géométrie en forme de demi-pi qui présente une courbure légère.

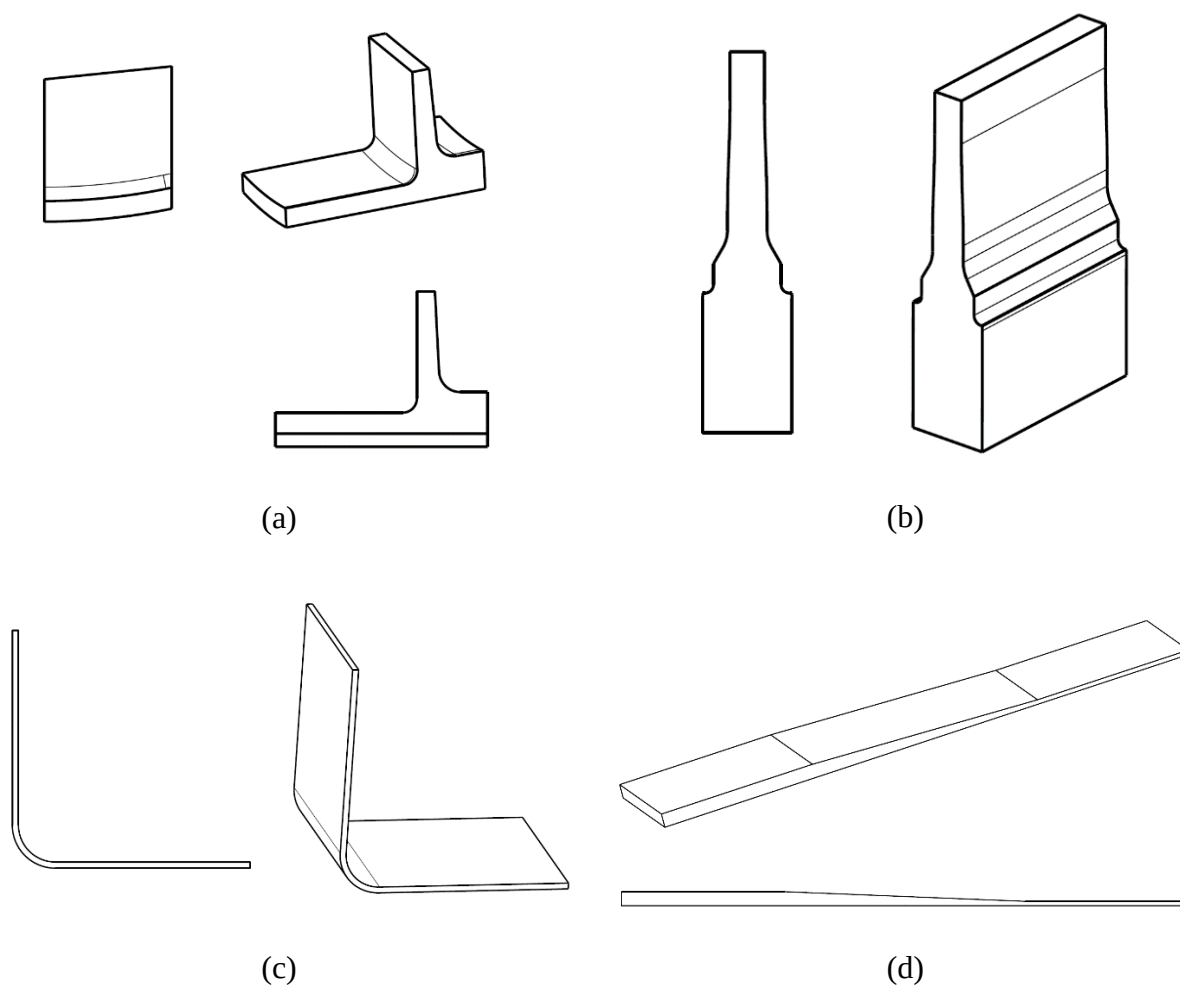


Figure 4-7 Singularités géométriques étudiées dans le projet en collaboration avec Safran Ceramics. (a) Géométrie en forme de demi-pi, (b) pied d'aube en queue d'aronde, (c) cornière en forme de « L » et (d) dégressivité en épaisseur

Pour fabriquer ces pièces, des moules modulaires ont été conçus par Saada pour la pièce en demi-pi (Saada, 2022) et le pied d'aube puis par Leleu pour la cornière (Leleu, 2022) et la dégressivité en épaisseur. La particularité de ces moules est qu'ils possèdent plusieurs points (ou surfaces) d'injection et de filtration positionnés stratégiquement et qui peuvent être « actifs » ou « inactifs »

permettant ainsi de tester diverses stratégies d'injection. La colonne de Darcy a d'ailleurs servi d'injecteur pour alimenter ces moules externes en suspension. Pour des raisons de confidentialité, les dimensions précises des pièces ne peuvent pas être divulguées.

4.2 Constituants des CMC SiC/SiC

Comme les CMC à l'étude de cette thèse ont été produits à l'aide d'un procédé de fabrication de type *Slurry Cast*, les principaux constituants pour leur mise en œuvre sont les renforts fibreux et les suspensions particulaires. Les fibres constituant les renforts sont en carbure de silicium pour les CMC SiC/SiC et il en est de même pour les particules mises en suspension pour composer les suspensions. Dans cette sous-section, on présentera tout d'abord les détails concernant les renforts de carbure de silicium suivis par les constituants des suspensions. On expliquera, par la suite, les caractéristiques principales des suspensions. Contrairement aux suspensions d'alumine qui ont grandement été étudiées dans des travaux antérieurs et actuels à Polytechnique Montréal, les suspensions de carbure de silicium ont plutôt été étudiées par Safran Ceramics. Les travaux préliminaires qui ont servi à déterminer le protocole optimal de préparation des suspensions ne seront donc pas présentés.

4.2.1 Renforts en carbure de silicium

Les renforts utilisés pour les CMC SiC/SiC sont de la marque de commerce Hi-NicalonTM de type S et ils sont tissés en 3D. Plusieurs architectures textiles ont été étudiées, dont une armure sergée 2×2 et une armure 3D interlock. Certaines préformes interlock possèdent également une peau en surface dont le tissage est différent (et confidentiel). La Figure 4-8 présente des exemples de préformes SiC. Les fibres en carbure de silicium sont typiquement enduites d'un revêtement protecteur contre l'oxydation. Une majorité des tissus en carbure de silicium utilisés dans les travaux de cette thèse ont été pré-consolidés par un dépôt de nitrure de bore et de carbure de silicium par CVI (exemple sur Figure 4-8 a). Ce dépôt sert, d'une part, à protéger les fibres dans les milieux oxydants, mais il représente également l'interphase pour ce type de composite comme mentionné dans la section 2.1.1.2 sur les CMC à interface faible. Ce revêtement doit être considéré lors de l'infiltration des particules dans le renfort puisqu'il occupe un espace physique non négligeable et rigidifie la préforme. Pour cette raison, des renforts n'ayant pas le dépôt de nitrure de bore et de carbure de silicium ont également été considérés (exemple sur la Figure 4-8 b) pour

étudier l'impact de la présence de l'interphase par rapport à l'infiltration de particules. Une fois que la préforme est densifiée de particules puis traitée thermiquement, une pièce CMC SiC/SiC est produite (exemple sur la Figure 4-8 c).

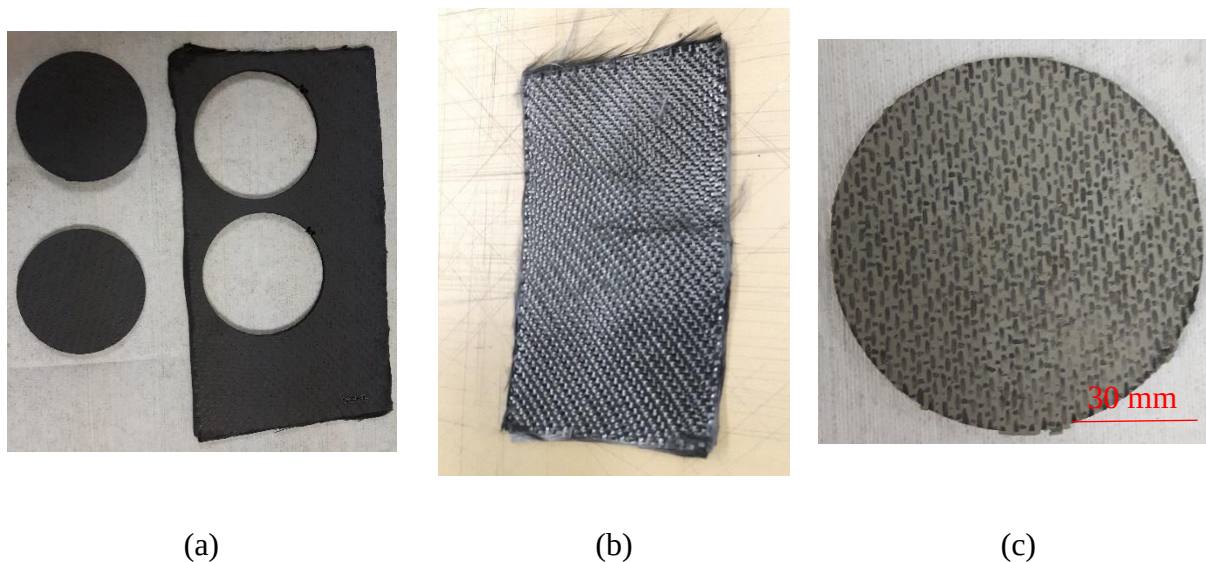


Figure 4-8 (a) Exemple de préforme HI NicalonTM de type S consolidée par un dépôt de nitrure de bore, (b) de préforme HI NicalonTM de type S au stade pré-consolidée par le dépôt de nitrure de bore et (c) exemple d'un CMC produit après infiltration dans la colonne de Darcy d'une préforme découpée

4.2.2 Composants et préparation des suspensions de carbure de silicium

Une poudre de carbure de silicium de taille micronique est utilisée pour former la matrice. La taille moyenne des particules se situe entre 1,0 et 1,5 μm . Les distributions de la taille des particules en cumulatif et en incrémental sont présentées sur la Figure 4-9. La poudre est également mise en suspension dans de l'eau déionisée avec d'autres constituants. Ces derniers sont le liant à base de PVA et une base forte d'hydroxyde de tétraéthylammonium comme dispersant (TEAH). La quantité de liant est ajustée en fonction de la masse de poudre de carbure de silicium dans la suspension alors que la masse de TEAH est ajustée en fonction du pH de la suspension qui doit rester dans une gamme basique (10-12). Les concentrations en particules des suspensions ont varié de 10% à 20% massique par rapport à la masse d'eau. La procédure de préparation ne peut pas être dévoilée pour des raisons de confidentialité.

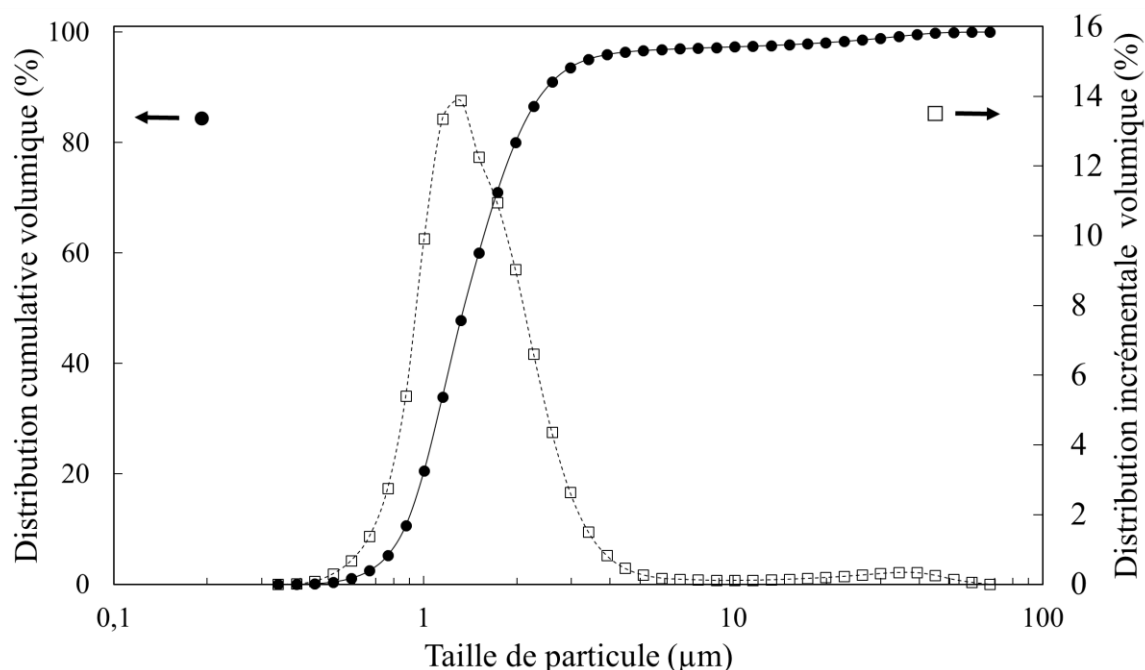


Figure 4-9 Mesures granulométriques cumulative et incrémentale de la poudre de carbure de silicium

4.2.3 Stabilité et caractéristiques des suspensions de carbure de silicium

Le potentiel zêta a été mesuré à l'aide d'un Zetasizer Malvern ZEN5600 sur les particules de carbure de silicium en variant le pH du média aqueux et les résultats sont présentés sur la Figure 4-10. Ils montrent que le pH optimal se situe entre 10 et 12, ce qui est cohérent avec ce qu'on retrouve dans la littérature, d'où l'utilisation de cette gamme de pH pour la préparation des suspensions. Cependant, le pH optimal d'une poudre de carbure de silicium peut varier en fonction du lot de poudre.

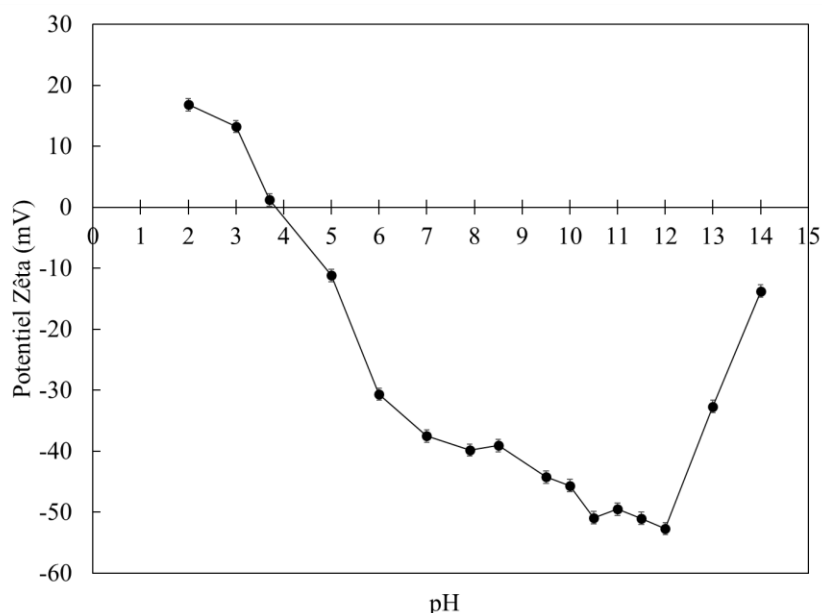


Figure 4-10 Potentiel zêta mesuré sur des particules de carbure de silicium en fonction du pH de la solution. La valeur maximale se situe entre un pH de 10 et 12

Avec cette information, l'étude caractéristique des suspensions de carbure de silicium a été menée principalement par Safran Ceramics. Ceci inclut le protocole de préparation des suspensions afin d'atteindre les caractéristiques visées pour la fabrication de pièces par voie liquide. Des mesures rhéologiques ont également été effectuées sur toutes les suspensions avant de les utiliser pour les injecter. Toutes les mesures rhéologiques de ces suspensions ont été effectuées sur un rhéomètre MCR501 d'Anton-Paar avec la géométrie de Couette simple CC27 (avec un bob de 27 mm de diamètre et un espace de 1,17 mm entre les parois du bob et du gobelet). Le début du test consiste à appliquer un pré-cisaillement de 300 s^{-1} sur la suspension durant 2 minutes, puis un repos pendant 2 minutes afin d'effacer l'historique rhéologique de la suspension. Ensuite, des points de mesures sont effectués à des cisaillements de $0,1 \text{ s}^{-1}$ jusqu'à 300 s^{-1} puis en redescendant à $0,1 \text{ s}^{-1}$. Les suspensions de carbure de silicium utilisées présentent donc une rhéologie variable en fonction de leur concentration comme le montre la Figure 4-11. Les suspensions à 20% de concentration volumique montrent un comportement particulièrement rhéofluidifiant, surtout en comparaison aux suspensions chargées à 10%.

Bien que les principes de la loi de Darcy reposent sur l'hypothèse que le fluide est newtonien, c'est plutôt la viscosité du média liquide de la suspension (mélange d'eau, d'acide nitrique et de PVA pour les suspensions d'alumine) qui doit être constante puisque c'est le fluide qui s'écoule à travers

le média poreux que constituent les particules une fois qu'elles sont déposées. Puisque le média liquide de la suspension est principalement de l'eau déionisée, ce fluide est, tout compte fait, newtonien. Cette vérification a également été effectuée pour toutes les suspensions utilisées au cours de cette thèse, incluant les suspensions d'alumine.

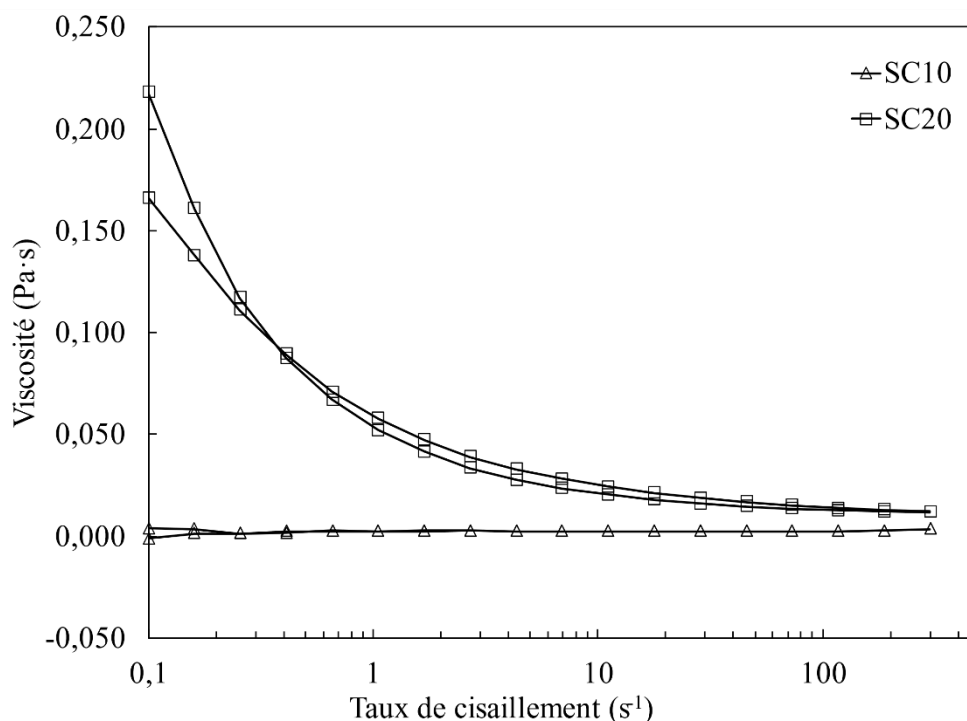


Figure 4-11 Courbes rhéologiques des suspensions SiC en fonction de leur concentration

4.3 Constituants des CMC Al_2O_3/Al_2O_3

Comme pour les CMC SiC/SiC, les CMC Al_2O_3/Al_2O_3 à l'étude de cette thèse ont été produits à l'aide du même procédé de fabrication de type SC, soulignant ainsi les principaux constituants pour leur mise en œuvre : les renforts et les suspensions particulières en alumine. Dans une optique identique à la section précédente (cf. section 4.2), on présentera tout d'abord les détails concernant les divers renforts en alumine utilisés suivis par les constituants des suspensions particulières, leur protocole de préparation ainsi que leurs caractéristiques principales.

4.3.1 Renforts d'alumine

Les renforts utilisés pour les CMC Al_2O_3/Al_2O_3 sont en alumine Nextel 610 de type unidirectionnel à différents taux volumiques de fibres et d'épaisseur. Le drapage (ou laminage) d'une préforme est

constitué de plusieurs plis empilés où les torons sont alignés dans les directions 0° , 90° , 45° et -45° . Pour constituer un pli, les torons (dont le nombre de fibres qui le compose est confidentiel) sont déposés dans une direction et tenus par un liant de nature confidentielle. Ensuite, on répète cette étape en plaçant les torons dans une autre direction pour composer les plis suivants. Les torons sont espacés de 0,2 à 1 mm en moyenne. Le nombre de plis est déterminé en fonction du nombre de plis nécessaires pour atteindre les taux volumiques de fibres et épaisseurs voulus dans l'étude. Des plaques laminées dont les dimensions étaient de $35 \times 35 \text{ cm}^2$ ont été utilisées où des coupons y ont été découpés à l'aide d'emporte-pièces pour obtenir les géométries génériques nécessaires à la fabrication des CMC à l'aide de la colonne de Darcy pour cette thèse. Des exemples de plaque laminée et d'un CMC sont présentés sur la Figure 4-12. Le drapage des cornières a été fait directement sur un contre-moule afin que les plis puissent bien épouser sa forme. Elles étaient donc facilement manipulables pour le transfert en moule lors de la fabrication. En ce qui concerne les pièces dégressives, des plis dont la longueur est progressivement dépréciée ont été empilés pour émuler la dégressivité d'épaisseur.

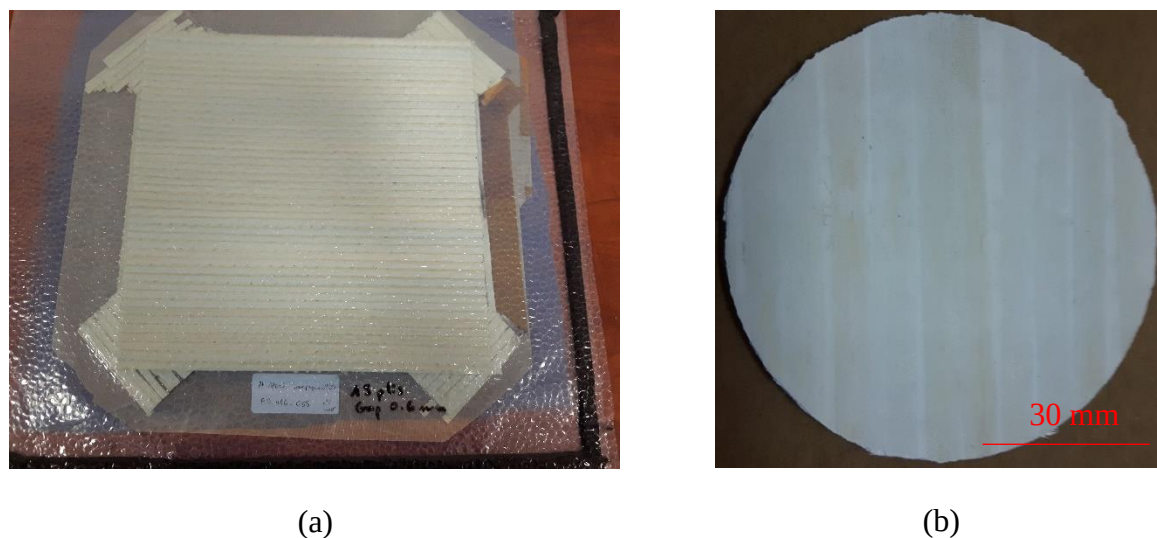


Figure 4-12 (a) Exemple de préforme UD d'alumine et (b) d'un CMC produit après filtration dans la colonne de Darcy d'une préforme découpée

4.3.2 Composants et préparation des suspensions d'alumine

Une poudre d'alumine- α de taille submicronique a été utilisée pour constituer la matrice des CMC produits par filtration. La Figure 4-13 montre un exemple de mesures granulométriques

(distributions cumulative et incrémentale) réalisées sur une suspension d'alumine. Selon des mesures granulométriques, la taille moyenne des particules se situe près de 0,1 à 0,2 μm .

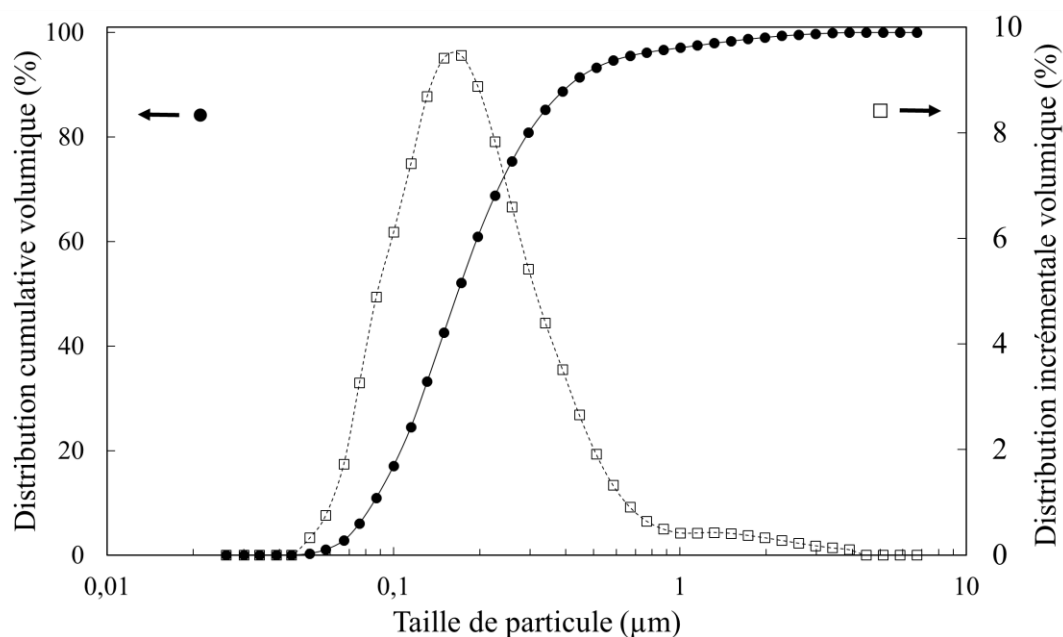


Figure 4-13 Mesures granulométriques cumulative et incrémentale de la poudre d'alumine

La poudre est mise en suspension dans de l'eau déionisée. D'autres constituants sont utilisés dans les suspensions servant à filtrer la matrice. Parmi ceux-ci, on retrouve un liant à base d'alcool polyvinyle (PVA) et de l'acide nitrique (HNO_3) comme dispersant. La quantité de liant est ajustée en fonction de la concentration de la poudre d'alumine dans la suspension (6% de la masse totale de la poudre) alors que la masse de HNO_3 est fixée à 0,51% de la masse d'eau pour toutes les suspensions. Les concentrations en particules des suspensions préparées au cours des travaux de cette thèse se situaient sur des points spécifiques à 3%, 18% et 33% volumique par rapport à la masse d'eau. Ces suspensions sont nommées B03, B18 et B33 respectivement.

La procédure de préparation des suspensions est résumée sur la Figure 4-14. On incorpore tout d'abord les matières fluides (l'eau déionisée et l'acide nitrique) dans un bécher et on s'assure de bien les mélanger à l'aide d'un agitateur magnétique. Ensuite, on incorpore la poudre d'alumine dans le média aqueux, puis on laisse le mélange sous agitation pendant au moins une heure afin que les particules soient bien mélangées. On applique une sonification à la suspension dans un bain à ondes ultrasoniques pendant une dizaine de minutes afin de bien disperser et désagglomérer les particules d'alumine. Avec l'aide de l'acide nitrique qui agit comme dispersant, les phénomènes

de réagglomération deviennent négligeables. Finalement, on incorpore le PVA aqueux dans la suspension puis on la laisse sous agitation pendant au moins 12 heures avant de l'utiliser pour une filtration. Les suspensions suivent d'ailleurs une étape de sonification additionnelle de 5 minutes avant chaque injection pour minimiser les probabilités que la suspension contienne des agglomérats de particules. Les détails de la formulation de cette suspension sont confidentiels.

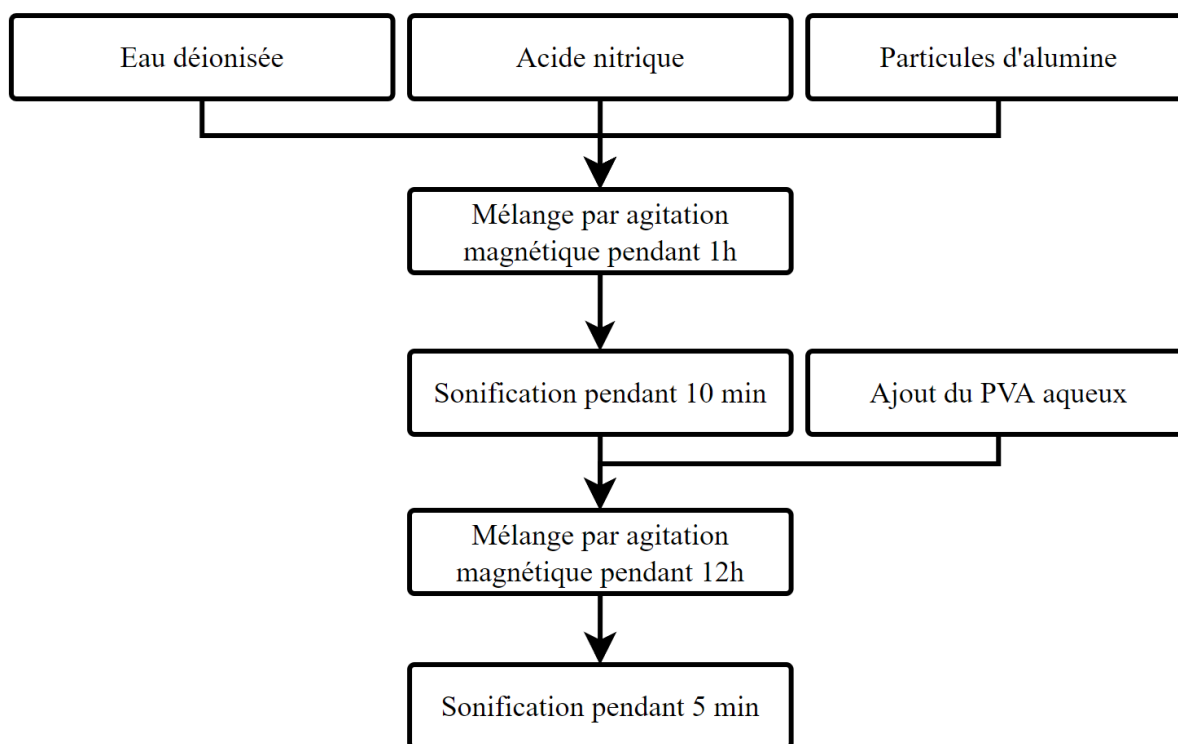


Figure 4-14 Procédure de préparation des suspensions Al_2O_3

4.3.3 Stabilité et caractéristiques des suspensions d'alumine

Pour les CMC produits dans cette étude, la concentration optimale de HNO_3 avait été déterminée antérieurement pour les suspensions concentrées à 33% (B33) (Billotte et al., 2017). La zone critique d'acceptabilité de HNO_3 se trouve approximativement entre 0,06% et 0,30% de la masse totale de la suspension comme le montre la Figure 4-15. Elle aurait pu être différente pour les suspensions faiblement chargées. Cependant, la gamme d'acceptabilité est, comme le montre la Figure 4-15, généralement très large et la concentration élevée de HNO_3 par rapport à la quantité d'alumine dans les suspensions faiblement chargées n'apporte pas de conséquence considérable sur sa viscosité et sur l'agglomération des particules. Néanmoins, cette hypothèse a été vérifiée.

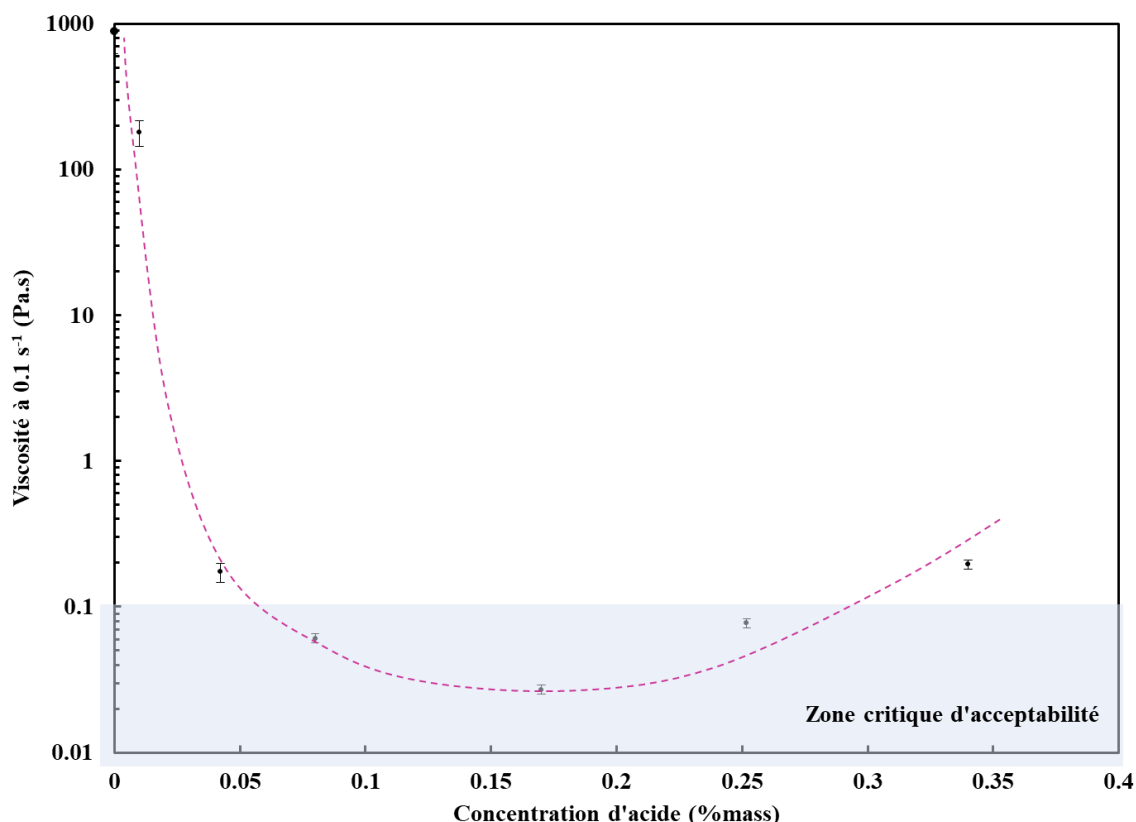


Figure 4-15 Viscosité à $0,1 \text{ s}^{-1}$ de cisaillement en fonction de la concentration massique d'acide nitrique par rapport à la masse totale de la suspension pour une suspension d'alumine chargée à 33% (adapté de (Billotte et al., 2017))

Dans la section précédente (cf. section 4.3.2), il a été mentionné que la quantité de HNO_3 utilisé dans chaque suspension était de 0,51% par rapport à la *masse d'eau déionisée* contenue dans la suspension. Il est à noter que cette concentration de HNO_3 correspond à une concentration massique de 0,17% par rapport à la *masse totale de la suspension* (eau + particules d'alumine + dispersant + liant organique) comme il est présenté au point de minimum de viscosité montré sur la Figure 4-15. Pour le mélange des suspensions d'alumine utilisées dans les travaux de cette thèse, l'eau acidifiée était préalablement préparée en incorporant 3,625 mL de HNO_3 dans 1L d'eau déionisée. Ce mélange possède une concentration massique de HNO_3 de 0,51% et il a été utilisé pour la préparation de toutes les suspensions. Pour les suspensions chargées à 18% volumique en particules d'alumine (B18), la quantité de HNO_3 correspond à une concentration à 0,26% par rapport à la *masse totale de la suspension*, ce qui se trouve tout de même dans la zone critique d'acceptabilité. En ce qui concerne les suspensions chargées à 3% volumique en particules

d'alumine (B03), la quantité de HNO_3 est portée à 0,45% par rapport à la *masse totale de la suspension*. Cette quantité serait théoriquement trop élevée puisque la limite supérieure se trouve autour de 0,30%.

Toutes les mesures rhéologiques de ces suspensions ont été effectuées sur le même rhéomètre MCR501 d'Anton-Paar. Pour les suspensions chargées à 18% et 33% volumique de particules d'alumine, une géométrie cylindrique concentrique de Couette simple CC27 (avec un bob de 27 mm de diamètre et un espace de 1,17 mm entre les parois du bob et du gobelet). En ce qui concerne les suspensions chargées à 3% volumique de particules d'alumine, une géométrie à double espace de Couette double DG26.7 (avec un bob de 26,7 mm de diamètre externe et des espaces de 0,45 mm entre les parois du bob et du gobelet). Le début du test consiste à appliquer un pré-cisaillement de 10 s^{-1} sur la suspension durant 5 minutes, puis au repos pendant 5 minutes. Cette étape a pour but d'effacer l'historique rhéologique de la suspension. Ensuite, des points de mesures sont effectués à des cisaillement de $0,1 \text{ s}^{-1}$ jusqu'à 100 s^{-1} puis en redescendant à $0,1 \text{ s}^{-1}$. Les suspensions d'alumine utilisées présentent donc une rhéologie variable en fonction de leur concentration comme le montre la Figure 4-17. Les suspensions à 33% de concentration volumique montrent un comportement légèrement rhéofluidifiant.

Pour vérifier que le taux d'acide nitrique était tout de même acceptable, des mesures de viscosité ont été effectuées sur des suspensions B03 à des quantités d'acide nitrique variables. Les tests ont été effectués à 100%, 50% et 25% des quantités d'acide usuelles, c'est-à-dire des concentrations de 0,45%, 0,22% et 0,11% massique par rapport à la *masse totale de la suspension* respectivement. Les deux dernières valeurs se retrouvent dans le domaine d'acceptabilité décrit dans la Figure 4-15. Les résultats ont permis tout d'abord de montrer que les quantités d'acide utilisées pour les travaux de cette thèse (0,51% d'acide nitrique par rapport à la masse d'eau de la suspension pour toutes les suspensions d'alumine) étaient acceptables comme le montre la Figure 4-16. En effet, les mesures rhéologiques montrent que la quantité d'acide nitrique a un impact minimal sur la viscosité des suspensions faiblement chargées. Ceci est également dû au fait que la probabilité pour que les particules forment des agglomérats est significativement réduite simplement par le fait qu'il n'y a pas beaucoup de particules dans la suspension. Comme dernière vérification, des mesures de granulométrie ont été réalisées sur ces suspensions et celles chargées à 18% et 33% volumique d'alumine. Les résultats de granulométrie étaient quasi-identiques aux résultats présentés sur la Figure 4-13, confirmant ainsi la bonne désagglomération des suspensions.

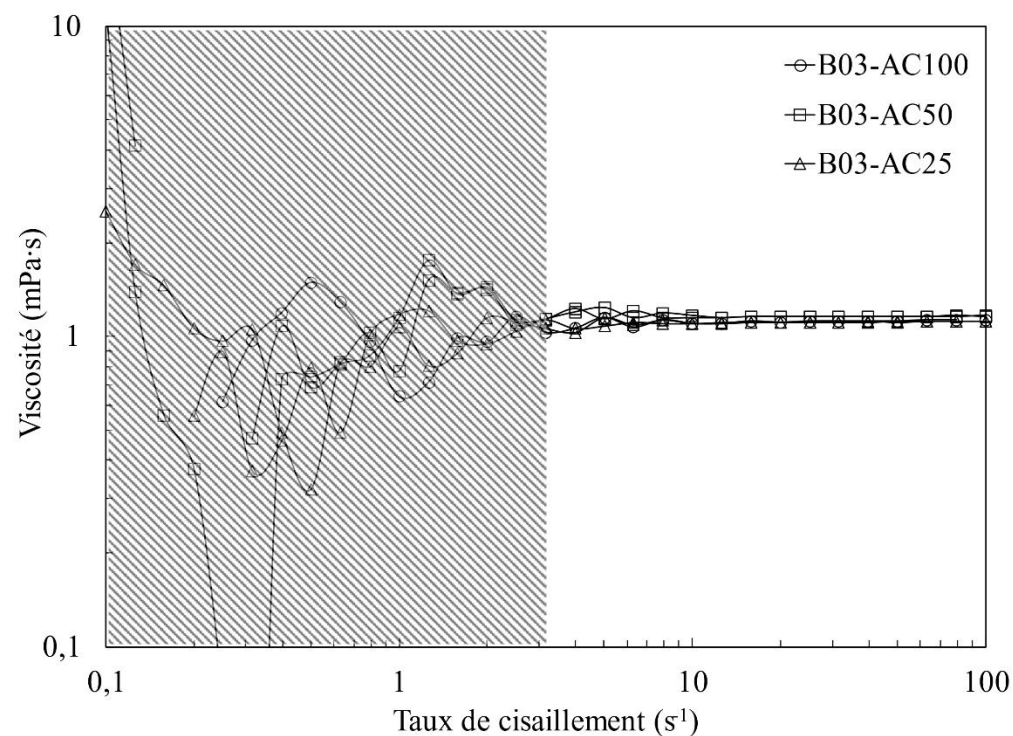


Figure 4-16 Comparaison de la viscosité de suspensions d'alumine B03 par rapport aux concentrations d'acide nitrique dans la suspension. Les concentrations d'acide testées sont de 100%, 50% et 25% de quantité usuelle d'une suspension B33. La zone hachurée n'est pas considérée dans la comparaison

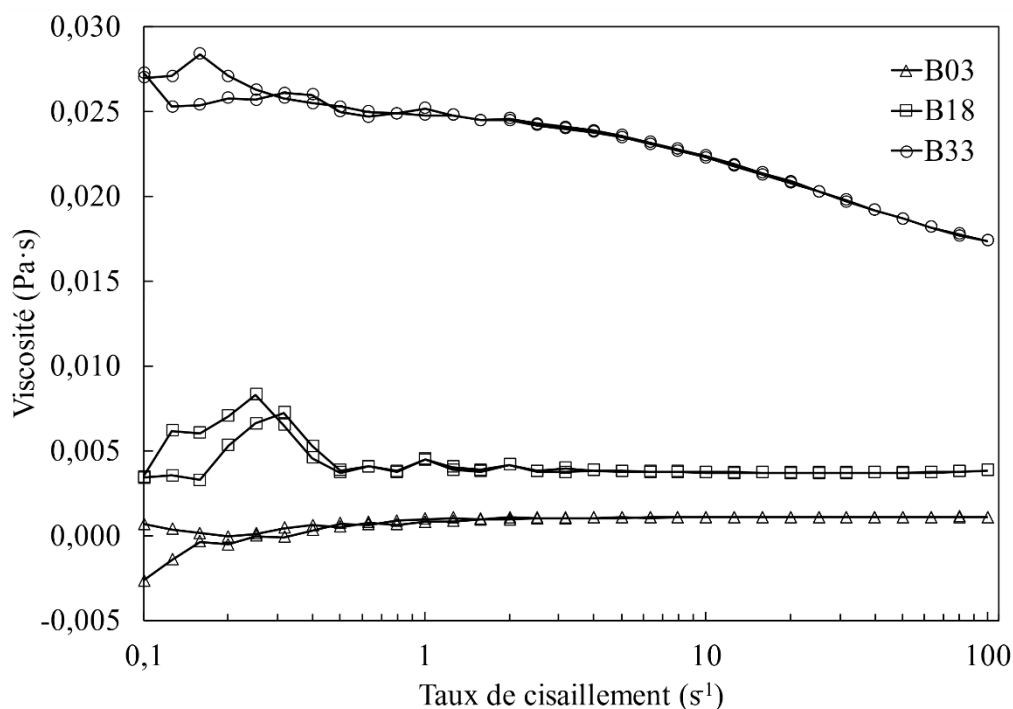


Figure 4-17 Courbes rhéologiques des suspensions d'alumine en fonction de leur concentration volumique en particule (3%, 18% et 33%)

4.4 Filtres utilisés

La matière filtrante est un filtre en PTFE fritté. Deux types de ces filtres sont utilisés selon les configurations de matériaux. Ces matières sont hydrophobes et une certaine pression d'intrusion est requise pour que l'eau puisse y pénétrer. Les paramètres principaux de ces filtres indiqués par le fabricant se trouvent dans le Tableau 4-1.

Tableau 4-1 Filtres utilisés pour les travaux de thèse

Filtre	Taille des pores (µm)*	Pression d'intrusion d'eau (mbar)	Porosité (%)	Épaisseur (mm)
A	1-2	1030-2070	30	3,0
B	5-10	240-550	45-55	3,0

*Taille maximale détectée par la méthode du point de bulle

La perméabilité de ces filtres a été mesurée à l'aide de la colonne de Darcy pour une gamme de débits typiquement utilisés dans les procédés d'injection par *Slurry Cast*. Une particularité de ces

filtres est qu'ils présentent un comportement élastique lorsqu'ils sont soumis à des pressions élevées. Scola et al. (Scola, Podgorski, et al., 2019) avaient remarqué ce phénomène sur les filtres A. Ils ont d'ailleurs déterminé que la perméabilité du filtre augmentait selon un débit d'injection croissant comme le montre la Figure 4-18. En effet, ce constat peut être expliqué par une déformation des pores du filtre par la pression interne croissante induite par le débit. On remarque également un changement de la pente qui est plutôt attribué au caractère hydrophobe du filtre et à sa pression d'intrusion de l'eau. En dessous de cette pression, on suppose que l'écoulement n'est pas pleinement développé.

Une étude similaire a donc également été réalisée sur les filtres A et B à l'aide de la colonne de Darcy où les résultats sont présentés sur la Figure 4-19. Ces derniers montrent que, comme pour le filtre A, la perméabilité du filtre B augmente selon un débit d'injection croissant et est bien modélisée par un modèle polynomial de degré 2 plutôt que linéaire dans une gamme de débit entre 0,01 et 0,25 mL/s bien que les infiltrations des CMC fabriqués dans les travaux de cette thèse aient été effectués au plus à 0,085 mL/s. C'est d'ailleurs également ce que l'on observe pour le filtre A contrairement au changement de pente linéaire dans les travaux de Scola et al. (Scola, Podgorski, et al., 2019). Il est à noter qu'un modèle linéaire serait tout de même parfaitement convenable selon les résultats qui ont été obtenus avec la colonne de Darcy utilisée pour les travaux de cette thèse, car la courbure des points expérimentaux est très faible. Néanmoins, pour tous les filtres utilisés au cours de cette thèse et sur la base des observations précédentes, il est considéré que la pression induite au fluide au cours de l'injection déforme les pores et crée probablement des canaux plus élargis comparativement à leur forme initiale.

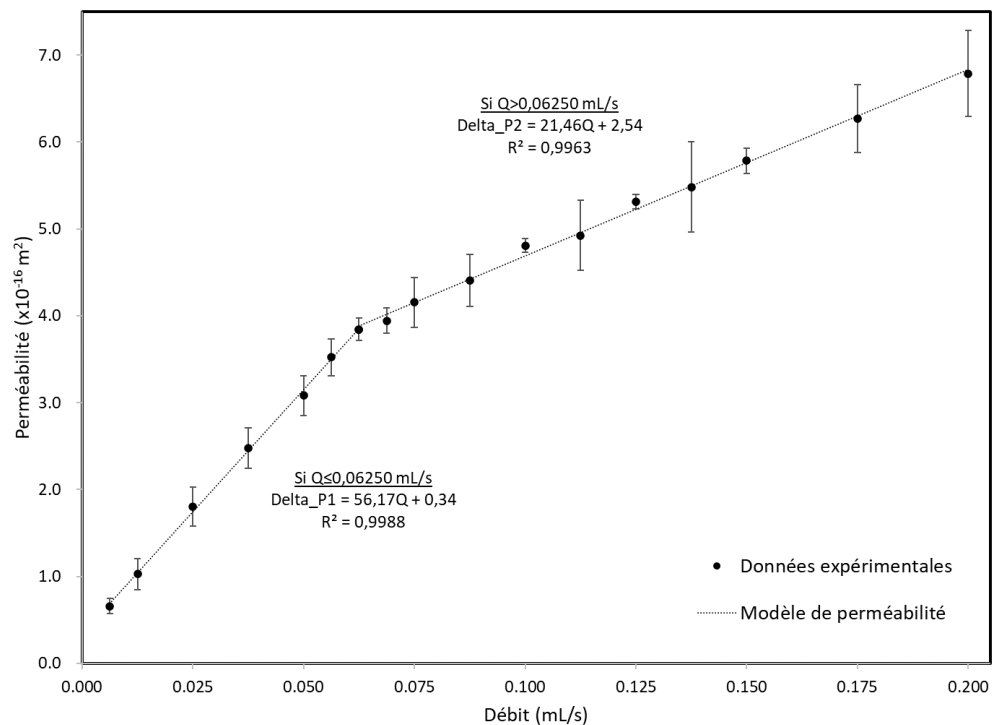


Figure 4-18 Évolution de la perméabilité du filtre A en fonction du débit d'injection imposé (adapté de (Scola, Podgorski, et al., 2019))

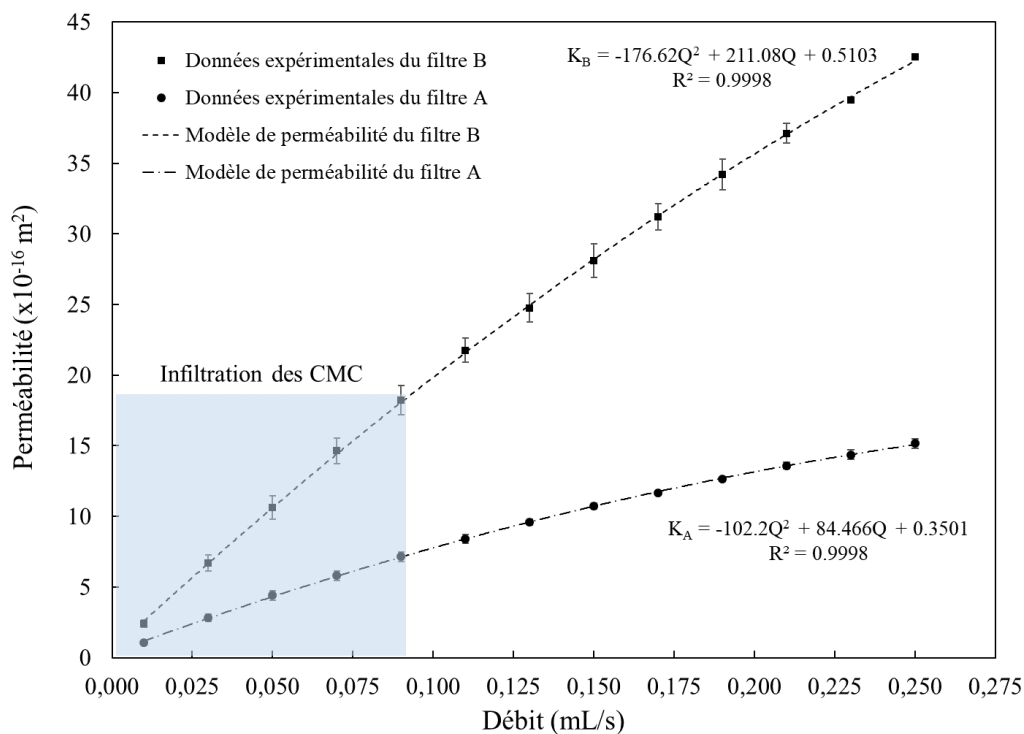


Figure 4-19 Évolution de la perméabilité des filtres A et B en fonction du débit d'injection imposé

4.5 Fabrication des CMC

Durant cette thèse, plus d'une centaine de pièces ont été produites afin de qualifier leur santé matière et l'impact de différents facteurs textiles, suspensions, procédés et géométriques sur les mécanismes d'infiltration en jeu durant la fabrication de ces composites. Bien que deux types de matériaux ($\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ et SiC/SiC) aient été produits, les méthodes de fabrication sont similaires. Tout d'abord, la suspension chargée en particules doit être préparée de façon à obtenir les propriétés physiques (granulométrie, rhéologie, pH, etc.) souhaitées. Le jour de la fabrication, les préformes sont placées fermement dans le moule (ou le porte-échantillon de la colonne de Darcy). Dans le cas des CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$, les préformes sont enduites d'un liant organique pour faciliter leur transport. Un déliantage de la préforme doit donc être effectué à l'eau déionisée avant d'introduire la suspension dans le moule. Pour ce faire, le montage de fabrication est installé de la même manière que pour une fabrication typique (cf. sections 4.1.1 et 4.1.2), à l'exception du(des) point(s) d'injection où est connecté un pot de pression contenant de l'eau déionisée comme le montre la Figure 4-20. Cette eau est injectée à pression constante jusqu'à ce que la grande majorité du liant soit retiré.



(a)



(b)

Figure 4-20 Montage de la colonne de Darcy connectée à un pot de pression pour le déliantage des préformes d'alumine : (a) Colonne de Darcy et (b) pot de pression

Au stade déliantée, la préforme ne peut pas être retirée du moule puisque les fibres se tiennent plus entre elles. Il n'est donc pas envisageable de la peser pour vérifier si le liant a été bien retiré pour la fabrication d'un composite. Des essais de validation préliminaire ont été effectués au préalable afin de vérifier et approuver la méthode. Pour ce faire, des échantillons de préformes déliantées ont été caractérisés pour mesurer la quantité de liant résiduel suivant l'étape de déliantage. Ces échantillons ont été séchés puis pesés, pour ensuite subir une pyrolyse afin de brûler le reste du liant organique. On considère donc qu'il ne reste plus de liant après cette étape de pyrolyse. L'étape de déliantage à l'eau a été approuvée puisque la quantité de liant éliminé lors de la pyrolyse correspondait à moins de 2% massique de la quantité initiale de liant. Cette quantité initiale de liant est mesurée selon la différence entre la masse initiale de l'échantillon de préforme et sa masse après la pyrolyse. Contrairement aux préformes d'alumine, les préformes en carbure de silicium ne sont pas enduites d'un liant. Il n'est donc pas nécessaire de leur faire subir une étape de déliantage.

Lorsque l'étape de déliantage est terminée, de l'air comprimé est injecté à pression constante pour retirer le restant d'eau. Une étape de présaturation de la préforme avec de l'eau déionisée est effectuée par la suite, en l'injectant à débit constant à l'aide de la colonne de Darcy. La double échelle de porosité dans une préforme fibreuse (porosité entre les torons et porosité entre les filaments des torons) entraîne différents mécanismes d'imprégnation lors de sa saturation : l'imprégnation normale dans la porosité entre les torons imposée par la vitesse du piston et l'imprégnation capillaire dans la porosité plus fine entre les fibres des torons. L'imprégnation capillaire est plutôt provoquée par les forces inter-moléculaires entre un fluide et un solide. Due à la tension de surface entre le fluide et le solide, une perte de charge est créée entre le fluide et l'air contenu dans le capillaire forçant ainsi le fluide à se déplacer sur la surface solide. Pour minimiser l'emprisonnement de l'air dans la préforme, il est préférable que la vitesse d'imprégnation induite par le piston soit similaire à la vitesse d'imprégnation capillaire dans les torons. Cela permet principalement d'éviter la formation de porosité due à ces effets capillaires et à mieux contrôler l'avance du front de suspension à l'amorce de la filtration.

Une fois que cette étape est terminée, la suspension peut être injectée dans la colonne de Darcy pour démarrer l'infiltration à pression constante ou débit constant. Afin d'éviter les risques de rétention des particules dus à des écoulements trop rapides (et possiblement turbulents entre les fibres de la préforme) lorsque l'on veut réaliser une infiltration à pression constante, la montée en pression est effectuée à un débit constant. Bien sûr, cela implique qu'une portion de l'infiltration

n'est pas à pression constante, mais sur des échelles de temps de filtration total qui peuvent s'élever à quelques heures, la portion à débit constant peut être considérée comme négligeable.

Une fois que l'infiltration est terminée, la pièce est très malléable puisqu'elle est encore humide. Le porte-échantillon de la colonne de Darcy est donc désassemblé de la cavité d'injection pour être placé dans un four à 90°C pendant plus de 2 heures. Cela permet de retirer la majorité d'eau contenue dans la pièce pour qu'elle soit ensuite démoulée. La pièce peut être démoulée lorsque la matrice est suffisamment sèche pour ne plus être malléable et permettre son retrait sans la déformer. Pour les composites SiC/SiC dont la préforme est déjà pré-consolidée par le revêtement de nitrure de bore (cf. section 4.2.1), le séchage de la pièce n'est pas nécessaire préalablement au démoulage de cette dernière puisque la préforme elle-même assure la tenue de la pièce.

La pièce subit finalement un cycle de traitement thermique qui dépend du matériau. Pour les CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$, le traitement thermique est composé de plusieurs plateaux croissants en température afin de la consolider comme le montre la Figure 4-21. Chaque plateau est précédé d'une rampe à vitesse constante. Un premier plateau de température (plateau A) sert à retirer l'humidité résiduelle qui pourrait se trouver dans la porosité de la matrice. Un deuxième plateau de température (plateau B) permet de pyrolyser le liant organique (cf. section 4.3.2) contenu dans la matrice de particules. Ce liant permet de maintenir le cru de particules sans qu'il ne se fissure et s'effrite lorsqu'il est au stade sans tenue mécanique (*green body*), mais n'est pas souhaitable dans le composite. Un troisième plateau de température (plateau C) permet d'homogénéiser la pièce thermiquement avant le quatrième et dernier plateau de température (plateau D) qui sert à créer des liens mécaniques entre les particules et le renfort de sorte que la pièce soit bien consolidée et qu'elle possède les propriétés mécaniques souhaitées. Ce dernier plateau correspond à un début de frittage, mais il est incomplet pour que la matrice soit mécaniquement plus faible que les fibres et permettre les comportements d'endommagement des CMC à matrice faible (cf. section 2.1.1.3). En effet, un frittage complet à plus haute température pour ce type de CMC (où le lien entre les particules et les fibres est direct, sans revêtement) provoquerait une rupture plus fragile tout en réduisant la résistance en flexion du matériau puisque le lien solide entre la matrice et les fibres ne favorisait pas les mécanismes de déviation de fissures (Ishioka et al., 2022). L'alumine n'est pas sensible à l'oxydation puisque sa composition chimique est déjà sous sa forme oxydée. Le cycle de traitement thermique peut donc être réalisé sans contrôle particulier de l'environnement. Or, ce n'est pas le cas du carbure de silicium qui est très sensible à l'oxydation. Pour prévenir la dégradation du

carbure de silicium et éliminer la couche d'oxyde sur la surface des particules, les composites SiC/SiC de cette étude ont subi leur cycle de traitement thermique dans un environnement inerte contrôlé. Le cycle de traitement thermique pour les CMC SiC/SiC est similaire à celui pour les CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$. La composition de plateaux est identique, mais à des températures et durées différentes. Les détails des traitements thermiques sont confidentiels.

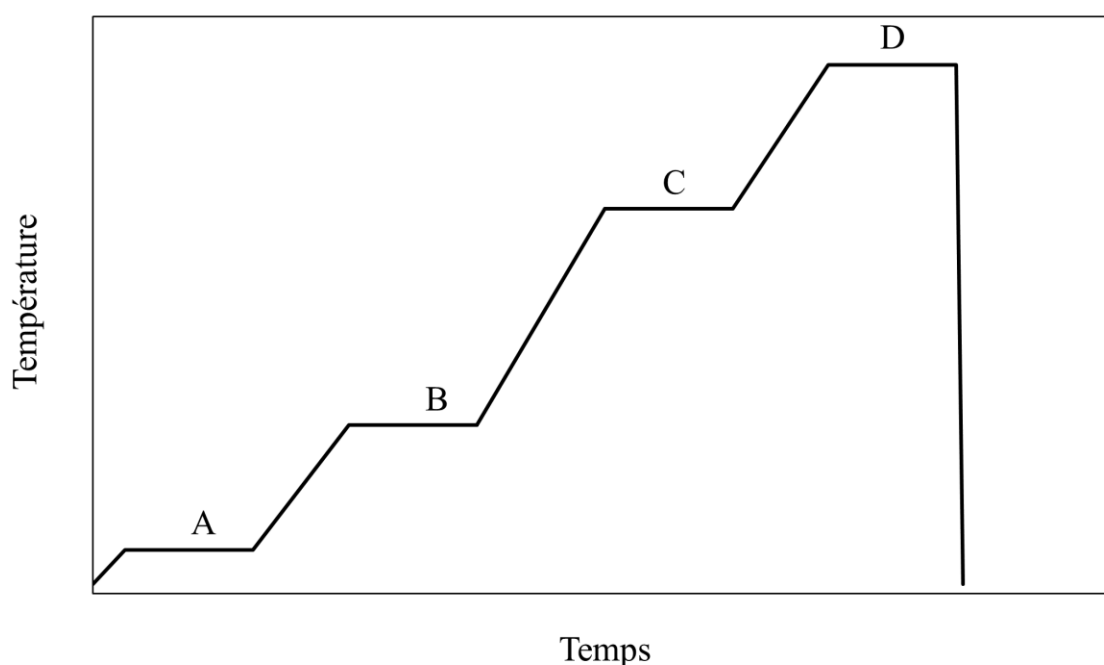


Figure 4-21 Exemple de cycle de traitement thermique de consolidation des CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$

4.6 Mesures et caractérisation de la porosité

La santé matière d'un composite à matrice céramique est directement liée à sa porosité. Comme mentionné précédemment, il faut que le taux de porosité soit conforme aux standards définis comme acceptables pour assurer que les défauts soient à un minimum. La porosité des composites et des préformes utilisés dans cette étude a été évaluée et caractérisée par plusieurs méthodes qui sont décrites dans cette section. Généralement, les pièces devaient être découpées au jet d'eau ou à l'aide d'une lame au diamant pour obtenir des échantillons de taille adéquate. Ces échantillons ont ensuite été nettoyés par sonification dans un bain d'eau, puis séchés complètement avant d'effectuer ces caractérisations.

La porosité peut être divisée en plusieurs types en fonction de leur échelle de taille. Ces types de porosité sont montrés schématiquement sur la Figure 4-22. La microporosité est la porosité qui se trouve entre les particules qui composent la matrice granulaire. Elle est la porosité la plus fine du composite. La mésoporosité est la porosité qui se trouve entre les fibres. Un manque de matrice granulaire dans la région intra-toron ou de taille correspondant à la porosité intra-toron constitue donc un mésopore. Finalement, la macroporosité est la porosité qui se situe entre les torons. Un manque de matrice granulaire dans la région inter-torons ou de taille correspondant à la porosité inter-torons constitue donc un macropore.

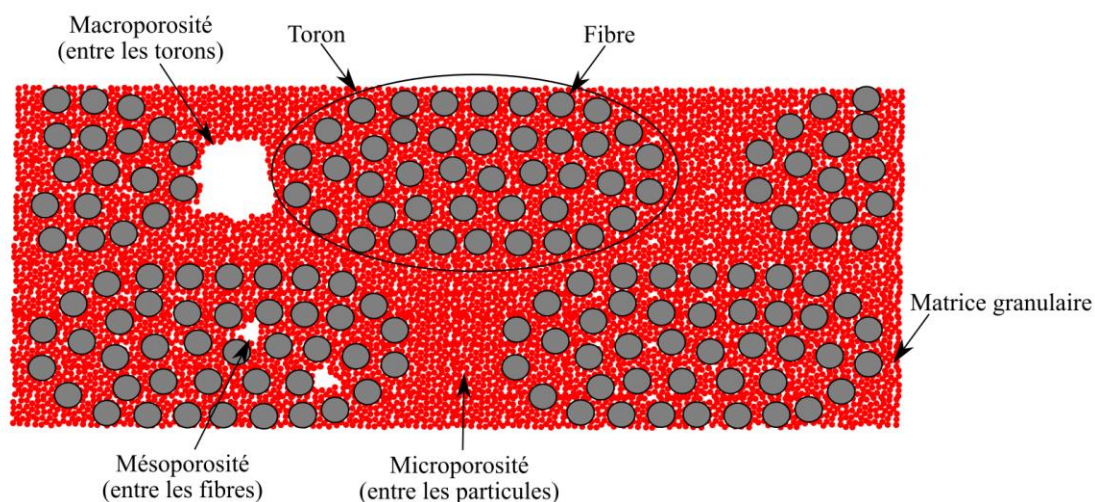


Figure 4-22 Représentation schématique des différents types de porosité dans un CMC en fonction de leur échelle de taille

4.6.1 Mesure de la porosité par densité géométrique

La mesure de la porosité par densité géométrique peut être réalisée sur une pièce CMC comme première approximation puisqu'elle est rapide et peut être obtenue directement après la fabrication. Elle consiste simplement à évaluer la porosité en connaissance des masses de chaque composant d'une pièce ainsi que de son volume apparent.

Ces données ne requièrent aucune étape additionnelle de traitement ou de préparation. La porosité du composite est donnée par la formule suivante :

$$\varepsilon_{CMC} = \varepsilon_f - \frac{m_m}{V \times \rho_m} \quad 4.1$$

où ε_{CMC} (-) est le taux de porosité du CMC, ε_f (-) est le taux de porosité totale du renfort fibreux, m_m (g) est la masse de matrice qui a été introduite dans la préforme lors de l'infiltration, V (cm³) est le volume apparent de la pièce et ρ_m (g/cm³) est la masse volumique théorique du matériau composant la matrice. La porosité du renfort fibreux peut être déterminée avant l'infiltration par différentes méthodes comme la triple pesée à l'eau ou en estimant le taux volumique de fibres en fonction de la masse et du volume de la pièce. La masse de matrice introduite dans le renfort est déduite en soustrayant la masse du renfort préalablement mesurée à la masse totale de la pièce une fois qu'elle est complètement sèche.

La porosité du composite est la propriété qui est généralement utilisée pour qualifier la santé matière de celui-ci. Or, dans le cas de CMC à matrice poreuse, le taux volumique de fibres est un facteur qui l'influence indirectement. La porosité se trouve dans la matrice et il y a moins d'espace disponible pour accueillir cette dernière lorsque le taux volumique de fibres est plus élevé. Par conséquent, une pièce ayant un taux volumique de fibres élevé peut présenter un taux de porosité relativement faible globalement, même si la matrice contient des défauts qui pourraient contrevenir aux propriétés mécaniques.

Pour cette raison et puisqu'un des objectifs de cette thèse est d'évaluer les mécanismes d'infiltration, la porosité dans l'espace matriciel est une donnée plus intéressante. Elle correspond à la porosité du composite en excluant le volume qui n'est pas accessible à la matrice lors de l'infiltration. En d'autres termes, on cherche à normaliser la porosité en fonction du taux volumique de fibres. Elle peut être calculée à l'aide de la formule suivante :

$$\varepsilon_m = 1 - \frac{m_m}{V \times \varepsilon_{fo} \times \rho_m} \quad 4.2$$

où ε_m (-) est le taux de porosité dans l'espace matriciel et ε_{fo} (-) est le taux de porosité accessible aux particules dans le renfort fibreux lors de l'infiltration.

4.6.2 Mesure de la porosité par triple pesée à l'eau

La mesure de porosité par triple pesée à l'eau est très répandue dans le domaine des céramiques et des matériaux poreux en général. Elle reprend les principes de la poussée d'Archimède et consiste à mesurer la masse d'un échantillon trois fois dans différentes conditions pour déterminer sa porosité. Dans les travaux de cette thèse, la porosité par triple pesée à l'eau des spécimens a été mesurée selon la norme ISO 5017-2013.

On doit tout d'abord mesurer la masse de l'échantillon poreux à l'état sec m_1 . Pour ce faire, un échantillon est placé dans un four à 90°C pendant un minimum de 6 heures pour retirer complètement l'eau. Ensuite, il est placé sous vide avec des absorbeurs d'humidité pendant au moins 24 heures pour retirer l'humidité contenue dans la porosité. Après cette étape, on pèse l'échantillon pour obtenir la masse m_1 . L'échantillon est alors submergé d'eau puis placé sous vide pendant une durée minimale de 24 heures (ou une heure pour les préformes non densifiées) pour que l'eau puisse pénétrer dans toute la porosité ouverte. Le vide est ensuite retiré, mais l'échantillon est laissé submergé pour la même durée. Il est donc prêt pour les deux autres pesées subséquentes pour déterminer la masse apparente de la pièce submergée dans l'eau m_2 et sa masse trempée à l'air m_3 . Pour cette dernière, l'échantillon est essuyé à l'aide d'un tissu humide pour enlever l'excédent d'eau. La porosité apparente de l'échantillon peut donc être obtenue avec la formule suivante :

$$\varepsilon_a = \frac{m_3 - m_1}{m_3 - m_2} \quad 4.3$$

La porosité apparente correspond à la porosité ouverte de l'échantillon. Pour déterminer la porosité fermée ε_f et la porosité totale ε_t , il faut obtenir la densité théorique ρ_{th} de l'échantillon, c'est-à-dire la densité du matériau sec en excluant la porosité, et la densité apparente ρ_{ap} qui correspond à la densité du matériau en y incluant la porosité. Les formules suivantes permettent de déterminer ces valeurs :

$$\rho_{ap} = \frac{m_1}{m_3 - m_2} \times \rho_{H_2O} \quad 4.4$$

$$\varepsilon_t = \frac{\rho_{th} - \rho_{ap}}{\rho_{th}} \quad 4.5$$

$$\varepsilon_f = \varepsilon_t - \varepsilon_a \quad 4.6$$

Les erreurs de cette méthode sont généralement de l'ordre de $\pm 1\%$ à $\pm 2\%$. Comme cette mesure ne donne qu'une porosité globale de la pièce, d'autres méthodes de caractérisation sont nécessaires.

4.6.3 Porosimétrie par intrusion de mercure

La porosimétrie par intrusion de mercure (PHg) permet de mesurer la fine porosité d'un petit échantillon en y incorporant du mercure liquide à pression contrôlée selon les principes de l'équation de Washburn (Équation 4.7). L'avantage de cette technique est qu'elle permet d'obtenir également la distribution de tailles de pores. Un poromètre PoreMaster 33 de Quantachrome Instruments a été utilisé pour réaliser la majorité des tests de PHg au cours des travaux. La pression maximale atteignable par l'appareil est d'environ 230 000 kPa ce qui permet de détecter des pores entre 1,1 mm et 6,4 nm de diamètre. La gamme couverte est donc suffisante pour la taille typique de porosité des CMC à l'étude de cette thèse qui est typiquement de 1 mm à 60 nm. Due à la nature du calcul, cette technique ne permet que de caractériser la porosité ouverte, c'est-à-dire les canaux poreux qui sont ultimement reliés aux surfaces de la pièce et que le mercure pourra infiltrer. La porosité complètement fermée n'est donc pas détectable. La relation entre la taille des pores D et la pression d'intrusion du mercure P est donnée dans l'équation suivante:

$$D = \frac{-4\gamma \cos \theta}{P} \quad 4.7$$

où D est le diamètre du pore, γ est la tension de surface du mercure, θ est l'angle de contact du mercure et P est le différentiel de pression induite au mercure lors du test.

4.6.4 Microtomographie

Beaucoup d'information peut être tirée avec les données de taux de porosité. Or, les trois techniques présentées précédemment ne permettent pas d'évaluer la localisation et la géométrie des pores. La microtomographie permet de numériser une pièce en 3D à l'aide de plusieurs projections prises avec des rayons X. Subséquemment, des techniques de reconstruction sont employées afin

d'obtenir plusieurs images en coupe d'un échantillon de façon à reconstruire le volume d'un objet, incluant l'intérieur de celui-ci. Pour les besoins de ces travaux, la microtomographie est utilisée afin de pouvoir repérer les zones dans une pièce où il pourrait se trouver des défauts de moyenne à grande taille et la géométrie grossière de ces défauts. De plus, avec un échantillon représentatif d'une pièce, il a été possible de qualifier les défauts majeurs en nombre, en taille et en forme. Les images de microtomographie présentées dans cette thèse ont été produites l'aide d'un appareil de modèle Zeiss Xradia 520 qui permet d'obtenir une résolution maximale du voxel à 0,3 μm . Pour les travaux de cette étude, la résolution maximale atteinte était d'environ 5 μm pour pouvoir repérer des défauts de plus de 25 μm sur un domaine assez large afin qu'il soit représentatif de l'échantillon globalement. Le traitement des images a été effectué l'aide des logiciels Dragonfly de Object Research Systems (ORS) et ImageJ.

4.6.5 Préparation d'échantillons et microscopie électronique à balayage

Finalement, la microscopie électronique à balayage (MEB) est le dernier moyen de caractérisation qui a été employé afin de caractériser la santé matière des CMC. Utilisant un faisceau d'électrons pour obtenir une image de grossissement élevé, cette technique est très utile pour identifier et qualifier des éléments qui seraient trop petits pour la microtomographie qui est limitée généralement à quelques dixièmes de microns comme les défauts entre les filaments des torons. Une préparation d'échantillon par polissage est requise au préalable pour produire une surface qualifiable présentant tous les traits représentatifs du matériau que l'on pourrait observer au MEB. Le microscope utilisé pour qualifier les échantillons de CMC produits au cours de cette thèse est un JSM-7600F de JEOL Ltd. Le polissage des échantillons SiC/SiC a été effectué selon une méthode mécanique conventionnelle, mais les échantillons $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ ont été préparés à l'aide d'une méthode de polissage ionique (confidentielle). La technique de polissage mécanique peut être résumée par les étapes suivantes :

1. Meulage à l'aide d'un MD-Piano 220 de Struers© et de l'eau
2. Polissage à l'aide d'un MD-Largo de Struers© et une suspension diamantée 9 μm
3. Polissage à l'aide d'un MD-Largo de Struers© et une suspension diamantée 3 μm
4. Polissage à l'aide d'un MD-Largo de Struers© et une suspension diamantée 1 μm
5. Finition à l'aide d'un MD-Chem de Struers© et une suspension de silice colloïdale

4.6.6 Résumé des techniques de caractérisation de la porosité

Aucune technique de caractérisation de la porosité d'un matériau ne permet de tirer toutes les informations nécessaires à une analyse complète. C'est la raison pour laquelle plusieurs techniques ont été utilisées pour caractériser la porosité des composites étudiés dans les travaux de cette thèse. Chaque technique procure des informations particulières; c'est leur analyse combinée qui permet de tracer la vue d'ensemble des défauts que l'on peut retrouver dans ces pièces. Les différentes méthodes de caractérisation de la porosité présentées dans cette section sont résumées dans le Tableau 4-2.

Tableau 4-2 Résumé des méthodes de caractérisation de la porosité employées dans les travaux de cette thèse

Méthode	Taille de pore accessible	Intérêt	Limitation
Densité géométrique	Toute	Mesure globale	Mesure approximative
Triple pesée à l'eau	Toute	Mesure globale	Mesure approximative, échantillon de taille moyenne
Porosimétrie par intrusion de mercure	6 nm à 1 mm	Distribution de la taille des pores	Porosité ouverte seulement, petit échantillon seulement
Microtomographie	1 μ m et plus	Taille, géométrie et localisation de pore inter-torons	Résolution dépend de la taille de l'échantillon (besoin d'un petit échantillon pour une bonne résolution)
Microscopie électronique à balayage	10 nm et plus	Taille, géométrie et localisation de pore intra-toron	Une seule coupe (surface) d'un échantillon

CHAPITRE 5 VÉRIFICATION EXPÉRIMENTALE DE LA CINÉTIQUE DE CROISSANCE DES CRUS DE CÉRAMIQUE

Bien que l'objectif principal de cette thèse soit l'étude de l'infiltration de particules dans des préformes fibreuses, il est nécessaire de comprendre la cinétique et la physique de filtration d'un cru de particules sans préforme avant de se lancer dans la mise en œuvre de composites. Une partie des travaux présentés ici repose sur les travaux menés antérieurement par Scola (Scola, 2018), notamment pour son modèle de cinétique de croissance du cru en fonction de la pression appliquée sur le fluide durant la filtration. Tout d'abord, Scola a amplement étudié le caractère rhéologique des suspensions d'alumine à différentes concentrations volumiques de particules allant de 10% à 52,5%. Cela a tout d'abord permis d'identifier la gamme pratique de concentration pour l'injection de ces suspensions qui se trouve entre 10% et 33% (d'où l'utilisation d'une suspension d'alumine chargée à 33% volumique comme concentration maximale pour les travaux de cette thèse). Même si ces suspensions présentent un comportement non-newtonien, il a pu montrer que le degré de rhéofluidifiante n'affectait pas significativement le procédé d'infiltration de suspension dans ce cas-ci. Une suspension de concentration volumique supérieure à 33% présente une viscosité et un caractère rhéofluidifiant trop prononcés. Ensuite, en étudiant plusieurs filtrations et en utilisant les lois de blocage d'Hermia (Hermia, 1982), il a été montré que la filtration était bien caractéristique d'une filtration sur membrane, ce qui a permis d'établir un modèle de cinétique de filtration 1D des suspensions sans la présence d'une préforme (cru de particules) et avec la présence d'une préforme (pièce composite). Ce premier modèle 1D a permis d'instaurer la base des travaux de modélisation de cette thèse.

Or, les travaux de Scola ne se sont limités qu'aux crus et composites d'alumine fabriqués à l'aide d'une procédure d'injection, des équipements et des renforts bien spécifiques qui sont différents de ceux utilisés pour les travaux de cette thèse. De plus, les injections de suspensions de carbure de silicium n'ont pas été étudiées dans les travaux de Scola. Bien que le modèle devrait en principe être valide pour d'autres types de suspensions, la cinétique de croissance des crus de carbure de silicium a dû être étudiée pour vérifier la validité de cette théorie et répondre au premier objectif spécifique de cette thèse. Un travail similaire à celui de Scola a donc été mené dans le but d'étudier la cinétique de filtration au cours de la fabrication de crus SiC et Al₂O₃. Des crus de particules sans

renfort ont été fabriqués avec la colonne de Darcy spécifiquement pour vérifier que le modèle de filtration dans sa forme la plus simple était valable.

Le Chapitre 5 porte donc sur la cinétique de croissance des crus de particules sans renfort pour chaque type de matériau à l'étude de cette thèse (CMC SiC/SiC et $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$). Ce chapitre est divisé en quatre sections dont deux représentant chaque matériau (carbure de silicium ou alumine), une analyse numérique sur les propriétés calculées et une conclusion.

5.1 Validation du modèle de croissance des crus SiC

Un travail a donc été mené où plusieurs crus de carbure de silicium ont été produits à différents facteurs suspensions et procédés de fabrication. Pour ce faire, on observe la croissance (évolution de l'épaisseur) d'un cru dans le temps en faisant varier certains facteurs. À l'exception des propriétés physiques des crus de particules, il y a trois facteurs qui influencent l'épaisseur de ce cru lors d'une filtration : la pression d'injection si la filtration est à pression constante (ou le débit de l'injection si elle est à débit constant), la concentration de particules dans la suspension et la durée de la filtration. Ce sont donc les facteurs qui ont été vérifiés. Comme il a été montré dans la section 2.2.3.1, on divise les modèles de cinétique de filtration selon le cas, c'est-à-dire à pression constante ou à débit constant. Le premier cas étudié est celui à pression constante où les modalités initiales des facteurs sont présentées dans le Tableau 5-1. Toutes les combinaisons de facteurs et de leurs modalités ont été testées (un plan factoriel complet) et chaque combinaison a été testée à trois reprises. Puisqu'aucune préforme n'est utilisée pour ces injections, le débit de montée en pression a été fixé à 60 mL/min (normalement plus lent pour l'imprégnation d'une préforme) avec une surface de filtration circulaire de 66,7 mm de diamètre, ce qui permettait d'atteindre la pression cible en moins de 15 secondes dans tous les cas. Conséquemment, on peut considérer que la portion de l'injection à débit constant est négligeable par rapport à la portion à pression constante même si cette dernière est courte. Le filtre utilisé pour toutes les injections SiC servant à la validation du modèle de cinétique de croissance est le filtre B dont les spécifications étaient présentées dans le Tableau 4-1.

Tableau 5-1 Facteurs et modalités de l'étude de la cinétique de croissance de crus SiC à pression constante

Pression (bar)	Concentration (%vol)	Temps de filtration (min)
4,5	10	30
6	20	60

Les premières filtrations ont permis de soulever quelques enjeux. Tout d'abord, les crus possédaient des épaisseurs variant de 8 à 20 mm. L'épaisseur du cru variait en fonction des modalités de l'injection. Dans plusieurs applications, telles que les pièces à l'étude de cette thèse, des épaisseurs de l'ordre de 3 à 5 mm sont plutôt utilisées. Pour cette raison, quelques filtrations additionnelles de courte durée ont été ajoutées dans le lot d'essais. Ces derniers comprenaient quatre essais de 5 minutes (chaque configuration de pression et de concentration de la suspension une seule fois) et deux essais à 10 minutes (les deux modalités de concentration de la suspension à une pression de 4,5 bar). La liste de tous les essais ainsi que leurs modalités sont présentés dans l'Annexe A.

De plus, le cas donnant le cru le plus épais (pression à 6 bar, concentration à 20% et durée de 60 minutes) n'a pas été analysable puisque l'épaisseur des crus résultants était trop élevée, de sorte que le cru venait à boucher l'entrée du capteur de pression de la colonne de Darcy vers la fin de la filtration. Ce phénomène est schématisé sur la Figure 5-1. Le système ne pouvait donc plus contrôler adéquatement la pression. Ce résultat était particulièrement étonnant puisqu'il démontre une cinétique de croissance très rapide (et donc une perméabilité potentiellement élevée) comparativement aux crus d'alumine qui seront présentés dans la section 5.3. Néanmoins, les analyses ont été conduites avec les crus produits sans biais dont quelques exemples sont présentés sur la Figure 5-2.

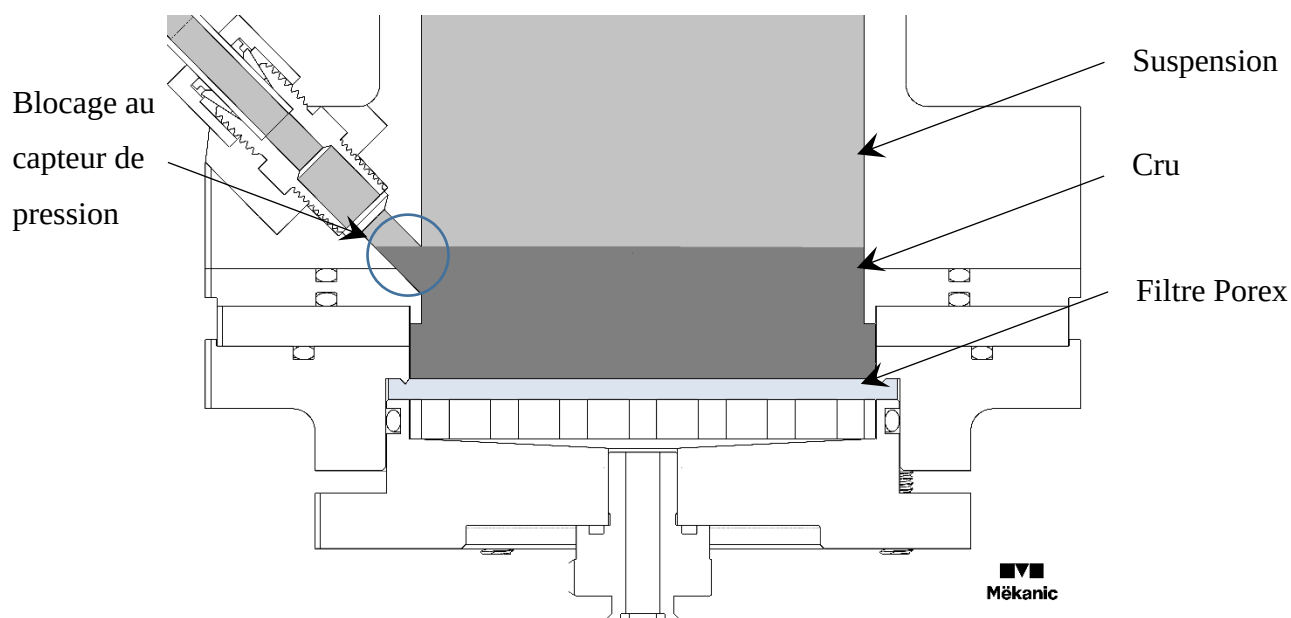


Figure 5-1 Représentation d'un blocage du capteur de pression de la colonne de Darcy en raison d'un cru dont l'épaisseur est trop élevée

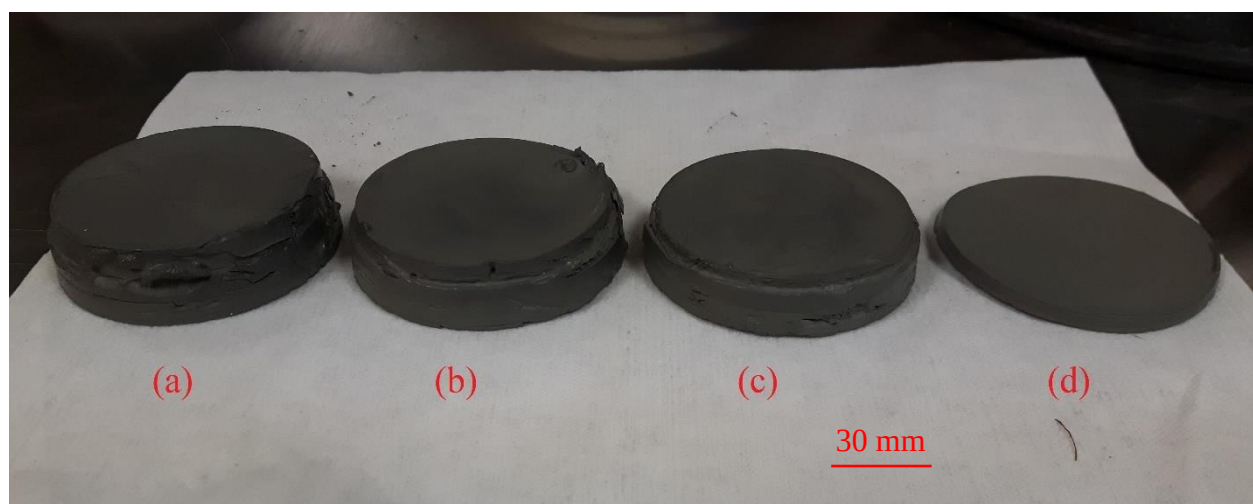


Figure 5-2 Crus de carbure de silicium selon la concentration de la suspension en fraction volumique de particule, la pression d'injection (bar) et la durée de la filtration (minutes). (a) C20%-P4,5-60min, (b) C20%-P6-30min, (c) C20%-P4,5-30min, (d) C20%-P4,5-5min

Il est possible de déterminer les taux de porosité de chaque cru puisque l'on peut mesurer leur masse lorsqu'ils sont complètement secs et leur volume apparent. Les données de ces filtrations ont ensuite permis de calculer les autres coefficients tels que le coefficient d'humidité et la masse de cru déposé par volume de filtrat recueilli comme il a été décrit dans le chapitre sur la filtration

sur membrane (cf. section 2.2.3.1). La Figure 5-3 est un exemple de courbe pour une des filtrations qui montre l'évolution de t/V en fonction de V nécessaire au calcul de la résistance spécifique à l'écoulement par couche de cru. Le début de la courbe correspond à la montée initiale en pression qui requiert un certain déplacement du fluide pour atteindre la pression voulue (6 bar dans ce cas-ci). La deuxième section de la courbe correspond à la filtration à pression constante. Comme il est attendu, la pente est linéaire. Elle permet donc de calculer la résistance spécifique du cru :

$$\alpha = \frac{2 \cdot \Delta P \cdot A^2 \cdot \text{pente}}{\mu \cdot W} \quad 5.1$$

où α (m/kg) est la résistance spécifique de la couche de cru, ΔP (Pa) est la perte de charge, A (m²) est l'aire de filtration, μ (Pa·s) est la viscosité du filtrat et W (kg/m³) est la masse de cru sec par volume de filtrat.

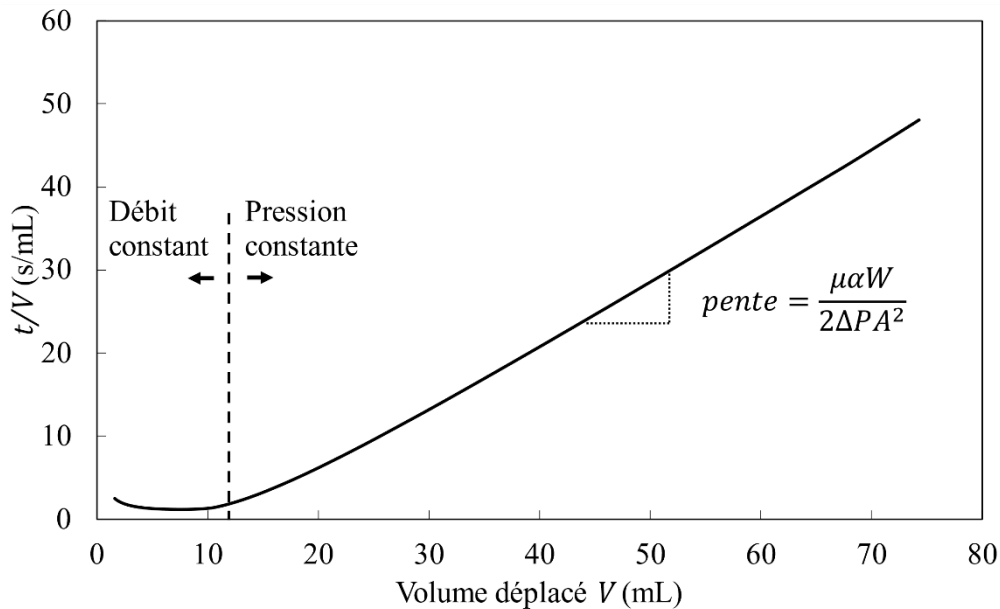


Figure 5-3 Exemple de courbe de filtration produite lors d'une fabrication d'un cru SiC avec une suspension chargée à 20% volumique de particules et à pression constante de 6 bar pendant 1 heure

Finalement, la perméabilité du cru peut également être calculée :

$$K_{cru} = \frac{1}{\alpha \cdot (1 - \varepsilon_{cru}) \cdot \rho_s} \quad 5.2$$

où K_{cru} (m²) est la perméabilité du cru, ε_{cru} (-) est la porosité du cru et ρ_s (kg/m³) est la masse volumique absolue du constituant du cru (qui correspond à 3217 kg/m³ pour le SiC).

Tous les paramètres calculés sont résumés dans le Tableau 5-2 en fonction de la concentration volumique de suspension s'il y a lieu. Un total de 27 essais (12 avec des suspensions SC20 et 15 avec des suspensions SC10) ont été utilisés pour déterminer les valeurs des paramètres.

Tableau 5-2 Coefficients mesurés et calculés pour le modèle de cinétique de croissance des crus SiC lors des filtrations à pression constante

Paramètres	Valeurs calculées	
	Concentration 10%	Concentration 20%
Viscosité du filtrat, μ (mPa·s)	$1,08 \pm 0,01$	$1,12 \pm 0,02$
Teneur massique de la suspension, s (kg/kg)	$0,265 \pm 0,005$	$0,448 \pm 0,008$
Masse de cru par volume de filtrat, W (kg/m ³)	$405,2 \pm 2,4$	$1067,8 \pm 13,4$
Coefficient d'humidité, m (-)	$1,300 \pm 0,013$	
Porosité du cru, ε_{cru} (-)	$0,504 \pm 0,021$	
Perméabilité du cru, K (m ²)	$1,600 \times 10^{-16} \pm 0,248 \times 10^{-16}$	

Les données peuvent ensuite être insérées dans le modèle itératif de Scola et al. (Scola, Podgorski, et al., 2019) (cf. section 2.3.2) en posant le taux volumique de fibres ainsi que la perte de charge induite par la préforme comme étant nuls puisqu'il n'y a pas de renfort. Les équations itératives suivantes sont donc obtenues :

$$q(t_i) = \frac{A \cdot \Delta P}{\left[\left(\frac{\mu \cdot z_s}{K_s} \right) + \left(\frac{\mu \cdot \Delta z(t_i)_{SiC}}{K_{SiC}} \right) \right]} \quad 5.3$$

$$V(t) = \sum_{i=0}^n q(t_i) \cdot \Delta t \quad 5.4$$

$$\Delta z(t)_{SiC} = \frac{V(t) \cdot W}{A \cdot (1 - \varepsilon) \cdot \rho_s} \quad 5.5$$

Les courbes du modèle ont donc été produites pour chaque combinaison de pression d'injection et concentration volumique de la suspension puis elles ont été comparées aux crus produits. Ces résultats sont présentés sur la Figure 5-4. Ils montrent que le modèle suit adéquatement les résultats expérimentaux. Cependant, comme il a été mentionné précédemment, certaines pièces à densifier

durant l'étude de cette thèse possèdent une épaisseur de l'ordre de 3 mm alors que les filtrations courtes de 5 minutes ont produit des crus dont l'épaisseur se situe entre 3,5 et 4 mm. Pour infiltrer une pièce à pression constante, il faut prévoir une montée en pression à débit faible qui durera quelques minutes. Or, les données expérimentales ainsi que le modèle indiquent qu'une portion significative de la filtration serait à débit constant en employant cette montée en pression lente. Quelques essais à débit constant ont donc été réalisés pour produire un modèle à débit constant.

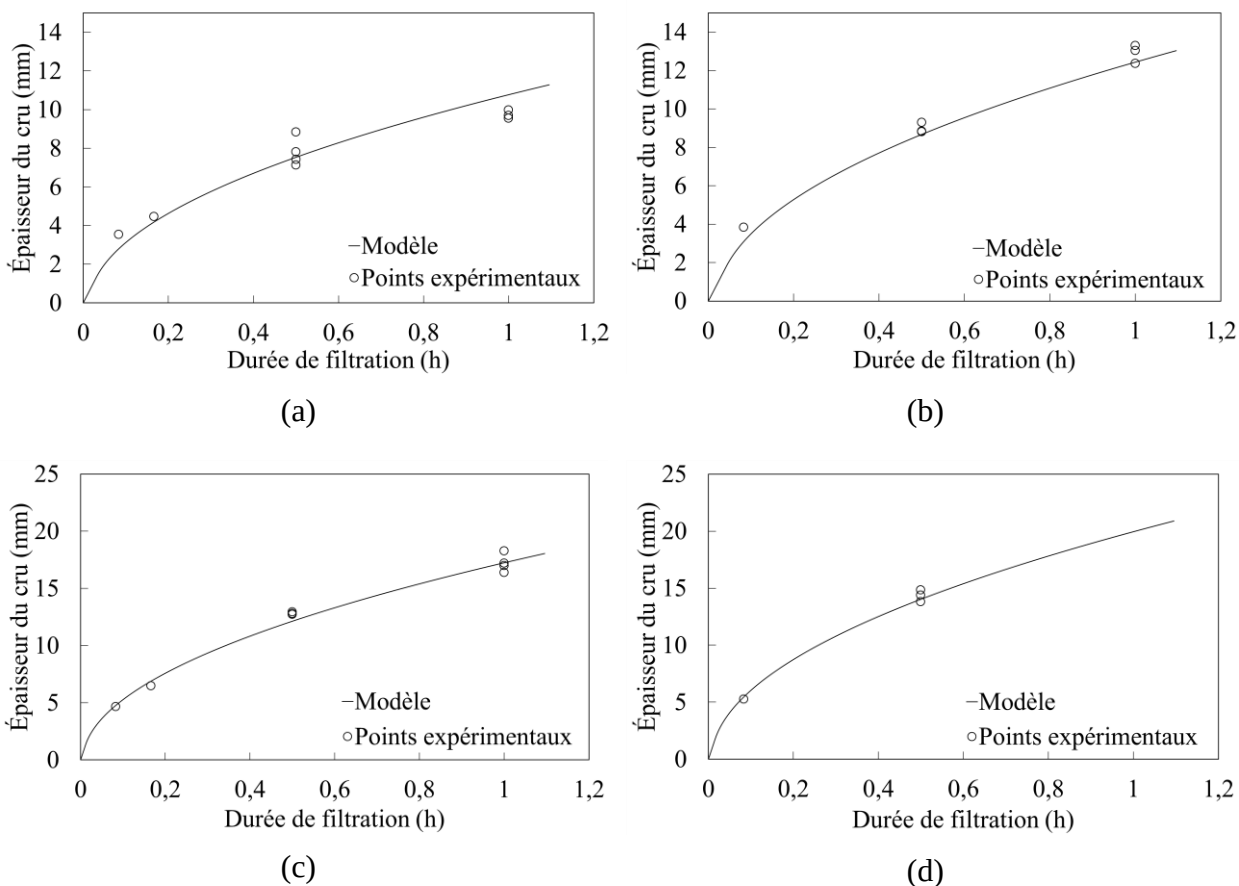


Figure 5-4 Cinétique de croissance de crus SiC en fonction de la concentration volumique de la suspension et de la pression induite au fluide (a) C10%-P4,5 bar (b) C10%-P6 bar (c) C20%-P4,5 bar et (d) C20%-P6 bar

Le cas à débit constant est généralement moins utilisé que celui à pression constante pour des raisons techniques. Les échelles de porosité dans des crus de particules de taille micronique ou submicronique sont très fines. Par conséquent, leur perméabilité est faible. Lors de l'application d'un débit constant sur le fluide chargé en particules, la pression augmente rapidement et le cru

issu de la filtration entraîne une forte résistance à l'écoulement du fluide porteur qui est directement proportionnelle à son épaisseur. La pression maximale d'un équipement de moulage peut être rapidement atteinte sans que la pièce ne soit totalement densifiée de matrice. En pratique, on peut donc utiliser un mode en débit constant jusqu'à l'atteinte d'une pression où le mode passe alors en pression constante. Pour cette raison, l'étude de filtration à débit constant a été menée avec la limite maximale de pression de la colonne de Darcy à 6 bar. Les autres facteurs ainsi que leurs modalités sont spécifiés dans le Tableau 5-3. Chaque combinaison de ces facteurs n'a été testée qu'une fois.

Tableau 5-3 Facteurs et modalités de l'étude de la cinétique de croissance de crus SiC à débit constant

Débit (mL/min)	Concentration (%vol)
1,4	10
4,3	20

Le modèle de croissance est beaucoup plus simple à débit constant. On peut reprendre le modèle à pression constante et remplacer l'Équation 5.3 du calcul de $q(t_i)$ par le débit d'injection qui est une constante. Il ne suffirait ensuite que d'utiliser les mêmes paramètres mesurés lors des injections à pression constante se trouvant dans le Tableau 5-2 puisque ce sont des propriétés physiques des crus qui devraient être constantes pour les deux modes de filtration. Cependant, dans le but de valider le modèle et de comparer les injections à débit constant à celles à pression constante, les propriétés physiques ont été re-calculées pour les injections à débit constant. Pour calculer la résistance spécifique du cru, il faut déterminer la pente de l'évolution de la pression en fonction de la durée de la filtration. Un exemple de cette courbe est fourni sur la Figure 5-5. L'équation pour le calcul de la résistance spécifique du cru est d'ailleurs légèrement différente :

$$\alpha = \frac{A^2 \cdot \text{pente}}{\mu \cdot W \cdot q^2} \quad 5.6$$

où les paramètres sont les mêmes que pour l'Équation 5.1 et q (mL/s) est le débit d'injection.

Les paramètres relatifs aux suspensions sont identiques à ceux présentés dans le Tableau 5-2, mais les coefficients mesurés avec les crus issus des injections à débit constant sont présentés dans le Tableau 5-4. Les écarts des valeurs entre les filtrations à pression constante et à débit constant sont très faibles à l'exception de la porosité du cru qui semble être plus élevée pour les filtrations à débit

constant. C'est la raison pour laquelle il y a très peu d'essais à débit constants qui ont été réalisés. Toutefois, cette observation est discutée davantage dans la section 5.2.

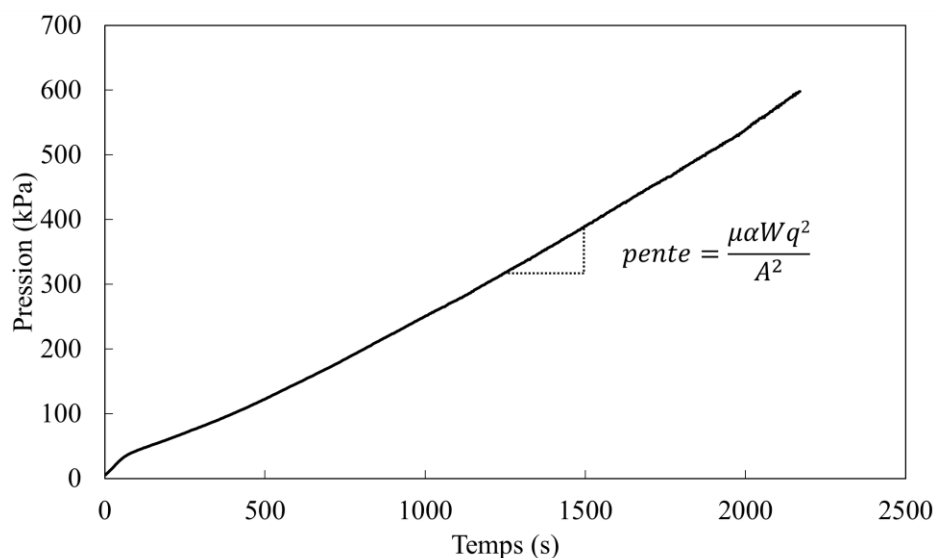


Figure 5-5 Exemple de courbe de filtration produite lors d'une fabrication d'un cru SiC avec une suspension chargée à 20% volumique de particules et à débit constant de 1,4 mL/min pendant 45 minutes

Tableau 5-4 Coefficients relatifs aux crus calculés pour le modèle de cinétique de croissance des crus SiC lors des filtrations à débit constant

Paramètres	Valeurs calculées
Coefficient d'humidité, m (-)	$1,350 \pm 0,006$
Porosité du cru, ε_{cru} (-)	$0,530 \pm 0,005$
Perméabilité du cru, K (m ²)	$1,537 \times 10^{-16} \pm 0,281 \times 10^{-16}$

Comme pour le cas à pression constante, ces valeurs ont donc servi à établir le modèle itératif à débit constant. Les résultats sont présentés sur la Figure 5-6. Bien qu'il y en ait très peu, les résultats des filtrations montrent une assez bonne cohérence entre les points expérimentaux et le modèle. Toutes les filtrations ont permis d'atteindre la limite supérieure de pression à 6 bar à l'exception du cas (a) C10%-D1,4 mL/min où une pression de 3 bar a été atteinte avant d'arrêter l'essai.

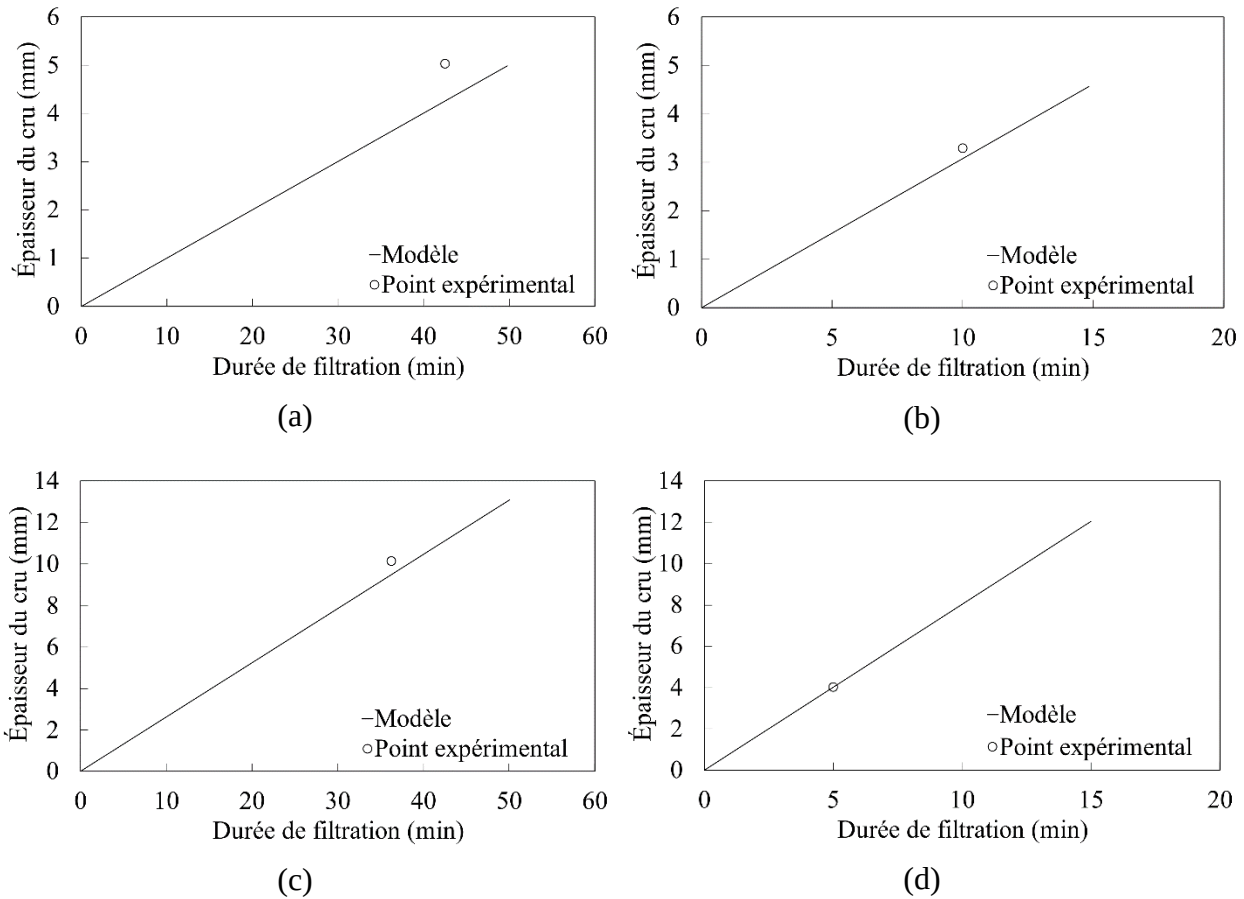


Figure 5-6 Cinétique de croissance de crus SiC en fonction de la concentration volumique de la suspension et du débit d'injection. (a) C10%-D1,4 mL/min (b) C10%-D4,3 mL/min (c) C20%-D1,4 mL/min et (d) C20%-D4,3 mL/min

Il est également possible de prédire l'évolution de la pression dans le temps :

$$P = \frac{\mu \cdot \Delta z(t)_{sic} \cdot q}{K_{cru} \cdot A} \quad 5.7$$

où les paramètres sont les mêmes que ceux présentés précédemment.

La Figure 5-7 présente les courbes de montée en pression en comparaison avec le modèle produit à l'aide de l'Équation 5.7 et des nouveaux paramètres calculés. Les résultats expérimentaux montrent une conformité acceptable avec le modèle avec un écart maximal de d'environ 15%. On remarque que les courbes expérimentales possèdent une allure légèrement exponentielle (ou parabolique) alors qu'elles devraient être droites en théorie. Ce phénomène pourrait

possiblement être expliqué par une migration des particules plus fines au sein du cru déjà formé. Normalement, les hypothèses de la filtration sur membrane sont que l'on considère un cru qui se construit couche par couche, c'est-à-dire que les particules se déposent sur le cru sans y pénétrer. En réalité, les particules plus fines pourraient se diffuser dans la porosité du cru créée par l'empilement de plus grosses particules (et possiblement se concentrer plus près de la surface filtrante du côté opposé à celui de l'injection). Les particules fines pourraient ainsi créer des blocages en se logeant dans les interstices se trouvant entre les grosses particules. Ces blocages entraîneraient une légère diminution de la perméabilité globale du cru. Il est toutefois à noter que des mécanismes de blocage significatifs affecteraient théoriquement les courbes de filtration de manière prononcée (Iritani & Katagiri, 2016). Or, ce n'est pas le cas des courbes qui sont montrées sur la Figure 5-7 pour ces courtes filtrations. D'ailleurs, le domaine à pression cible des courbes de filtration à pression constante est parfaitement linéaire (cf. Figure 5-3) et le mode d'injection ne devrait pas influencer les mécanismes de filtration des crus. Il est donc possible d'affirmer que la filtration sur membrane est le mécanisme qui domine largement ces filtrations. On peut également observer un changement de pente en tout début de filtration pour les courbes de la Figure 5-7. Ce phénomène peut être expliqué par le fait qu'une pression d'intrusion doit être atteinte pour que le fluide porteur puisse vaincre les forces d'adsorption et commencer à pénétrer le filtre. Cette pression d'intrusion est estimée à 24-55 kPa selon le fabricant (cf. section 4.4), ce qui correspond bien à la gamme de pression où le changement de pente se produit.

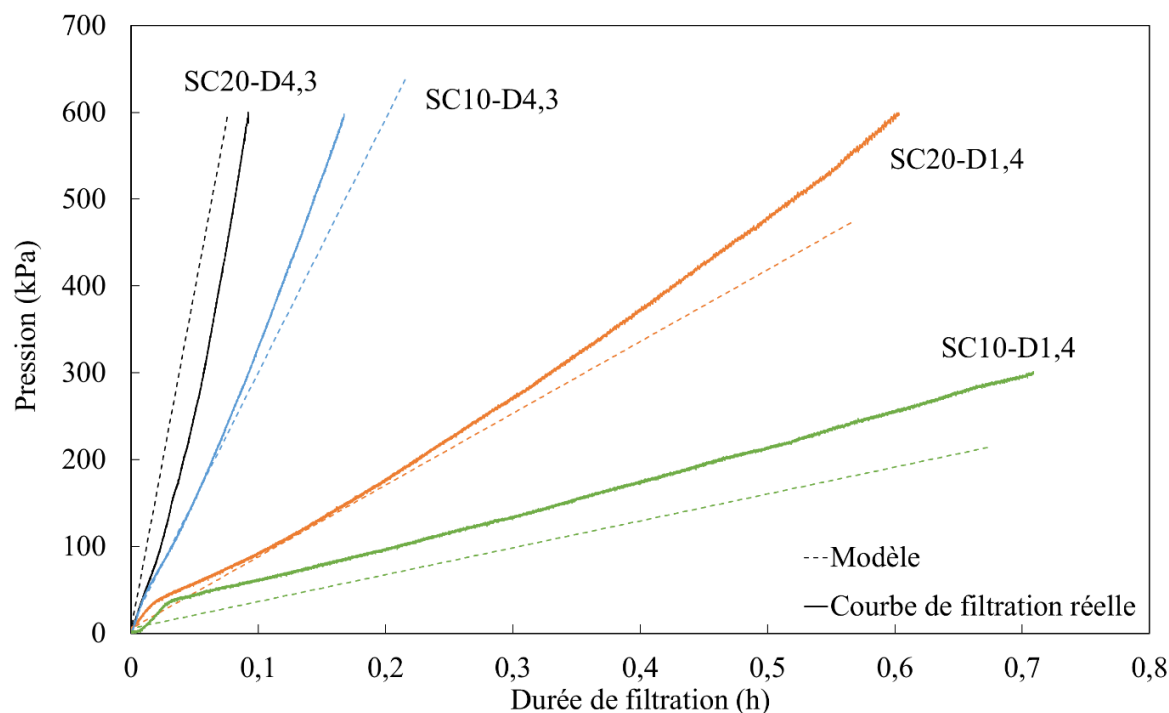


Figure 5-7 Comparaisons des courbes de montée en pression à débit constant (mL/min) avec le modèle numérique

5.2 Analyse de la porosité des crus SiC

Pour déterminer les valeurs des paramètres physiques des modèles de cinétique de croissance des crus SiC, les données des Tableaux 5-2 et 5-4, les moyennes de tous les crus SiC produits par les injections à pression constante et à débit constant ont été utilisées respectivement. Cependant, la porosité a été plus finement analysée puisque leurs valeurs étaient curieusement différentes entre les deux modes de filtration. Avec ces données, une analyse de la variance (ANOVA) des effets principaux selon un facteur de confiance de Student de 95% a été effectuée en fonction des trois facteurs de cette étude de la cinétique de filtration pour déterminer s'ils avaient une influence significative au premier ordre. Les résultats sont présentés sommairement sur la Figure 5-8. Selon cette analyse statistique de Student, on souligne que la concentration de la suspension ainsi que la durée de l'injection ont un impact significatif sur la porosité résultante du cru (en rouge), mais pas la pression d'injection. En effet, en ce qui concerne la concentration de la suspension, il semble que le taux d'empilement est légèrement plus élevé à 20% qu'à 10% puisque leur taux de porosité moyen était de $49,6 \pm 1,1\%$ et $51,2 \pm 1,0\%$ respectivement. Pour la durée, il semble que les temps

d'injection plus longs (30 minutes et 60 minutes) présentent des taux de porosité plus faibles ($50,0 \pm 1,0\%$ et $49,6 \pm 1,1\%$ respectivement) que les temps d'injection plus courts de 5 minutes et 10 minutes (où les taux de porosité sont de $52,9 \pm 1,8\%$ et $52,5 \pm 2,5\%$ respectivement). D'ailleurs, la variabilité des données de filtrations de courte durée est expliquée par le fait que très peu de crus ont été produits selon ces configurations. Pour le cas des injections de 10 minutes spécifiquement, seulement 2 crus ont été produits. Cela explique les écarts particulièrement élevés montrés sur la Figure 5-8.

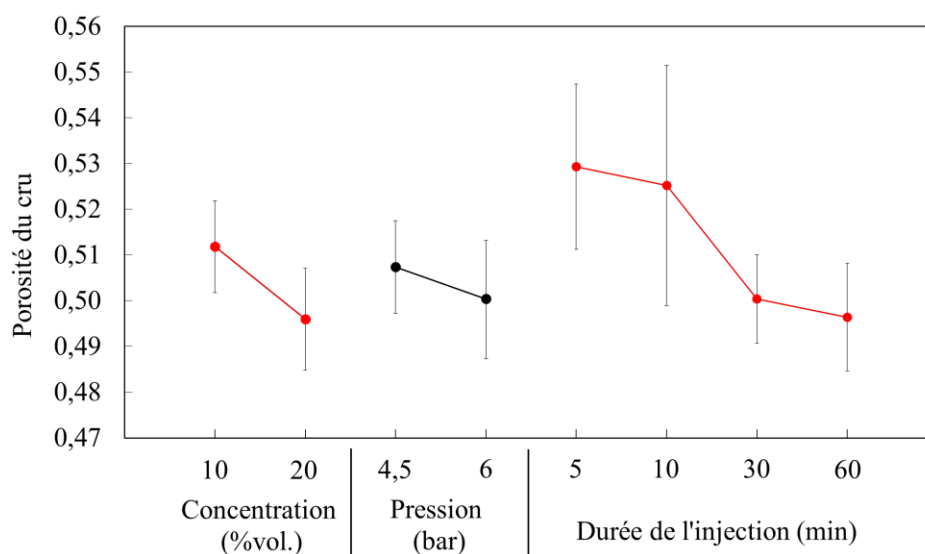


Figure 5-8 Analyse de la variance de la porosité en fonction des modalités de l'étude sur la cinétique de filtration des crus SiC. Les points en rouge montrent des variances significativement différentes avec une confiance de 95% alors que les points en noir ne le sont pas

À première vue, il est difficile d'identifier ce qui pourrait en être la cause, mais ces facteurs sont en réalité sous-jacents à un autre facteur : l'épaisseur du cru. Sur la Figure 5-9, les points expérimentaux de filtration ont été placés sur un graphique de leur épaisseur en fonction de leur porosité. Une régression linéaire a été effectuée avec des intervalles de confiance à 95%. Bien que le coefficient de détermination linéaire R^2 du modèle linéaire soit faible (0,5544) et que plusieurs points se trouvent en dehors des intervalles de confiance, on peut tout de même distinguer deux groupes de données : les crus à forte épaisseur (groupe 1) et les crus à faible épaisseur (groupe 2). On remarque bien que le groupe à forte épaisseur se retrouve dans la zone de plus faible porosité et que le groupe à faible épaisseur se trouve dans la zone de porosité plus élevée. Bien sûr, il se trouve également que les facteurs de concentration de la suspension, de pression et de durée de la

filtration influencent l'épaisseur des crus comme il a été montré précédemment sur la Figure 5-4. Lorsqu'on augmente ces facteurs, l'épaisseur du cru résultant augmente également, d'où le fait qu'une forte concentration de la suspension ainsi qu'une longue durée d'injection présentent des taux de porosité plus faibles. C'est également la raison qui pourrait expliquer le fait que les crus produits à débit constant possédaient une porosité moyenne ($53,0 \pm 0,5\%$) plus élevée que celle des crus produits à pression constante ($50,3 \pm 2,1\%$). En effet, l'épaisseur des crus produits par les filtrations à débit constant était beaucoup plus faible en moyenne que celle issue des filtrations à pression constante. En ce qui concerne l'effet de la pression d'injection, il est probable que ce facteur ne soit pas significatif puisque les modalités sont proches l'une de l'autre. Les écarts d'épaisseur des échantillons produits aux différentes pressions étaient tout simplement plus faibles que les écarts pour les facteurs de la concentration de la suspension et la durée de l'injection.

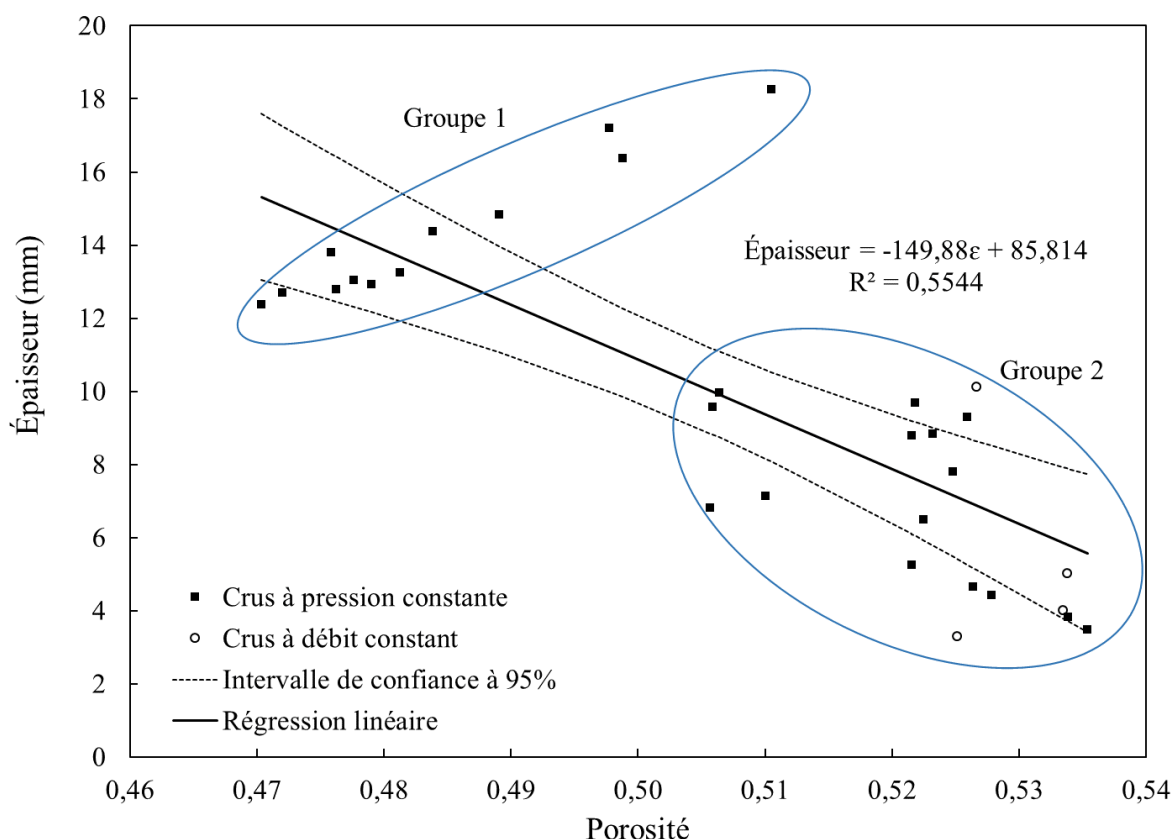


Figure 5-9 Régression linéaire de l'épaisseur des crus SiC issus des injections à pression constante et à débit constant en fonction de leur porosité avec des intervalles de confiance à 95%

Quelques hypothèses peuvent être discutées pour expliquer les mécanismes physiques en lien avec ce résultat. On peut tout d'abord soulever la migration de particules fines comme il a été déjà mentionné en présentant les courbes de filtration à débit constant (cf. section 5.1). Or, si les particules restent dans le cru lors de la filtration, la mesure de la porosité globale du cru ne devrait normalement pas être affectée par la migration de particules fines puisqu'elles restent dans le cru. On peut également observer que l'épaisseur n'affecte pas la perméabilité du cru comme le montre la Figure 5-10. Or, si les mécanismes de blocage se produisaient en raison de la migration de particules fines, on observerait possiblement une diminution de la perméabilité progressivement au cours de la filtration. Scola et al. (Scola, Podgorski, et al., 2019) avaient d'ailleurs obtenu des résultats similaires où les crus qui avaient été produits avec des temps de filtration plus courts (et donc qui possédaient des épaisseurs plus faibles) présentaient des perméabilités plus faibles et des taux de porosité relativement constants. Ils avaient soulevé la possibilité qu'il y ait des blocages causés par la migration de particules fines pour expliquer ce phénomène.

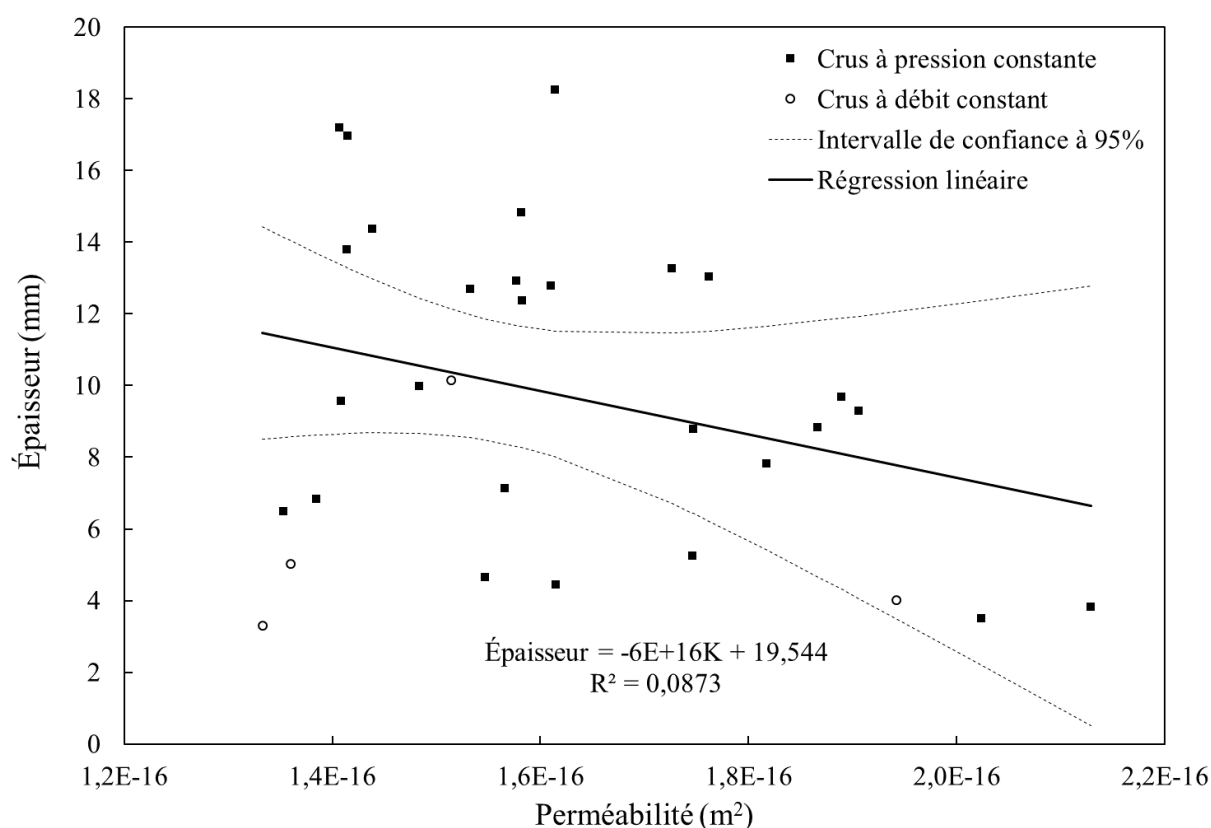


Figure 5-10 Régression linéaire de l'épaisseur des crus SiC issus des injections à pression constante et à débit constant en fonction de leur perméabilité avec des intervalles de confiance à 95%

La compressibilité du cru a également été explorée. On parle généralement de compressibilité du cru lorsque la porosité de celui-ci diminue en accroissant la pression de filtration. Elle est également accompagnée d'une augmentation de la résistance spécifique moyenne à l'écoulement du cru puisque la diminution de la porosité est une conséquence de la diminution de la taille des pores (par compression ou réorganisation des particules), ce qui a pour effet d'augmenter les « entraves » lors de l'écoulement du fluide dans cette porosité. Physiquement, une compression hydraulique est appliquée sur les particules du cru de manière croissante en se rapprochant de la couche directement en contact avec le filtre (Leclerc, 1997; Ripperger et al., 2013). Cette compression est due aux forces de frottement du fluide sur les particules lorsqu'il est entraîné dans la porosité du cru. Progressivement, la pression dans le fluide diminue au fur et à mesure qu'il traverse le cru. Les forces de frottement entraînent une poussée sur les particules globalement dans le sens de la filtration. La poussée est alors additionnée pour chaque couche de cru traversée par le fluide.

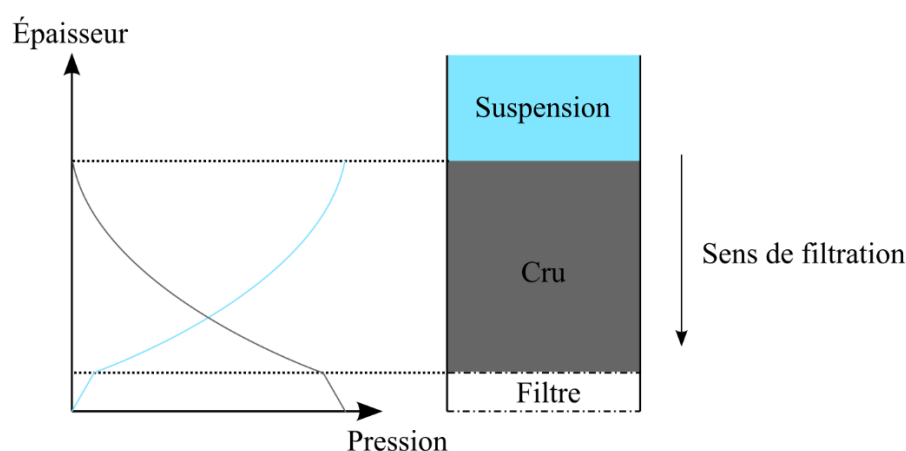


Figure 5-11 Profils théoriques de pression appliquée sur le fluide (en bleu) et sur les particules du cru (en gris) lors d'une filtration sur membrane compressible

La compressibilité d'un cru peut provenir du fait que les particules elles-mêmes soient compressibles, mais ce n'est pas le cas avec les matériaux céramiques très rigides utilisés ici dans les gammes de pression employées. Dans d'autres cas, la compressibilité du cru peut provenir d'un réarrangement des particules déposées durant la filtration, par exemple, si des agglomérats de particules sont brisés par des pressions plus ou moins élevées. Lorsque ces agglomérats se brisent, le réarrangement de plus petites particules entre les grosses particules cause l'augmentation de la résistance. Comme les forces de compression hydraulique sur les particules ne sont pas constantes

dans l'épaisseur cru, le réarrangement des particules ne l'est pas non plus. Les propriétés du cru, telles que sa porosité, sa résistance et sa perméabilité ne sont donc pas homogènes dans son épaisseur. Le profil de variation de ces caractéristiques dépend fortement du niveau de compressibilité du cru, mais, en pratique, on se sert plutôt de valeurs moyennes déterminées expérimentalement pour les utiliser dans le modèle classique de filtration. Bien sûr, cela implique qu'il faut connaître les propriétés moyennes du cru pour chaque configuration de pression. Or, il a déjà été montré sur la Figure 5-8 que les valeurs de pression n'ont pas un impact significatif sur la porosité des crus SiC à l'étude. De plus, en calculant les moyennes des perméabilités mesurées lors des filtrations, on remarque que les crus produits à plus haute pression (6 bar) présentaient une perméabilité marginalement supérieure à celle des crus produits à pression moyenne (4,5 bar). Bien que la différence entre les deux valeurs ne soit pas significative, on devrait observer l'inverse, c'est-à-dire une perméabilité plus faible pour des crus fabriqués à de plus hautes pressions, si les crus étaient compressibles. Pour ces raisons, on peut confirmer que les crus SiC sont tout à fait incompressibles.

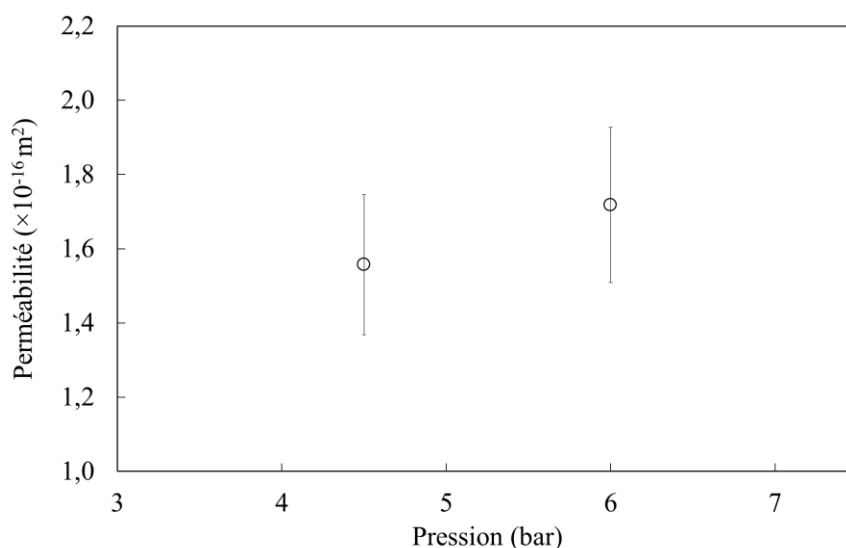


Figure 5-12 Moyennes de perméabilité des crus SiC fabriqués par filtration à pression constante en fonction de leur pression cible respectivement

L'exploration de ces différentes hypothèses n'a pas permis de déterminer la raison pour laquelle la porosité possède une *tendance* à être fonction de l'épaisseur. D'autres conjectures pourraient être discutées, par exemple le fait que certaines particules puissent pénétrer le filtre durant l'amorce de la filtration. En effet, les pores du filtre utilisé sont de 3 à 7 fois plus grands que les particules. De

plus, le filtrat en sortie de la colonne de Darcy possédait une couleur grisâtre alors qu'il devait en théorie être clair et incolore puisque le fluide porteur est constitué majoritairement d'eau. Malgré ces observations, des mesures de densité et de viscosité sur le filtrat ont montré qu'il ne contenait que très peu de particules puisque ces propriétés physiques étaient similaires (légèrement supérieures en raison du liant organique) à celles de l'eau. Il serait donc possible de supposer que les particules fines puissent traverser le filtre ou s'y loger en début de filtration jusqu'à ce que ce dernier se sature. Si ce sont réellement les particules plus fines qui se transportent au-delà du cru lui-même, alors les crus à faible épaisseur seraient plus poreux à proximité de la surface en contact avec le filtre que les crus à forte épaisseur. Or, les mesures de porosité effectuées sur les crus SiC étaient plutôt des mesures globales de densité apparente. Pour obtenir les informations nécessaires à l'étude de cette hypothèse, des mesures de porosité par PHg et des observations au MEB sur les crus auraient été pertinentes afin de comparer des distributions de taille de pore et des taux d'empilement. D'ailleurs, une étude granulométrique du filtrat aurait également permis de vérifier la taille des particules présentes dans ce dernier. Cependant, ces mesures n'ont pas été réalisées puisque les variations de propriétés entre chaque cru sont plutôt faibles d'un point de vue macroscopique. Elles ne sont donc pas critiques pour les travaux de modélisation qui suivront.

5.3 Validation du modèle de croissance des crus Al_2O_3

Comme Scola (Scola, 2018) a amplement étudié la cinétique de croissance des crus d'alumine sans préforme fibreuse au cours de ses travaux et que sa recette de préparation des suspensions ainsi que ses constituants sont les mêmes que ceux utilisés pour les travaux de cette thèse (cf. section 4.3.2), le modèle de cinétique de filtration devrait être identique dans les deux cas. Cependant, puisque les équipements utilisés dans les deux thèses étaient différents, le fait de réaliser quelques essais de validation demeure prudent et permet de valider la colonne de Darcy. Comme la méthode est identique à celle utilisée pour l'étude de la cinétique de croissance des crus SiC (cf. section 5.1), l'accent de cette section est surtout porté sur les résultats.

Dans ce cas-ci, les filtrations de crus d'alumine ont toutes été à pression constante. Un total de 8 configurations de modalités ont été testées avec une seule pression (6 bar), les trois concentrations de particules des suspensions de l'étude (3%, 18% et 33% volumique) et trois durées de filtration pour B33 et B18 puis deux durées pour B03. Ces modalités sont résumées dans le Tableau 5-5. Les durées de filtration sont différentes pour chaque concentration afin d'obtenir des crus dont les

épaisseurs seraient dans les mêmes ordres de grandeur, ce qui n'aurait probablement pas été le cas en utilisant des durées de filtration identiques pour chaque concentration. La suspension B33 est 11 fois plus chargée que la suspension B03 et, selon le modèle produit dans les travaux de Scola, on peut s'attendre à ce que la B33 ait une cinétique de filtration beaucoup plus rapide que la B03. Malgré le choix d'utiliser des temps de filtration différents pour chaque concentration, il aurait été préférable d'augmenter davantage les temps de filtration pour la B03, mais le volume maximal que la colonne de Darcy est en mesure de déplacer constituait la limite pratique du temps d'injection pour ces suspensions. À l'inverse, il n'y a que deux durées de filtration pour cette même suspension, car des temps plus courts produiraient des crus trop minces pour que les caractérisations soient précises. Des exemples de ces crus sont présentés sur la Figure 5-13.

Tableau 5-5 Facteurs et modalités de l'étude de la cinétique de croissance de crus Al_2O_3 à pression constante

Pression (bar)	Concentration (%vol.)	Temps de filtration (min)
6	3	90
		150
	18	60
		90
		120
	33	30
		60
		90

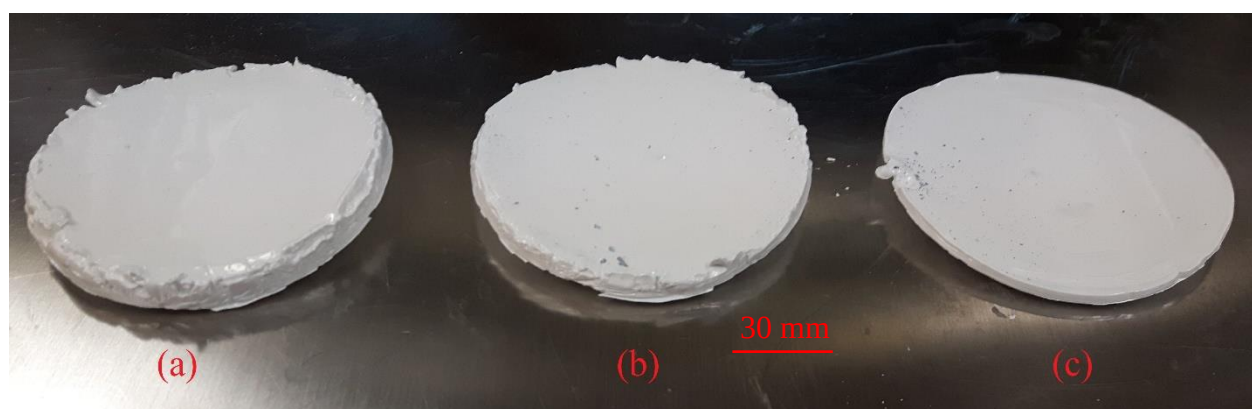


Figure 5-13 Crus d'alumine selon la concentration de la suspension en fraction volumique de particules, la pression d'injection (bar) et la durée de la filtration (minutes). (a) C33%-P6-90 min, (b) C18%-P6-90 min, (c) C3%-P6-90 min

De la même façon que pour les crus SiC, les propriétés physiques des crus Al_2O_3 présentées dans le Tableau 5-6 ont été calculées à l'aide de leurs volumes, leurs masses et leurs courbes de filtration. Très peu de crus Al_2O_3 ont été produits puisqu'ils avaient été étudiés amplement au cours des projets de recherche dans les dernières années à l'École Polytechnique de Montréal. Ces données servaient plutôt de confirmation pour la nouvelle colonne de Darcy.

Tableau 5-6 Coefficients mesurés et calculés pour le modèle de cinétique de croissance des crus Al_2O_3 lors des filtrations à pression constante

Paramètres	Valeurs calculées		
	Concentration 3%	Concentration 18%	Concentration 33%
Viscosité du filtrat, μ (mPa·s)	$1,01 \pm 0,01$	$1,29 \pm 0,03$	$2,15 \pm 0,10$
Teneur massique de la suspension, s (kg/kg)	$0,107 \pm 0,003$	$0,448 \pm 0,008$	$0,633 \pm 0,012$
Masse de cru par volume de filtrat, W (kg/m ³)	$122,1 \pm 0,5$	$932,2 \pm 1,0$	$2384,4 \pm 9,7$
Coefficient d'humidité, m (-)	$1,160 \pm 0,020$		
Porosité du cru, ε_{cru} (-)	$0,383 \pm 0,003$		
Perméabilité du cru, K (m ²)	$1,503 \times 10^{-17} \pm 0,133 \times 10^{-17}$		

*La densité de l'alumine ρ_s utilisée pour les calculs était de 3987 kg/m³

Les courbes du modèle itératif ont donc été produites à l'aide de ces paramètres pour chaque valeur de concentration des suspensions puis comparées aux valeurs expérimentales. Les résultats sont présentés sur la Figure 5-14. Ces derniers suivent très bien le modèle notamment puisque les écarts entre les valeurs maximales et minimales de chaque paramètre sont relativement faibles. En comparaison avec les résultats de Scola et al. (Scola, Podgorski, et al., 2019), la majorité des valeurs moyennes des paramètres calculées avec ces crus y sont identiques. Cependant, les perméabilités moyennes des crus sont plutôt différentes. Selon Scola et al., les crus d'alumine possèdent une perméabilité moyenne de $1,002 \times 10^{-17} \text{ m}^2$ alors que selon les filtrations présentées dans cette section, on trouve une perméabilité moyenne de $1,503 \times 10^{-17} \text{ m}^2$. Considérant que les mêmes matériaux (poudre d'alumine, composants des suspensions, filtres) ont été utilisés dans les deux études, peu de conjectures peuvent être soulevées pour expliquer ce constat à l'exception des équipements employés et de leur opération. Des fuites, un contrôle inadéquat des moteurs ou des prises de donnée imprécises, etc. sont des causes potentielles de ces écarts. Néanmoins, les données du Tableau 5-6 sont celles qui ont été retenues pour la suite des travaux de modélisation puisque

l'ensemble des crus et des composites fabriqués dans les travaux de cette thèse ont été produits à l'aide de la nouvelle colonne de Darcy.

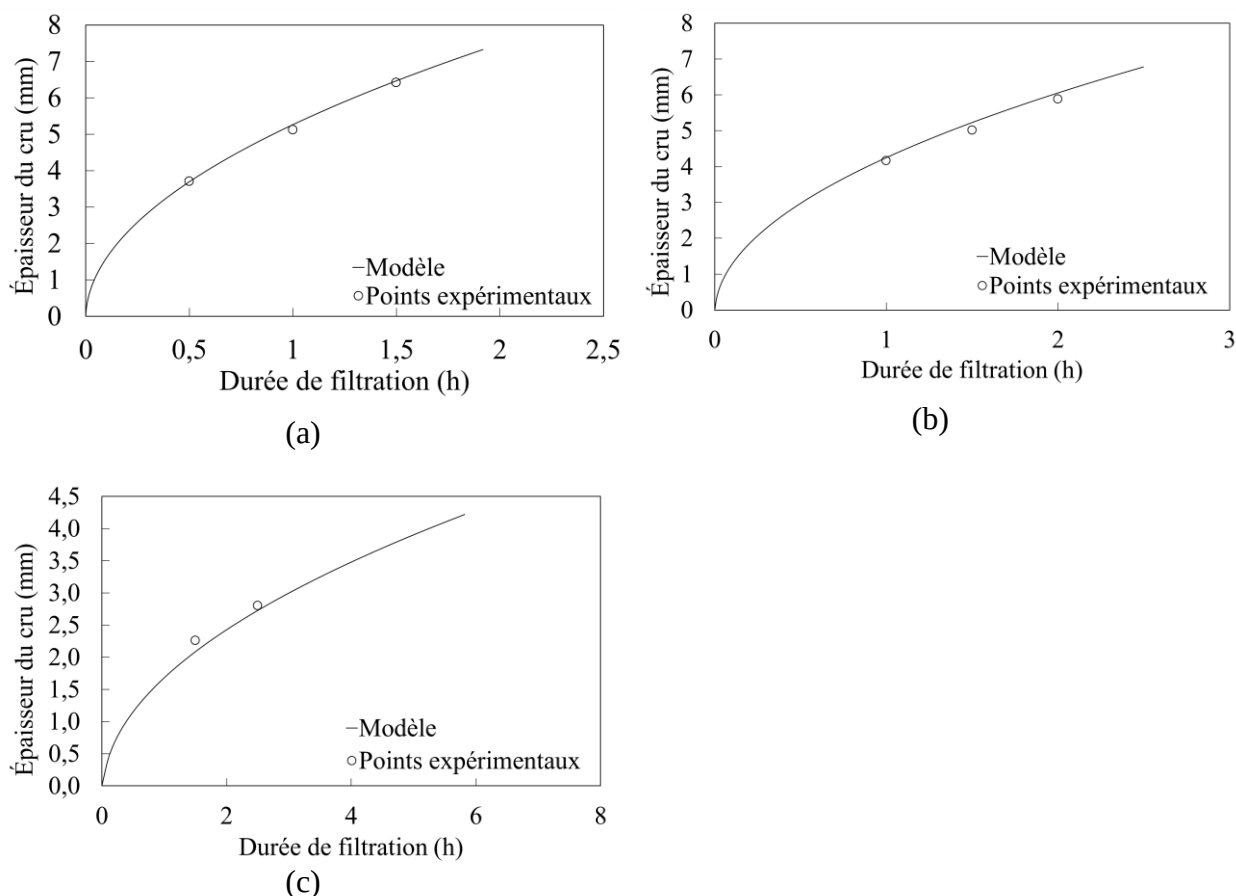


Figure 5-14 Cinétique de croissance de crus Al_2O_3 en fonction de la concentration volumique de la suspension et de la pression induite au fluide (a) C33%-P6 bar (b) C18%-P6 bar et (c) C3%-P6 bar

5.4 Conclusion

L'objectif de ce chapitre était d'étudier la cinétique de croissance de crus en carbure de silicium ainsi qu'en alumine dans des conditions de filtration des suspensions particulières à pression constante (crus SiC et Al_2O_3) et à débit constant (crus SiC). Une série d'essais a donc été menée sur ces deux types de matériaux selon les trois facteurs les plus importants pour une filtration sur membrane typique : la pression d'injection (ou le débit), la concentration en particules dans la suspension et la durée de la filtration. Ces essais ont permis de calculer les paramètres nécessaires servant à produire les modèles itératifs de croissance de cru.

Dans le cas des crus SiC, les essais à pression constante ont permis de constater que la cinétique de croissance était très rapide pour la fabrication potentielle de CMC. En effet, les pièces de composite devant être produites subséquemment possédaient des épaisseurs plutôt faibles, de sorte que la majorité de l'injection s'effectuerait à débit constant lors de la montée en pression dans des conditions typiques de fabrication. À la suite de ce constat, quelques filtrations à débit constant ont été réalisées. Les paramètres du modèle itératif de croissance étaient sensiblement identiques entre les deux modes de filtration, soit à pression constante ou à débit constant. Toutefois, une tendance où la porosité semble être une fonction de l'épaisseur du cru a été soulevée à partir d'analyses de variance. Après l'étude de quelques possibilités pour expliquer ce phénomène, celle qui semble la plus plausible, sans avoir été testée, est le passage des particules fines de la suspension entre les grosses pour se loger par la suite dans le filtre ou pour le traverser complètement. Les écarts de porosité entre les différentes épaisseurs, bien que significativement différentes selon un test F, sont assez proches les uns des autres d'un point de vue macroscopique. Pour cette raison, les analyses de cette tendance n'ont pas été poussées au-delà des hypothèses discutées.

Pour les crus Al_2O_3 , seulement des essais à pression constante ont été réalisés. Puisque Scola et al. (Scola, Podgorski, et al., 2019) avait amplement étudié la cinétique de croissance de ce type de cru avec une colonne de Darcy très similaire à celle utilisée pour les travaux de cette thèse, peu d'essais ont été réalisés. La majorité des paramètres et propriétés physiques des suspensions et des crus d'alumine déterminés à l'aide de ces filtrations étaient identiques à ceux qu'obtenait Scola et al. à l'exception de la perméabilité des crus où un écart d'environ 50% pouvait être observé entre les deux études. L'utilisation d'équipements différents en est fort probablement responsable, mais la cause exacte reste inconnue. Puisque l'équipement utilisé pour toutes les filtrations à l'étude de cette thèse est la nouvelle colonne de Darcy, ce sont les paramètres de cette étude qui sont conservés pour la suite des travaux.

En pratique, il est très rare que des crus se forment de façon purement incompressible puisque des réarrangements de particules composant le cru peuvent se produire au courant de la filtration. Les résultats des crus produits expérimentalement montrent une faible tendance qui s'apparente à un caractère de compressibilité, mais c'est probablement plutôt un effet de passage des particules fines. Cet effet est cependant suffisamment faible pour considérer que les crus respectent bien les hypothèses d'un modèle de filtration sur membrane incompressible. Le modèle itératif de croissance des crus est donc validé.

CHAPITRE 6 ÉTUDE PHÉNOMÉNOLOGIQUE DE L'INFILTRATION DES PARTICULES LORS DE FABRICATION D'UN COMPOSITE

Maintenant que les filtrations des particules SiC et Al_2O_3 ont été étudiées et que la cinétique de croissance des crus a été validée, les suspensions peuvent être utilisées afin de densifier les préformes céramiques pour former des composites SiC/SiC et $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$. L'étape de densification de la préforme consiste à effectuer une filtration sur membrane pour que les particules qui composeront la matrice du composite puissent s'infiltrer entre les torons et les fibres d'une texture fibreuse. Cette étape est l'une des plus importantes puisqu'elle conditionne la santé matière du composite, c'est-à-dire son remplissage en particules. Or, la texture fibreuse entrave l'écoulement des fluides et des particules (elle agit en quelques sortes comme un filtre), ce qui peut entraîner des empilements irréguliers de celles-ci pour ensuite créer des défauts tels que les mésopores et les macropores que l'on cherche à minimiser. Ces phénomènes étant mal compris, il est compliqué de produire des pièces de santé matière acceptable dans un contexte industriel. Pour mieux les comprendre, des plans d'expériences ont été réalisés en variant des caractéristiques des matériaux primaires (renforts et suspensions) ainsi que des paramètres d'injection dans le but de tester et d'observer leurs effets sur l'infiltration. L'objectif de ce chapitre est donc de présenter et analyser les résultats de ces plans d'expériences pour tenter d'expliquer les mécanismes d'infiltration.

Les facteurs affectant l'infiltration de particules dans une préforme fibreuse sont divers. Comme il a été présenté dans la section 2.2.4, plusieurs caractéristiques des textures fibreuses, des suspensions et des conditions d'injection de ces suspensions interviennent dans les mécanismes d'écoulement de particules. Pour n'en énumérer que quelques-uns, on peut soulever le type de tissage de la préforme, la taille et la forme des fibres, des torons et des particules, la géométrie de la pièce à densifier, la stratégie d'injection (position des points d'injection de la suspension et des filtres), etc. De plus, les facteurs peuvent interagir entre eux de sorte qu'un ensemble de deux facteurs ou plus puisse présenter un effet différent de celui des facteurs seuls. Il ne serait donc pas possible d'évaluer des dizaines d'effets dans un même plan d'expériences puisqu'il serait trop volumineux. Pour cette raison, seuls les facteurs jugés comme étant les plus pertinents ont été choisis, c'est-à-dire ceux qui, d'une part, auraient un potentiel d'influencer les écoulements de

particules et, d'autre part, qui peuvent être facilement modulables en fonction des contraintes de mise en œuvre des composites.

Bien que l'intérêt final du projet soit d'être en mesure de fabriquer des pièces typiques de moteur d'avion présentant une santé matière adéquate, il est nécessaire de comprendre tout d'abord les mécanismes d'infiltration sur un système plus simple à analyser. En effet, l'utilisation de textures de géométrie complexe amènerait des contraintes difficiles à discrétiser comme les stratégies d'injection (qui peuvent être infinies en théorie) ou l'hétérogénéité dans la porosité de la préforme qui dépendrait d'ailleurs de la géométrie de la pièce. Dans ce contexte, une pyramide des essais a été construite pour cadrer les activités dans un ordre chronologique rationnellement. Elle est montrée sur la Figure 6-1. Tout d'abord, il y a les travaux de cette thèse qui s'intéresse à la compréhension des mécanismes d'infiltration 3D sur des objets simples. Pour ces travaux, des préformes en forme de disque ont été choisies pour être densifiées à l'aide de la colonne de Darcy. Cette dernière permettait de produire un écoulement de la suspension uniquement dans le sens transverse de la préforme. Ensuite, il y a les travaux de maîtrise de Saada (Saada, 2022) et de Leleu (Leleu, 2022) qui s'intéressent à la compréhension des effets de forme des pièces sur l'infiltration. Lors de ces essais, l'infiltration est plutôt en 2D et en 3D. Finalement, il y a les travaux subséquents de Saada et de Leleu qui concernent la fabrication de pièces réelles en utilisant les connaissances qui ont été acquises au courant du projet.

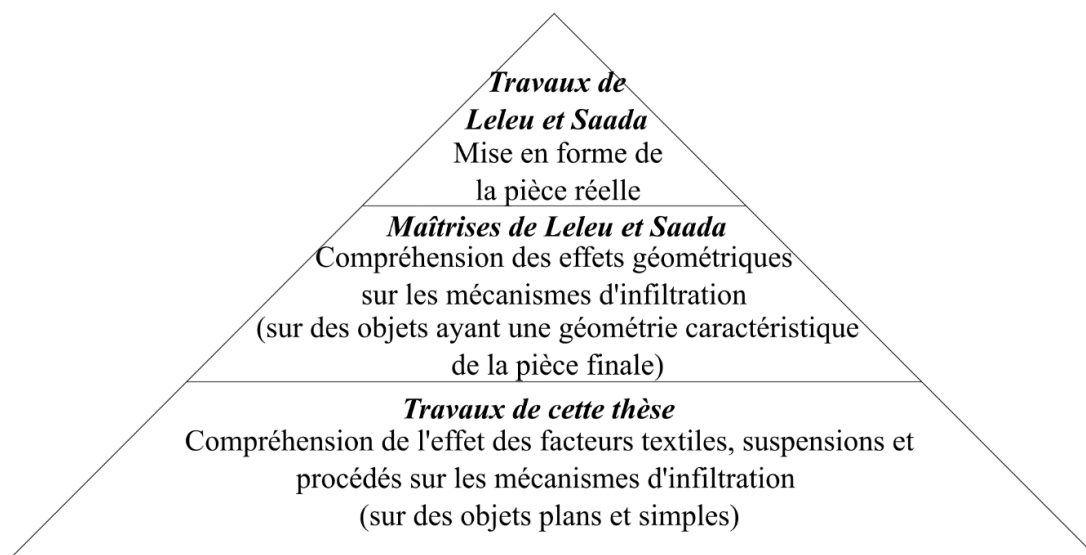


Figure 6-1 Pyramide des essais du projet en ordre chronologique : Travaux de cette thèse, travaux de maîtrise de Saada et de Leleu, travaux subséquents de Saada et de Leleu

Dans ce chapitre, les facteurs choisis pour la réalisation des plans d'expériences ainsi que leurs modalités seront tout d'abord expliqués et discutés. Ensuite, les plans d'expériences seront brièvement présentés pour entreprendre une analyse de l'effet des facteurs. Finalement, la majorité des exemples typiques observables permettant de décrire la santé matière des pièces seront résumés selon diverses méthodes de caractérisation.

6.1 Les facteurs à l'étude et leurs modalités

Les facteurs des plans d'expériences de cette étude peuvent être divisés en trois catégories : les facteurs textiles, les facteurs suspensions et les facteurs procédés. Comme leurs noms l'indiquent, les facteurs textiles et les facteurs suspensions représentent les caractéristiques des textures fibreuses et des suspensions particulières respectivement. Quant aux facteurs procédés, ils correspondent essentiellement aux paramètres d'opération de la colonne de Darcy. Les seuls facteurs procédés retenus pour l'étude sont la pression (pour les CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$) et le débit d'injection (pour les CMC SiC/SiC). Tous les facteurs à l'étude et leurs modalités sont variables en fonction des CMC à fabriquer puisque les préformes et les suspensions SiC et Al_2O_3 présentent des caractéristiques distinctes. Ils sont résumés dans les Tableaux 6-1 et 6-2.

Tableau 6-1 Facteurs et modalités pour l'étude de l'infiltration dans la mise en œuvre d'un CMC SiC/SiC

Concentration de la suspension (% vol.)	Débit d'injection (mL/min)	Ouverture du toron	Architecture textile	Épaisseur de la préforme (mm)	Peau de surface
10	0,5	Non	Sergé 2 × 2	2,8	Non
20	1,5	Oui	Interlock	7,2	Oui

Il y a six facteurs pour les CMC SiC/SiC. La concentration de la suspension, le débit de l'injection et l'épaisseur de la préforme sont plutôt explicites. Le facteur de l'ouverture représente la présence ou non du revêtement de nitrure de bore et carbure de silicium déposé par CVI. En effet, pour jouer son rôle d'interphase protectrice contre l'oxydation, le revêtement doit être en mesure de recouvrir complètement les fibres. De manière globale, cela implique qu'il est relativement épais, de sorte à recouvrir non seulement les fibres individuellement, mais aussi le toron en grande partie. L'espace entre les fibres à l'intérieur du toron devient alors inaccessible aux particules lors de l'infiltration

comme le montre la Figure 6-2. Pour cette raison, la porosité de la préforme qui est normalement à double échelle (typiquement 5-50 μm entre les fibres d'un même toron et 100-1000 μm entre les torons) devient à simple échelle entre les torons uniquement. Le but d'étudier ce facteur est donc de vérifier l'impact du blocage de la zone intra-toron et de la double échelle de porosité durant l'infiltration. Une préforme dite « à torons ouverts » ne présente donc pas de revêtement sur les fibres, contrairement à une préforme dite « à torons fermés ».

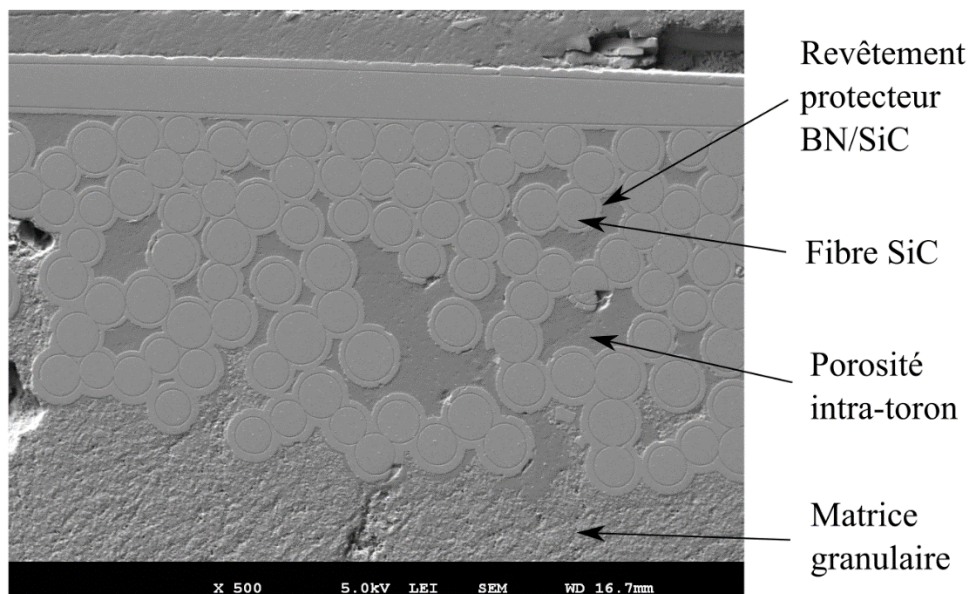


Figure 6-2 Exemple d'un toron où la zone entre les fibres est inaccessible aux particules en raison du revêtement de nitrure de bore et de carbure de silicium dans un CMC SiC/SiC

Par ailleurs, il faut mentionner que l'effet de la double échelle de porosité sur l'infiltration étudiée à l'aide des composites SiC/SiC sert plutôt à la fabrication des composites $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$. En effet, les textures d'alumine servant à la fabrication des pièces réelles sont à torons ouverts. À l'inverse, les textures de carbure de silicium utilisées pour la mise en œuvre de pièces réelles sont à torons fermés. Des préformes SiC sans l'interphase ont alors été utilisées avec des suspensions SiC pour qualifier ce facteur puisqu'on ne disposait pas de texture d'alumine à torons fermés. Il aurait également été envisageable d'utiliser des suspensions d'alumine pour infiltrer des textures en carbure de silicium pour qualifier l'infiltration avec les suspensions d'intérêt pour ce facteur (Al_2O_3). Or, l'utilisation de suspensions carbure de silicium a été préférée puisque l'inventaire de ces matériaux était limité.

L'architecture textile (ou l'armure) de la préforme représente le type d'entrecroisement des torons. Il existe plusieurs types d'armure, mais seulement deux ont été retenues dans l'étude. La première est une armure de type sergé 2×2 où chaque toron passe au-dessus de deux torons avant de passer en dessous de deux torons de manière décalée, et ce, dans les deux directions (chaîne et trame) comme démontré dans la Figure 6-3. Dans un laminé conventionnel, un troisième toron dans l'épaisseur de l'empilement peut être utilisée pour lier les plis ensemble. La deuxième armure est de type interlock 3D avec une architecture de tissage confidentielle. Contrairement aux laminés conventionnels, les préformes tissées en 3D ont au moins un toron (chaîne ou trame) traversant des plis dans l'épaisseur. Aucun toron additionnel n'est nécessaire pour lier le tout. Les autres détails concernant les architectures textiles SiC sont confidentiels.

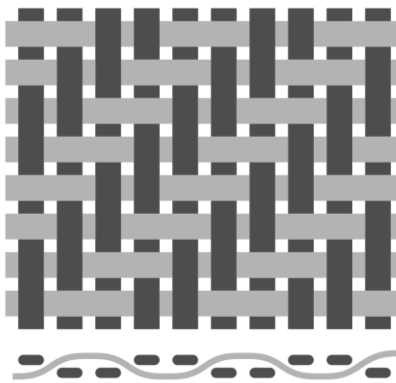


Figure 6-3 Exemple d'un pli sergé 2×2

La peau de surface correspond à un pli sur chaque surface d'une préforme qui possède un tissage (de nature confidentielle) différent du cœur de celle-ci. Les préformes avec l'armure interlock possèdent cette peau de surface de base, mais certaines textures interlock sans la peau ont également été testées. Les textures sans la peau ont leurs plis en surface remplacés pour n'avoir qu'une texture interlock seulement avec le même nombre de plis, comme le montre le schéma de la Figure 6-4.

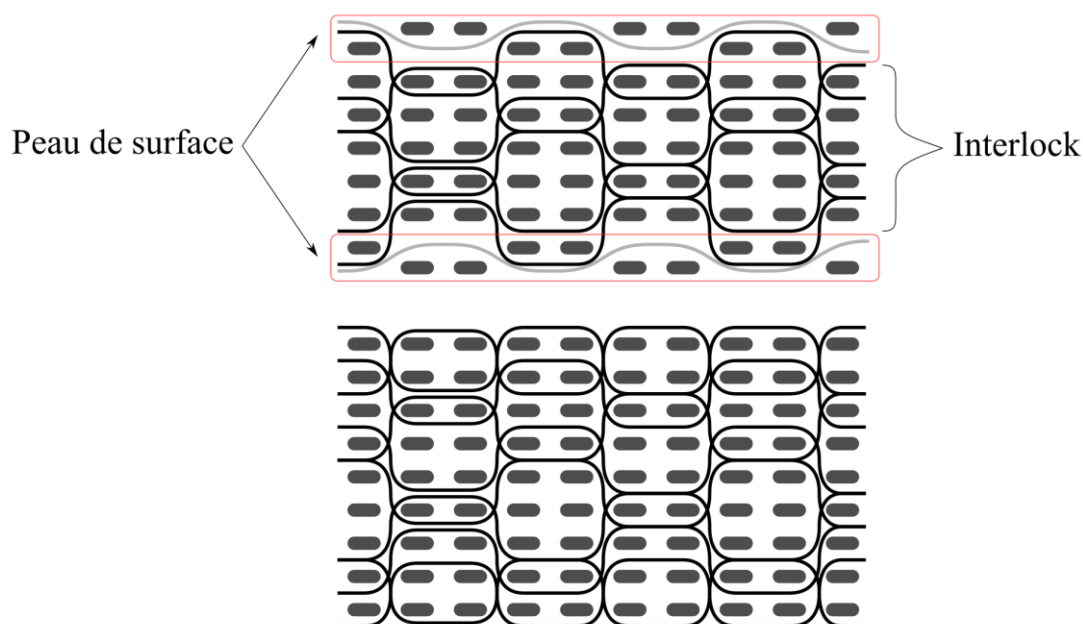


Figure 6-4 Schémas fictifs d'une texture interlock avec une peau de surface comparativement à une texture interlock sans peau de surface

Tableau 6-2 Facteurs et modalités pour l'étude de l'infiltration dans la mise en œuvre d'un CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$

Concentration de la suspension (% vol.)	Pression d'injection (bar)	Espace inter-torons (mm)	Épaisseur de la préforme (mm)	Taux volumique de fibres (%)
3	3,0	0,2	1,10	30
18	4,5	0,6	2,65	40
33	6,0	1,0	4,20	50

En ce qui concerne les CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$, cinq facteurs sont à l'étude. Tout comme pour les CMC SiC/SiC, la concentration de la suspension, la pression de l'injection et l'épaisseur de la préforme sont plutôt explicites. Un débit d'injection doit être imposé pour atteindre la pression cible au démarrage de l'essai. Dans la majorité des cas, cette partie à débit constant représente une courte portion de la durée totale de l'infiltration. L'espace inter-torons (EIT) correspond à l'espace moyen entre les torons comme le montre la Figure 6-5. La valeur de cet espace n'est pas absolue; elle correspond plutôt à une moyenne qui a été modulée par une valeur de nombre de torons par unité de longueur en sachant que tous les torons possèdent les mêmes propriétés (taille, nombre de fibres, etc.). Ces propriétés sont confidentielles. Quant au taux volumique de fibre (TVF), il correspond à

la fraction volumique que les fibres occupent dans le CMC. Il est modulé en contrôlant le nombre de plis de la préforme en fonction de son épaisseur.

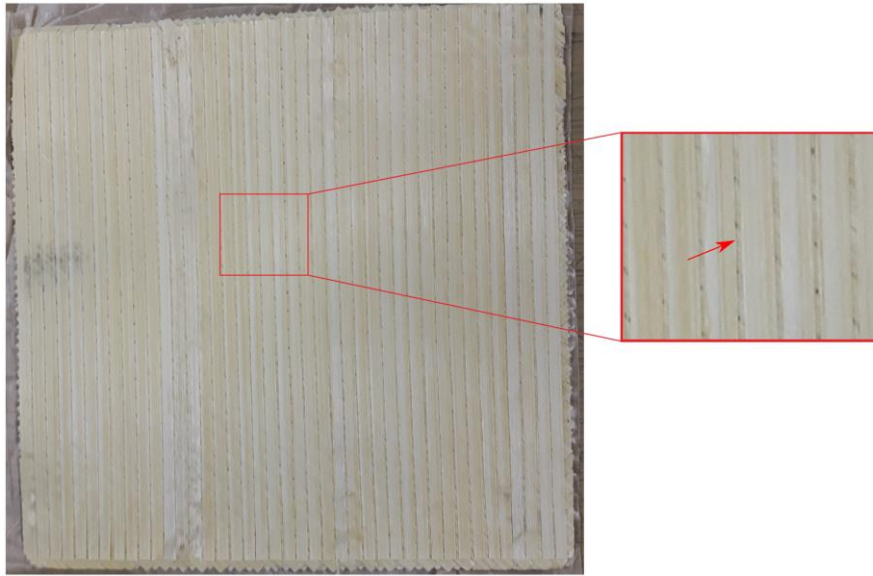


Figure 6-5 Espace inter-torons dans un renfort unidirectionnel Al_2O_3

6.2 Les plans d'expériences

En statistique, la conception de plan d'expériences (PEx, *Design Of Experiments* ou DOE) sert à planifier une série d'expériences contrôlées afin de vérifier l'effet de la variation de variables d'entrée (facteurs) sur des données de sortie (réponse ou résultat). L'intérêt de la conception d'un PEx est de maximiser l'information que l'utilisateur peut tirer des résultats en minimisant le nombre d'essais à réaliser puisqu'ils sont coûteux. Idéalement, un PEx bien conçu permet de modéliser statistiquement les effets principaux (les effets des facteurs au premier ordre), mais aussi leurs interactions puisque ces dernières sont très fréquemment présentes, quel que soit le type de PEx. Une interaction est définie par l'influence de l'effet d'un ou de plusieurs facteurs à un autre sur les données de sorties. En d'autres mots, la valeur d'un facteur peut conduire à un changement de l'impact d'un autre facteur sur la réponse. Les PEx de cette thèse ont été planifiés en fonction des facteurs et de leurs modalités décrites précédemment et des matériaux bruts disponibles tout en considérant les interactions plausibles entre les facteurs. Puisque certaines modalités sont différentes en fonction des matériaux, différents PEx ont été réalisés.

Pour les CMC SiC/SiC, un seul PEx a été nécessaire. Cependant, ce ne sont pas toutes les interactions entre facteurs qui ont pu être évaluées puisque les configurations textiles n'étaient pas toutes disponibles. Par exemple, la peau de surface ainsi que l'absence du dépôt par CVI (ouverture du toron) sont des facteurs qui ne pouvaient être modulés que sur des textures interlock de 2,8 mm d'épaisseur. Pour cette raison, aucun PEx conventionnel n'a pu être employé. Un maximum d'interactions a tout de même été considéré pour un total de 22 essais.

Étant beaucoup plus simples, toutes les configurations de préformes d'alumine UD ont été utilisées pour fabrication des CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$. Pour cette raison, un PEx conventionnel Box-Behnken a été réalisé. Le nombre de facteurs à l'étude était de 5 avec 3 modalités chacun, il y avait 6 points au centre (avec les modalités de chaque facteur à leur valeur médiane) et 10 blocs de 4 essais où 2 facteurs étaient variés à leur modalité maximale ou minimale. Sans détailler ce que ces paramètres impliquent pour la construction du plan, ils se traduisent en un PEx comptant un total de 46 essais. Lors de l'analyse de ce premier PEx concernant les CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$, un certain biais a été découvert : la présence de résidus de liant dans les pièces. Cela n'aurait pas été très contraignant si le volume de ces résidus était faible comparativement aux défauts de remplissage qui représentent le sujet de l'étude. La Figure 6-6 montre cet impact. Dans cette coupe microtomographique, ces pores sont vraisemblablement des résidus de liant.

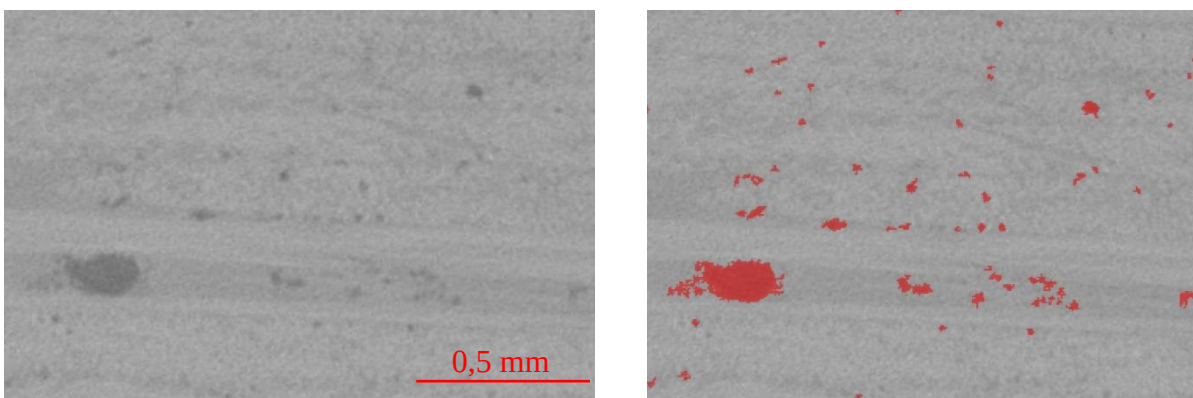


Figure 6-6 Coupe tomographique (résolution à 5 μm) non segmentée (à gauche) et segmentée (à droite) d'un CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ montrant des exemples de pores (révélés en rouge dans l'image de droite)

Ces défauts ont été découverts après la réalisation de l'ensemble des essais. Les coupons ont ensuite été découpés puis polis par décapage ionique. Les observations de ces surfaces ont permis de

constater que la grande majorité des pores possédaient une forme ressemblant à un « chou-fleur » qui est caractéristique d'un résidu de liant dont un exemple est montré sur la Figure 6-7. Ces derniers ne sont tout simplement pas liés intrinsèquement aux conditions d'infiltration, mais plutôt au drapage et au déliantage qui n'ont pas été étudiés dans les travaux de cette thèse.

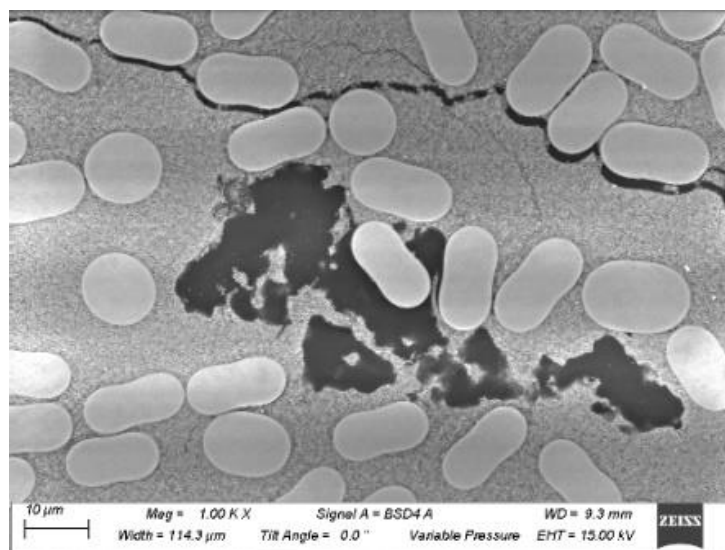


Figure 6-7 Exemple de défaut causé par des résidus de liant à fort grossissement au MEB

En dépit des tests de déliantage à l'eau qui s'avéraient bons macroscopiquement (cf. section 4.5), les résidus de liant aux échelles mésoscopiques et microscopiques montrent que les tests étaient insuffisants pour garantir la conformité de cette étape de préparation. Ces défauts ont donc bruité la réponse du PEx. Les résultats ont tout de même servi à alimenter l'analyse puisque les diverses mesures de porosité ont révélé d'autres aspects de la matrice granulaire. Toutefois, un second PEx a été réalisé avec des préformes enduites d'un liant plus simple à retirer. Désormais, la notation « liant A » sera attribuée aux préformes du premier PEx de CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ à 46 essais alors que le « liant B » se rapportera au second type de préforme d'alumine. Les facteurs évalués dans ce deuxième PEx sont ceux qui ont été considérés comme étant significatifs avec les résultats du premier PEx même s'ils étaient biaisés. De plus, en raison de quantités limitées de préformes, certaines modalités de ces facteurs ont dû être exclues. Pour cette raison, ce second PEx ne suit pas une structure de PEx classique comme cela a été le cas pour le PEx réalisé avec le liant A. Un total de 12 essais ont été réalisés pour la complétion du PEx avec le liant B. La vérification du déliantage de ces nouvelles préformes UD d'alumine a d'ailleurs été conduite en observant cette fois-ci un CMC au MEB et en microtomographie. Les observations ont montré très peu de pores causés par

des résidus de liant, validant ainsi les préformes. Les matrices d'essais pour tous les PEx réalisés lors de cette étude se trouvent dans l'Annexe B.

6.3 Résultats, discussion et analyse de l'influence des facteurs textiles, suspensions et procédés sur l'infiltration

Les deux matériaux à l'étude ainsi que leurs plans d'expériences sont relativement différents. Que l'on parle des suspensions, notamment des distributions de taille des particules ainsi que les courbes rhéologiques, ou bien des renforts avec des architectures distinctes, leurs caractéristiques diffèrent. Or, les mécanismes d'infiltration qui se produisent au courant d'une infiltration peuvent tout de même être similaires dans les deux types de matériaux. Pour ces raisons, la présentation des résultats sera conduite tout d'abord plan par plan pour les tendances et analyses statistiques en commençant par les injections SiC/SiC. Lors de la présentation des PEx $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$, l'analyse sera également conduite en premier lieu en discutant des tendances selon les injections $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$. En second lieu, l'analyse de l'impact de certains facteurs a été étoffée en fonction des injections SiC/SiC d'intérêt pour ces derniers. Ceci a été le cas pour des facteurs étudiés dans les deux matériaux (la concentration de la suspension par exemple) et pour certains facteurs connexes comme le débit pour les CMC SiC/SiC et la pression d'injection pour les CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$. Tels que mentionnés dans la section 4.6, les éléments d'analyse sont les multiples façons de mesurer et d'examiner la porosité de la matrice.

6.3.1 Plan d'expériences SiC/SiC

L'analyse du PEx SiC/SiC a été relativement complexe. Tout d'abord, la faible quantité d'essais ainsi que la structure atypique du PEx non optimisé ne permettaient pas d'analyser statistiquement l'influence de certains facteurs et interactions. Un exemple raisonnable serait le cas du facteur de l'épaisseur de la préforme où seulement 2 injections ont été réalisées à l'épaisseur maximale de 7,2 mm.

Ensuite, il faut comprendre qu'une des données les plus importantes dans ce type d'analyse est la porosité contenue dans la matrice après l'étape d'infiltration. Cette valeur de porosité reflète mieux la santé matière du composite que la porosité du composite lui-même puisque le taux volumique de fibre, ou, dans ce cas-ci, le volume accessible aux particules de la matrice peut varier. La valeur

de porosité de la matrice est donc une valeur de porosité normalisée en fonction du volume dont elle a accès et elle permet de déduire le volume de macropores dans la pièce puisque l'on connaît le taux de porosité nominal de la matrice (au voisinage de 50% dans le cas des crus SiC) tel que déterminé lors de la production des crus présentée dans le Chapitre 5. Quant à elle, la notion de volume accessible aux particules est essentielle pour les CMC SiC/SiC où les torons sont fermés par le dépôt de BN/SiC. En effet, bien que l'espace intra-toron soit inaccessible aux particules, il n'est pas totalement fermé. Cela implique que les valeurs de porosité calculées par densité géométrique ainsi que celles en porosimétrie par intrusion de mercure (PHg) ne reflètent pas la porosité de la matrice seulement. Dans les préformes pré-consolidées par le dépôt CVI, il est estimé que de 25 à 30% du volume serait accessible aux particules, mais cette plage est relativement large pour ce volume faible. En conséquence, les écarts de variation de la porosité matricielle calculés sont grands et, par le fait même, imprécis. C'est une limite de la caractérisation de la porosité qu'il faut considérer. Dans ce contexte, les tendances observées devront faire l'objet de confirmation par des plans d'expériences futurs. Dans la présentation des résultats, on utilise la porosité dans l'espace matriciel comme donnée pour définir la somme de la porosité matricielle (microporosité entre les grains constituant la matrice) et de tous les défauts de remplissages (mésoporosité et macroporosité).

Finalement, certaines préformes n'ont été que partiellement remplies. Pour des raisons qui seront expliquées dans ce chapitre, la préforme a elle-même agi comme un filtre pour certaines injections. Dans ces cas-ci, la majorité des particules se sont déposées sur le dessus de la préforme qui possède alors un intérieur partiellement ou complètement vide. Cette singularité est difficilement comparable aux CMC totalement remplis avec la présence de quelques mésopores ou macropores seulement. Pour toutes ces raisons, les analyses qualitatives avec les imageries en tomographie et au MEB ont été indispensables.

6.3.1.1 Effet de la concentration de la suspension

La concentration de la suspension semble être le paramètre le plus influent sur la santé matière des composites SiC/SiC. La tendance générale de la porosité, comme le montre la Figure 6-8, semble indiquer que l'utilisation de suspensions à taux de charge plus élevé corrèle à des taux de porosité plus élevés. Chaque barre de cette figure correspond à la porosité calculée par densité géométrique pour un composite fabriqué individuellement (cf. section 4.6.1). Elles sont regroupées selon le type

de préforme utilisée (toron ouvert ou fermé), le débit de l'injection ainsi que la présence ou non de la peau de surface. Les barres foncées correspondent aux injections avec une suspension chargée à 10% volumique alors que les barres claires sont pour les injections à 20%. Un motif de quadrillage indique que l'injection a été réalisée dans une préforme sans peau de surface. Toutes les préformes étaient d'ailleurs tissées avec l'architecture interlock. La ligne pointillée correspondant à une porosité de 0,5 (50%) représente la valeur nominale recherchée si la matrice contient très peu de défauts de remplissage. Les CMC présentant une santé matière recherchée se trouvent donc sous cette barre. Cela sera le cas pour toutes les figures qualifiant la porosité matricielle du PEx SiC/SiC de ce chapitre. Les écarts de porosité (barres d'erreur) ont été déterminées avec les valeurs maximale et minimale de la porosité que l'on peut calculer selon les écarts des différents termes de l'équation 4.1 (cf. section 4.6.1).

Lorsque l'on compare les résultats des deux concentrations de suspension selon les groupes de facteurs, les composites fabriqués à l'aide des suspensions chargées à 20% volumique de particules sont plus poreux que leurs homologues avec les suspensions chargées à 10%. Il y a toutefois l'exception du cas à débit de 1,5 mL/min et texture à torons fermés avec peau de surface où la porosité matricielle semble particulièrement élevée comparativement aux autres essais avec une concentration de 10%. Il n'est pas certain si un problème de fabrication est survenu au cours de l'essai. Or, les valeurs de porosité pour les préformes à torons fermés ne sont pas suffisamment précises pour être incontestables. Pour valider la tendance, les autres moyens de caractérisations de la porosité ont été nécessaires.

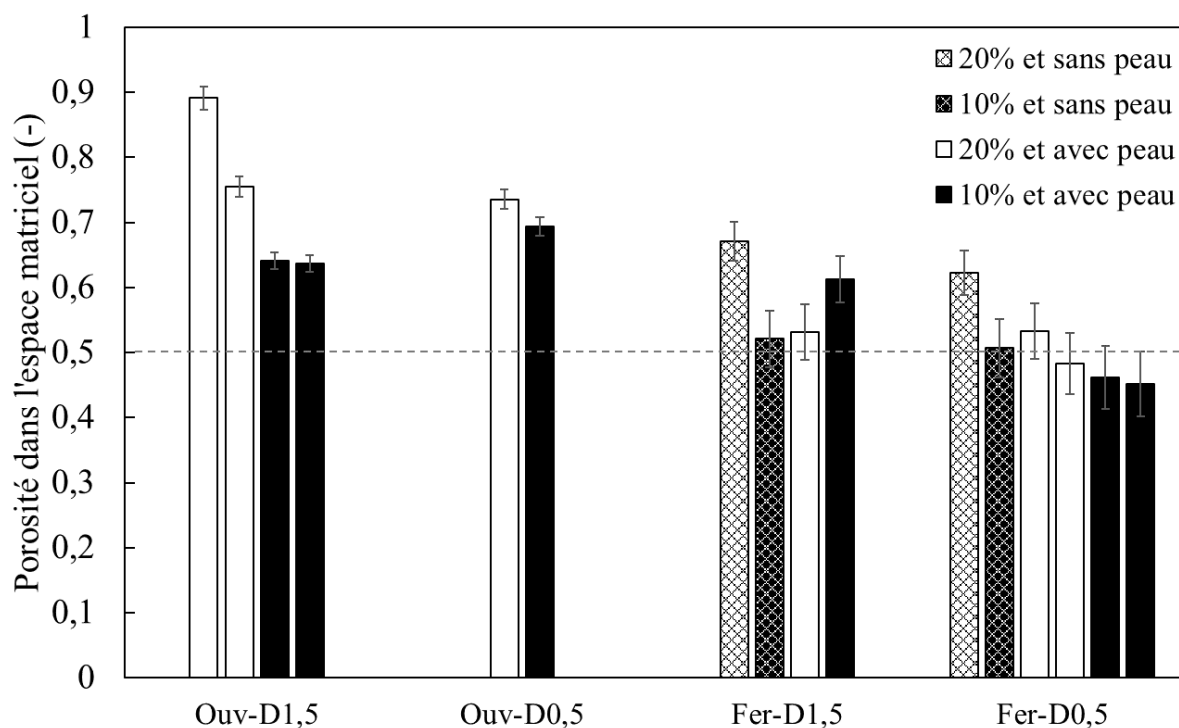


Figure 6-8 Porosité dans l'espace matriciel de CMC SiC/SiC fabriqués en fonction de la concentration de la suspension, de l'ouverture du toron (Ouv : ouvert, Fer : fermé), du débit de l'injection (D1,5 : 1,5 mL/min, D0,5 : 0,5 mL/min) ainsi que la peau de surface. La ligne pointillée à une porosité de 0,5 représente la valeur nominale du cru

La Figure 6-9 montre un exemple de tomographie d'un CMC où sa moitié supérieure ne contient que de petits morceaux de matrice provenant de la suspension ayant pénétrée initialement la préforme puis séchée dans les zones entre les torons. En tomographie, les CMC présentent un volume de macroporosité assez faible dont la majorité est représentée par les fissures de retrait avec l'utilisation d'une suspension dont la concentration volumique est de 10%. Or, dans les textures fibreuses qui ont été remplies à l'aide d'une suspension chargée à 20%, on observe un volume important de macroporosité dans certains cas et des zones complètement dépourvues de matrice du côté de l'injection dans d'autres cas. La raison pour laquelle ce phénomène est parfois observable peut être résumée par une rétention importante de particules en surface. Le fait qu'une partie du bas de la pièce (côté filtration) soit densifiée de matrice (bien qu'il y ait tout de même des macropores) montre qu'une filtration sur membrane avait été amorcée au début de l'injection. À la

suite de ces filtrations, une couche épaisse de cru s'était formée au-dessus de la préforme, indiquant que ce manque de matrice ne provenait pas d'un arrêt prématuré de l'essai.

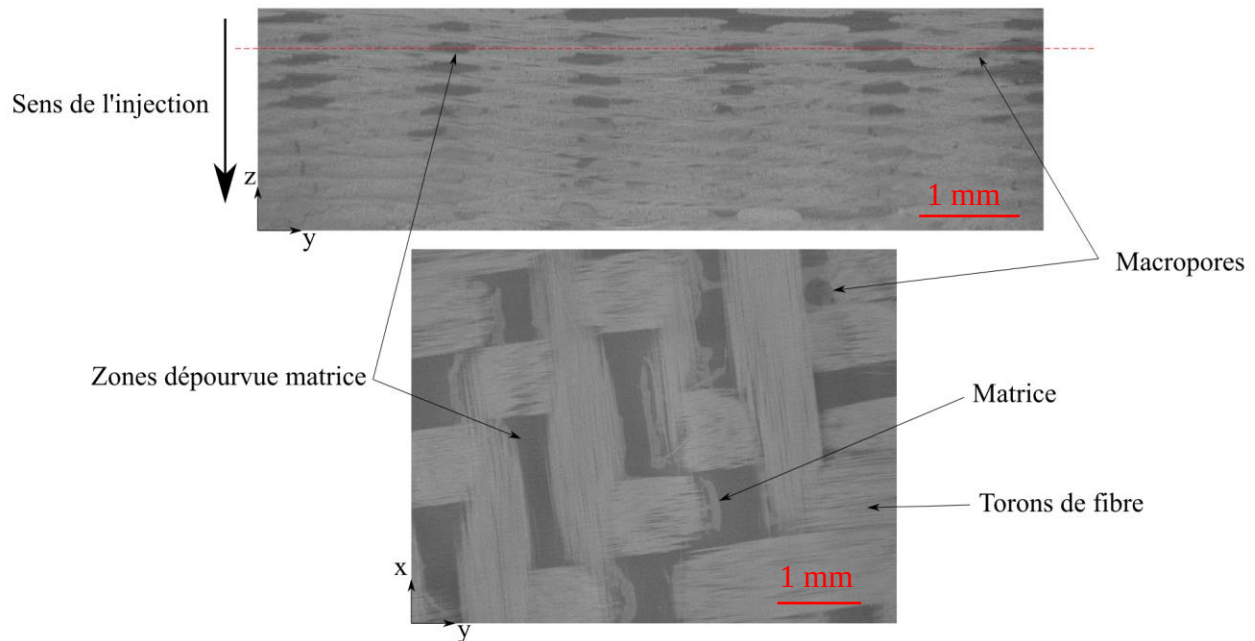


Figure 6-9 Tomographie d'un CMC SiC/SiC pré-consolidé par un dépôt BN/SiC où le dessus de la préforme (côté injection) possède plusieurs zones dépourvues de matrice

Il est toutefois difficile de conclure avec certitude que la préforme est la raison principale des effets de rétention. Lors de la mise en œuvre des CMC, un tissu d'arrachage est placé entre la texture fibreuse et la grille de compaction afin de permettre le démoulage de la pièce sans la déformer. Ce tissu est probablement au moins en partie responsable des effets de rétention puisque ses trous circulaires (~ 1 mm de diamètre) servant à laisser traverser les particules étaient de taille similaire ou inférieure aux torons. Si les trous du tissu ne sont pas alignés avec les espaces inter-torons en surface de la préforme, les particules peuvent se colmater plus facilement.

Lorsque des effets de rétention de particules traversant des préformes fibreuses sont étudiés dans la littérature (c.f. section 2.2.4.2), on peut généralement observer quelques scénarios. Ces derniers dépendent notamment de la taille des particules utilisées par rapport à la porosité de la préforme. Le premier scénario est une répartition presque homogène des particules dans la préforme lorsque les particules sont petites (Chohra et al., 2006; Lefevre et al., 2007). Le deuxième est une concentration des particules dans les plis à proximité de la surface d'apport des particules lorsque les particules sont grosses (Chohra et al., 2006). Le troisième est un gradient de concentration des

particules où le pli à proximité de la surface d'apport des particules est plus fortement chargé que le dernier pli, en intermédiaire entre le premier et le deuxième scénario (Chohra et al., 2006). Or, aucun de ces cas n'est observé dans les préformes étudiées de ces travaux de thèse puisque ce sont les plis à proximité de la surface d'apport des particules qui contiennent très peu de particules. Quoiqu'il en soit, cinq sur six configurations montrent des taux de porosité beaucoup plus élevés (surtout près de la surface d'injection) lorsqu'on utilise une suspension chargée à 20% volumique comparativement à 10%. Pour cette raison, il semble que le taux de charge des suspensions influence la formation de macroporosité et les effets de rétention.

Il faut également rappeler l'étape de présaturation de la préforme à l'aide d'un fluide sans particules qui est effectuée afin de limiter les effets de compétition capillaire dans les préformes puisqu'elles constituent des milieux poreux à double échelle de porosité. Subséquemment, la suspension est introduite dans la cellule de Darcy pour l'infiltration. À ce moment la suspension est mélangée au fluide de présaturation, occasionnant ainsi une dilution de la suspension. Ceci est causé par le fait que les injections sont effectuées dans le sens de la gravité. Les particules sont donc amenées à se diffuser vers le bas où le fluide n'est pas chargé en particules. Cette dilution n'est par ailleurs pas uniforme, mais plutôt selon un gradient où le fluide à proximité du filtre contient très peu de particules. Bien que la présaturation elle-même favorise l'infiltration, le fait qu'elle attribue à la suspension un gradient de concentration lui apporte possiblement une aide supplémentaire en début de filtration puisque la concentration de la suspension est ainsi réduite. L'effet de ce gradient de concentration sera davantage expliqué dans le 0.

La Figure 6-10 montre les exemples typiques de macroporosité que l'on retrouve dans les zones densifiées de la matrice. Les fissures proviennent de retrait volumique du cru lors de son séchage. Elles sont considérées comme étant intrinsèques et indépendantes des facteurs évalués lors du procédé de filtration. Les bulles, de leur forme sphérique, proviennent possiblement du gaz (air) emprisonné qui n'a pas été purgé lors de l'étape de présaturation de la préforme avant l'injection de la suspension. Elles pourraient également être formées par l'emprisonnement de la suspension avant qu'elle atteigne son taux de charge critique (qui est le taux de charge où le cru compact se forme). Dans cette situation, la suspension aurait initialement pénétré l'espace entre les fibres avant qu'elle ne soit bloquée mécaniquement. Après le blocage, la suspension initialement présente entre les fibres n'est plus alimentée de l'extérieur. Le taux de charge critique (taux de compaction du cru) ne peut pas être atteint. Lors du retrait du fluide durant le séchage, les particules se déposent

sur les parois des fibres adjacentes, formant ainsi la bulle. Les défauts de remplissage de la zone inter-torons peuvent être de natures multiples. Leurs formes atypiques suggèrent qu'ils proviennent principalement de blocages ou de colmatages de la zone d'apport de la suspension dans ces espaces inter-torons. Cela confirmerait les hypothèses de Dugois (Dugois, 2017) qui avait montré numériquement que la formation des macropores était fortement dépendante du taux de charge de la suspension.

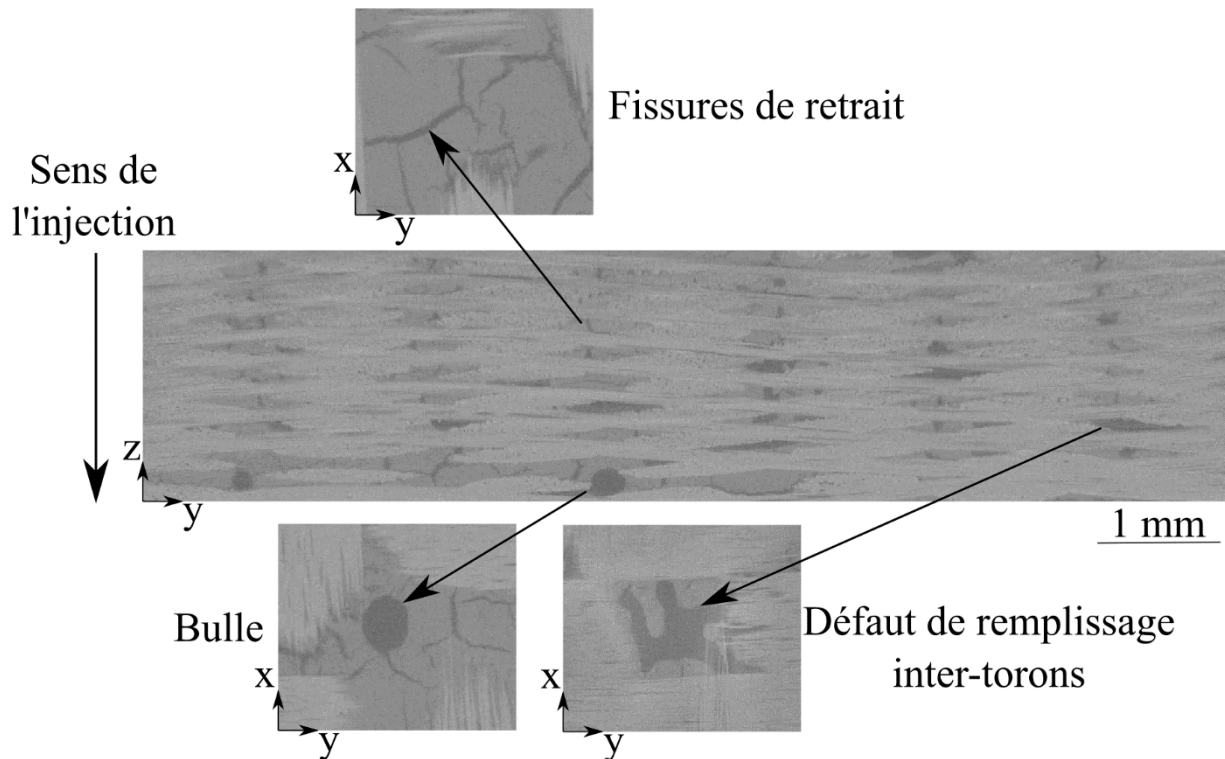


Figure 6-10 Tomographie d'un CMC SiC/SiC pré-consolidé (à torons fermés) présentant les types de pores que l'on retrouve dans ces matériaux

Comme mentionné dans la section 2.2.4.1, selon les travaux de Phillips et al. (Phillips et al., 1992), la diffusion particulaire est entraînée par les chocs entre les particules et elle est fortement influencée par la viscosité du fluide. Cette dernière est à son tour influencée par le taux de cisaillement de la suspension puisqu'elle est rhéofluidifiante (pour un taux de charge à 20% volumique) (cf. Figure 4-11) et que l'injection est à débit constant. La migration particulaire n'est pas en elle-même nuisible à l'écoulement des particules. Au contraire, elle faciliterait théoriquement le passage de particules dans une petite conduite puisqu'elles migreraient vers le centre radial du canal. Or, dans le cas des suspensions fortement rhéofluidifiantes, des changements

brusques de la viscosité du fluide pourraient provoquer un désordre dans l'écoulement des particules lorsque la suspension est fortement cisailée. De plus, l'augmentation de la concentration de la suspension en particules augmenterait les chocs entre les particules, accentuant ainsi ces phénomènes de diffusion. Lors du dépôt des particules durant une infiltration, on peut supposer qu'une zone inter-torons est associable à une conduite devenant de plus en plus restreinte lors de la croissance du cru de particules dans celle-ci comme le montre le schéma de construction du cru entre deux torons de la Figure 6-11. La suspension traversant cette conduite serait alors de plus en plus cisailée lors de son parcours pour poursuivre la croissance du cru. Pour cette raison, un désordre dans l'écoulement des particules pourrait alors être généré causant un dépôt des particules avant qu'elles n'atteignent le cœur de la zone inter-torons. Un blocage serait provoqué avant qu'elle ne soit complètement remplie. Cette explication n'a cependant pas été démontrée lors des travaux de cette thèse. Des travaux spécifiques à l'étude de l'impact de la rhéofluidifiante d'une suspension sur l'écoulement des particules serait alors nécessaire pour conclure.

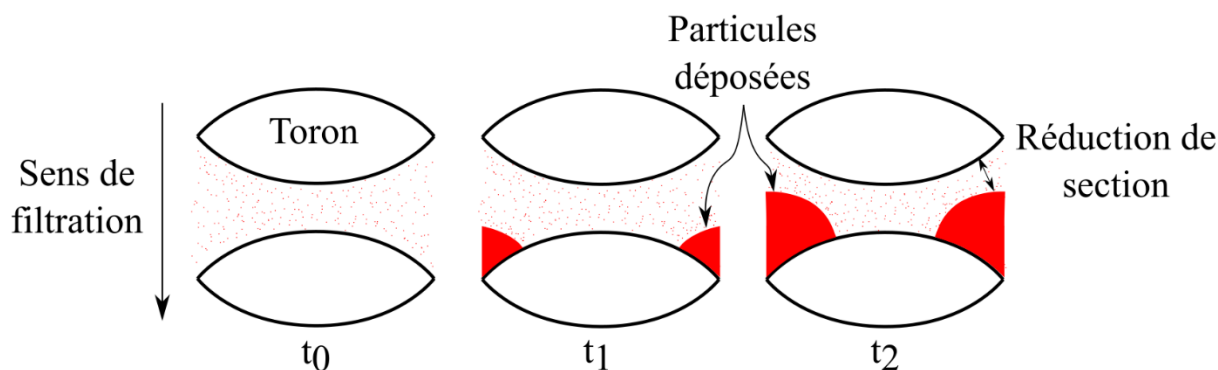


Figure 6-11 Schéma de construction d'un cru de particules (en rouge) entre deux torons au cours d'une infiltration se faisant du haut vers le bas. Le dépôt des particules réduit progressivement les canaux permettant d'alimenter la zone inter-torons augmentant davantage les effets de migration de particules

La distribution de la taille de la porosité a été mesurée à l'aide de la PHg. Les résultats de PHg sont donnés en volume de mercure introduit dans l'échantillon (mL) divisé par sa masse (g) en fonction de la taille de pore (μm). Selon ces mesures, où des exemples sont présentés sur la Figure 6-12, il est possible d'observer une tendance où les échantillons possédant une porosité élevée présentent un volume important de macroporosité dont la taille est supérieure à $20\ \mu\text{m}$. Ce résultat est tout à fait normal puisque cette échelle de macropore correspond à celle étudiée avec les images de tomographie. Sur tous les échantillons, même lorsque leur santé matière est adéquate, il est possible

d'observer un volume représentant 10% à 15% du volume total de mercure introduit dans la gamme de taille entre 3 μm et 20 μm . Cette porosité correspond vraisemblablement à la mésoporosité intratoron normalement inaccessible aux particules lors de l'infiltration et à quelques fissures de retrait fines. Sous les 3 μm , on remarque la majeure portion de la porosité qui correspond à la microporosité intergranulaire de la matrice.

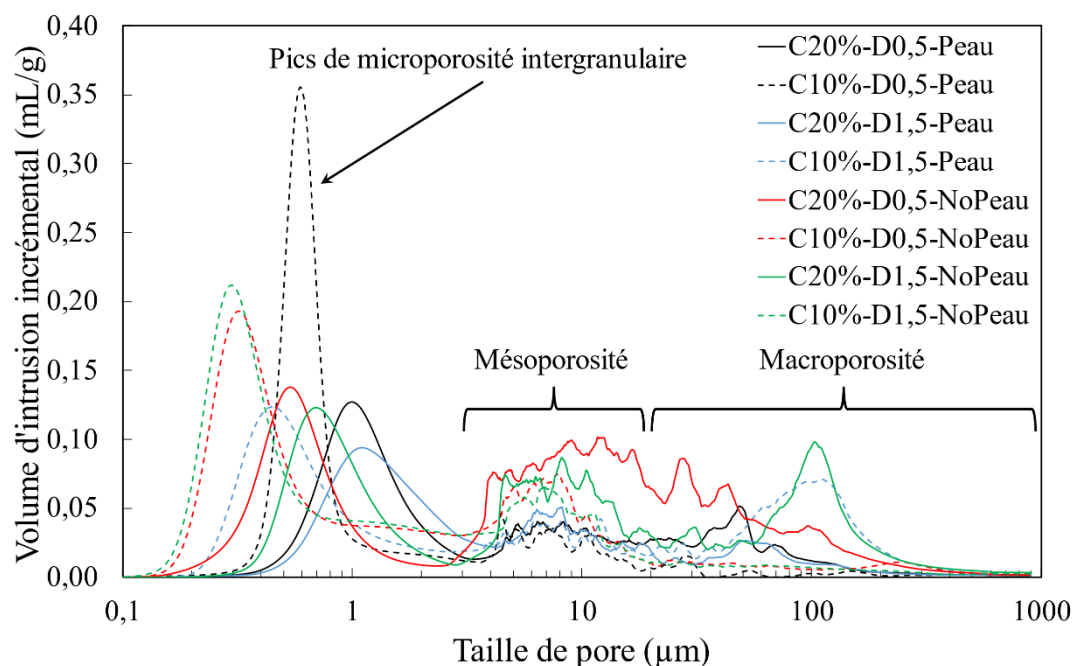


Figure 6-12 Comparaisons de la distribution de la porosité mesurée par PHg dans des CMC SiC/SiC en fonction de la concentration de la suspension (C20% : 20%vol. et traits pleins, C10% : 10%vol. et traits pointillés), du débit de l'injection (D1,5 : 1,5 mL/min, D0,5 : 0,5 mL/min) ainsi que la peau de surface (Peau : Présence de la peau de surface, NoPeau : Absence de la peau de surface)

Or, on peut soulever un point particulier; la position du pic de porosité est variable entre 0,3 μm et 1,1 μm selon l'échantillon testé, ce qui représente un écart élevé. De plus, aucune tendance particulière n'a été observée en fonction des facteurs de l'étude. Bien que la PHg ait ses limites (caractérisation de la porosité ouverte seulement, hypothèses de géométrie idéale de pore, etc.), il est probable que la cause soit le traitement à haute température des CMC SiC/SiC suivant l'infiltration. En effet, il a été observé que ce traitement génère des gradients de porosité entre le cœur et les bords de la pièce.

Outre le traitement à haute température, il est possible que l'empilement des particules diffère selon un facteur non ou mal contrôlé, par exemple, la dispersion des particules. En effet, la formation d'agglomérats de particules dans la suspension pourrait causer des taux d'empilement plus faibles que souhaités, c'est-à-dire l'obtention d'une porosité plus élevée. Si cela est le cas, les agglomérats auraient alors également influencé le processus d'infiltration. En plus des probabilités plus élevées qu'il y ait des blocages mécaniques, selon les travaux de Phillips et al. (Phillips et al., 1992), plus la taille des particules est grande, plus la migration des particules est importante. Il est difficile de savoir avec certitude si l'agglomération des particules est la cause de la variation de la position du pic de microporosité pour les CMC SiC/SiC. Des contrôles rhéologiques avaient été effectués au préalable avant chaque injection et ceux-ci n'avaient révélé rien de problématique. Toutefois, aucun contrôle granulométrique n'a été effectué sur ces suspensions pour des raisons de disponibilité d'équipement. Il serait possible que des variations dans la granulométrie de la suspension n'aient pas un effet important sur les comportements rhéologiques. De plus, aucune caractérisation qualitative ou numérique (par exemple par prise d'images au MEB ou au MET à fort grossissement suivi d'une segmentation de la porosité) du milieu granulaire n'a été effectuée pour ces composites.

6.3.1.2 Effet du débit d'injection

Le débit d'injection affecte directement la vitesse de l'écoulement. Il est bien connu que la vitesse d'un écoulement avec un fluide chargé en particules affecte la rétention des particules si le fluide s'écoule dans un milieu poreux en mesure de les capturer. Les effets sont généralement très variables en fonction des vitesses et des caractéristiques du milieu poreux, du fluide et de l'écoulement. Dugois (Dugois, 2017) avait montré dans ses travaux numériques que le débit de l'injection des suspensions céramiques n'influçait pas la formation de macropore sur plusieurs ordres de grandeur puisque ses conditions de simulation lui permettaient de demeurer dans le domaine laminaire. Pour les travaux expérimentaux de cette thèse, il avait été accepté que les débits d'injection utilisés étaient faibles, de sorte que les écoulements resteraient dans le domaine laminaire. Or, les résultats présentés sur la Figure 6-13 semblent montrer une faible tendance que les débits plus élevés donnent des CMC plus poreux lorsqu'on compare les débits pour chaque groupe de facteurs. Le principe de la Figure 6-13 est le même que celui de la Figure 6-8 où chaque

barre représente la porosité calculée par densité géométrique d'un composite avec la texture interlock. Ce sont les mêmes résultats affichés différemment pour soulever l'effet du débit.

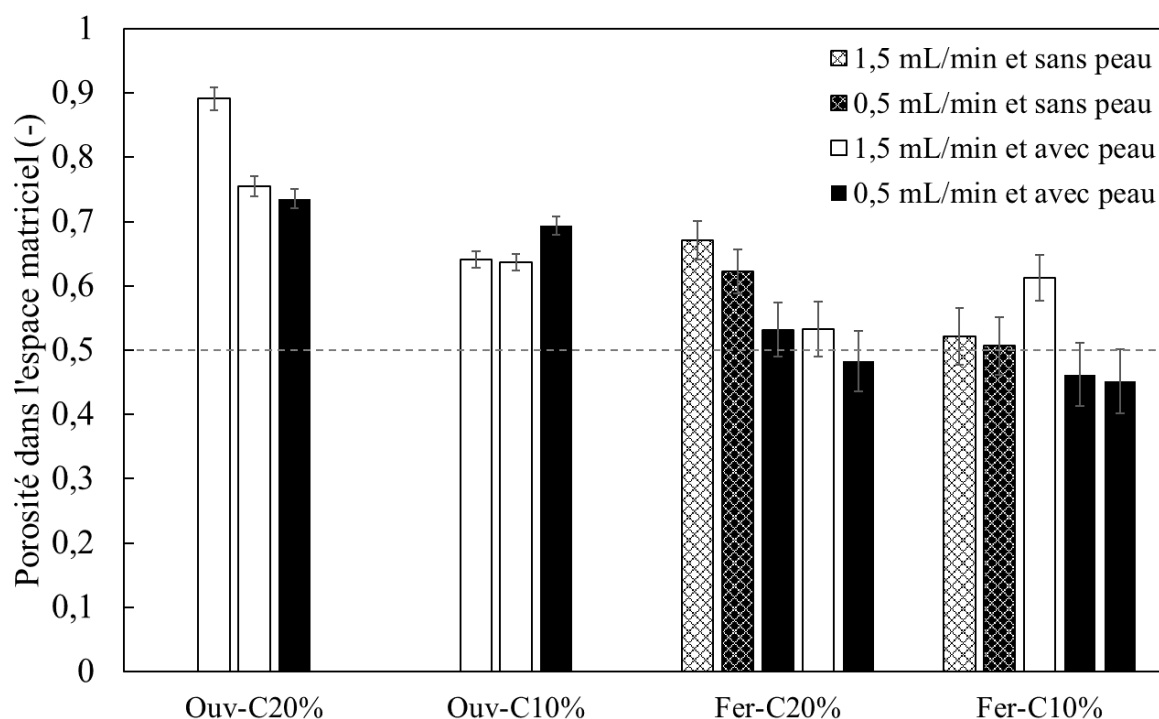


Figure 6-13 Porosité dans l'espace matriciel de CMC SiC/SiC fabriqués en fonction du débit d'injection, de l'ouverture du toron (Ouv : ouvert, Fer : fermé), de la concentration de la suspension (C20% : 20%vol., C10% : 10%vol.) ainsi que la peau de surface. La ligne pointillée à une porosité de 0,5 représente la valeur nominale recherchée

Selon Safran, le débit exerce une influence sur l'infiltration des particules. Cet effet se remarque surtout en comparant des débits très faibles (quelques mL/min) à des débits très élevés (plusieurs dizaines de mL/min). Cela est possiblement dû à une rétention de particules par le renfort fibreux qui s'accroît lorsqu'on augmente le débit. Dans les travaux de cette thèse, l'écart entre les différents débits étudiés était trop faible pour soulever l'impact de ce facteur. Pour mieux caractériser l'effet du débit de l'injection sur l'infiltration, il aurait probablement été plus pertinent de tester des débits dont les écarts sont plus grands, par exemple, d'au moins un ordre de grandeur entre les modalités maximale et minimale.

6.3.1.3 Effet de la peau de surface

Les résultats de porosité des composites avec texture interlock avec et sans la peau de surface ont été comparés sur la Figure 6-14. Les textures sans peau présentent des taux de porosité plus élevés dans trois des quatre configurations. Cette tendance est plutôt étonnante puisque la peau de surface ne devrait pas faciliter l'infiltration. Au contraire, son tissage plus étroit que la texture interlock porterait à croire qu'il augmenterait les effets de rétention.

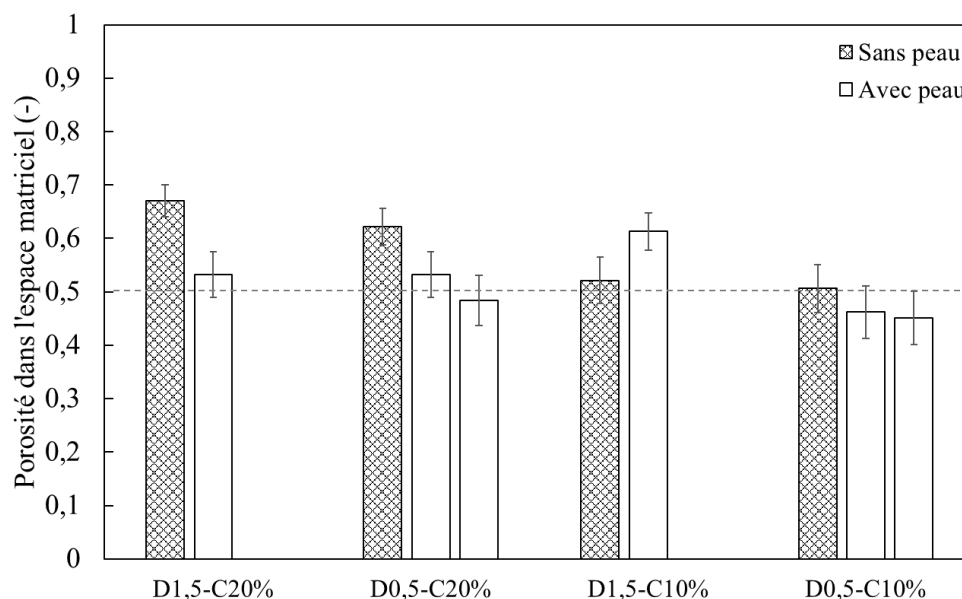


Figure 6-14 Porosité dans l'espace matriciel de CMC SiC/SiC fabriqués en fonction de la peau de surface, du débit de l'injection (D1,5 : 1,5 mL/min, D0,5 : 0,5 mL/min) ainsi que de la concentration de la suspension (C20% : 20%vol., C10% : 10%vol.). La ligne pointillée à une porosité de 0,5 représente la valeur nominale recherchée

Selon les numérisations par tomographie, on ne remarque d'ailleurs pas de ségrégation de macropores à proximité de la peau de surface dans la plupart des cas. Or, la tendance moyenne reste dans le même sens que celle soulevée par les mesures de la porosité dans l'espace matriciel, c'est-à-dire que les échantillons avec une peau de surface ont une macroporosité plus élevée que leurs homologues sans peau de surface. On remarque d'ailleurs une tendance similaire selon les données en PHg qui sont présentées sur la Figure 6-15. En effet, à l'exception de la comparaison en rouge, une plus grande proportion de la porosité totale des échantillons sans peau de surface est attribuée au volume de mésopores et de macropores (taille supérieure à 3 μm) que leurs

homologues avec peau de surface. D'un point de vue phénoménologique, il est difficile d'expliquer la cause puisque le tissage de la peau devrait poser une entrave supplémentaire pour l'infiltration des particules. Il se pourrait qu'un facteur non contrôlé des préformes ou des suspensions soit en cause.

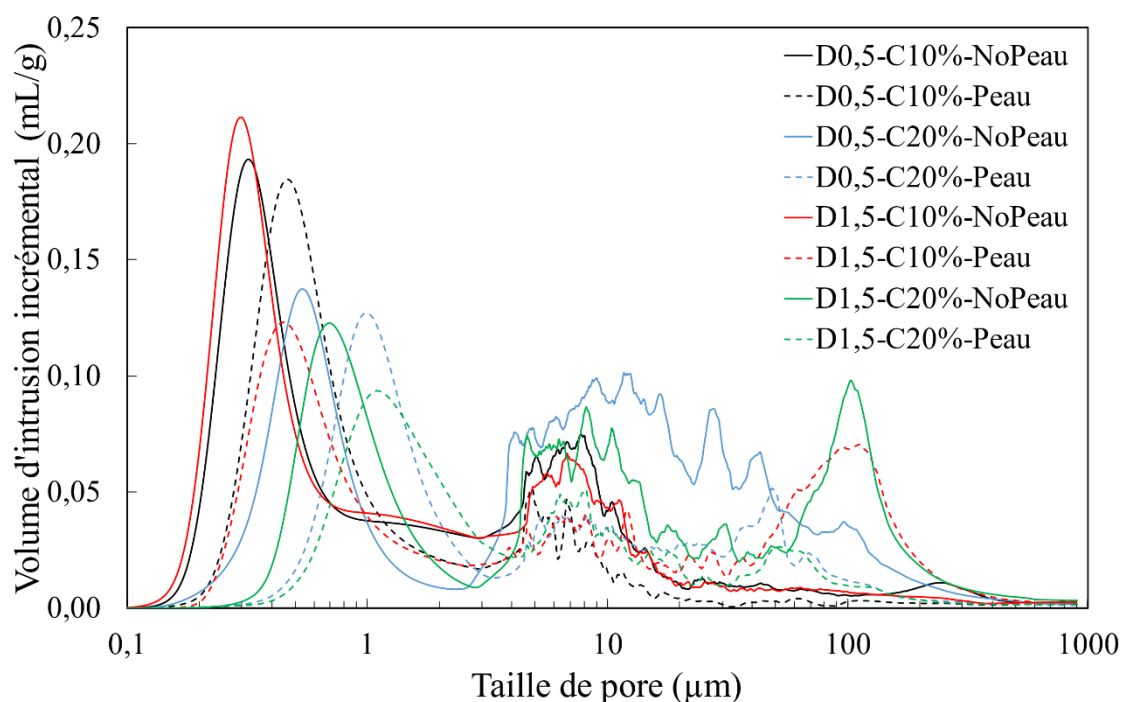


Figure 6-15 Comparaisons de la distribution de la porosité mesurée par PHg dans des CMC SiC/SiC sans peau de surface (traits pleins) et avec peau de surface (traits pointillés) en fonction du débit de l'injection (D1,5 : 1,5 mL/min, D0,5 : 0,5 mL/min) ainsi que de la concentration de la suspension (C20% : 20%vol., C10% : 10%vol.)

6.3.1.4 Effet de l'ouverture du toron

Il est connu que l'interphase sur les fibres de la texture bloque l'accès à la zone intra-toron pour les particules céramiques lors de l'infiltration. Elle élimine donc la double échelle de porosité pour le dépôt des particules. On a déjà pu observer que le taux de vide dans l'espace matriciel est plus élevé avec l'utilisation d'une préforme à torons ouverts de manière globale sur la Figure 6-8 et la Figure 6-13 des sous-sections 6.3.1.1 et 6.3.1.2 respectivement, mais la Figure 6-16 reflète mieux cette tendance. En effet, pour toutes les configurations de concentration de suspension et de débit

d'injection, les préformes à torons ouverts présentent des taux de porosité plus élevés que celles à torons fermés.

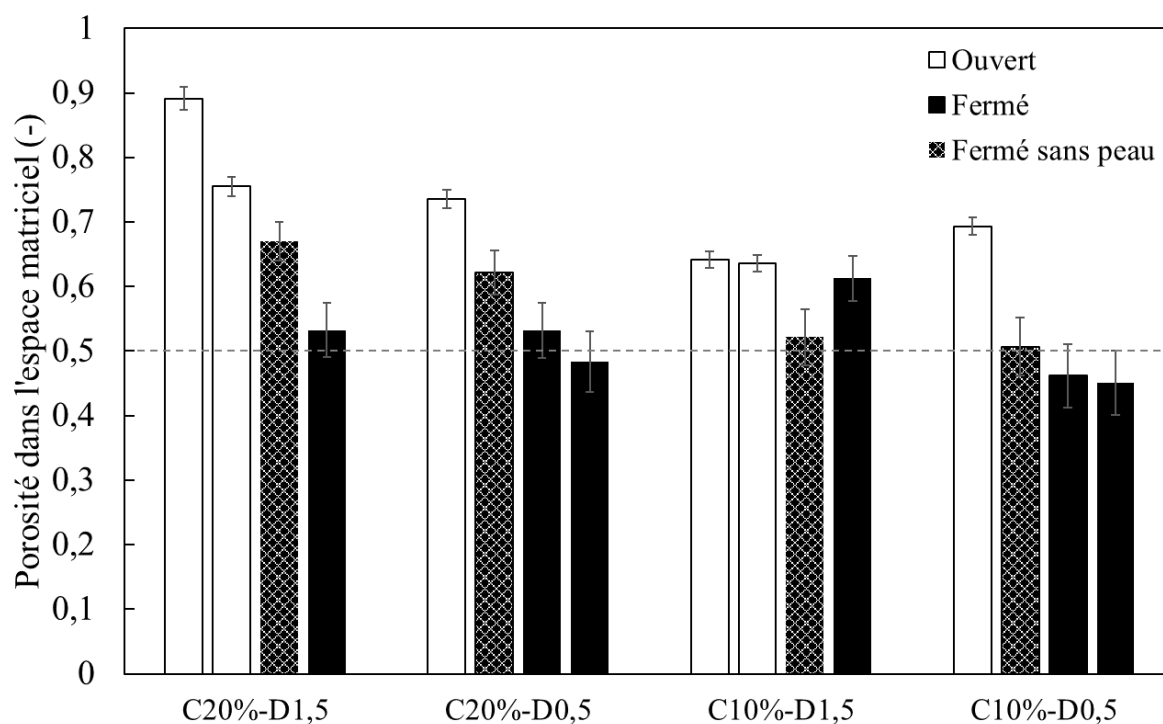


Figure 6-16 Porosité dans l'espace matriciel de CMC SiC/SiC fabriqués en fonction de l'ouverture du toron, de la concentration de la suspension (C20% : 20%vol., C10% : 10%vol.), du débit d'injection (D1,5 : 1,5 mL/min, D0,5 : 0,5 mL/min) ainsi que la peau de surface. La ligne pointillée à une porosité de 0,5 représente la valeur nominale recherchée

Une analyse qualitative avec les tomographies a été réalisée. Le remplissage de la zone inter-torons des CMC à texture ouverte ressemble à celui des CMC à texture fermée pour les combinaisons de facteurs respectifs avec toutefois quelques différences. Tout d'abord, la majeure partie des fissures de retrait dans les CMC à texture ouverte sont orientées dans le plan perpendiculaire de l'injection au pourtour des torons. Cela est contraire aux CMC à texture fermée où les fissures sont orientées dans toutes les directions comme le montre la Figure 6-17. La direction des fissures n'est pas dépendante de l'infiltration, mais plutôt de la façon dont les échantillons ont été séchés. Dans le cas des CMC à torons ouverts, ils ont été laissés en moule durant le séchage puisqu'ils sont trop malléables pour être démoulés sans les déformer. Le séchage ne se faisait que dans une seule direction par le côté injection de la pièce. En contrepartie, les CMC à torons fermés possédaient

une préforme rigide. Le démoulage a donc été effectué avant que le composite ne soit complètement sec, donc le séchage a été réalisé plus rapidement et dans presque toutes les directions. Les fissures paraissent plus fines sur les images des CMC avec texture à torons ouverts, mais cela est dû au fait qu'elles ont une superficie plus grande dans ce plan.

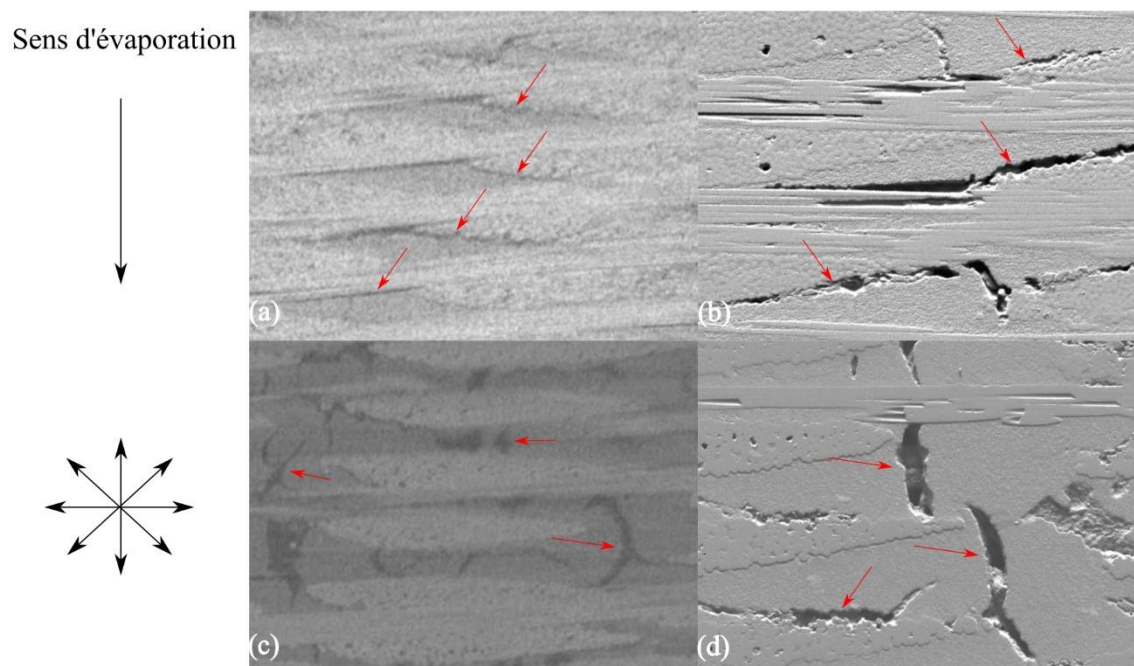


Figure 6-17 Exemple de fissures de retrait en fonction de la direction principale de séchage dans (a) un CMC SiC/SiC à torons ouverts en tomographie, (b) le même CMC SiC/SiC à torons ouverts au MEB, (c) un CMC SiC/SiC à torons fermés en tomographie, (d) le même CMC SiC/SiC à torons fermés au MEB

En observant davantage les images de tomographie, on voit d'ailleurs que la zone intra-toron des CMC avec une texture à torons ouverts ne semble pas complètement densifiée par la matrice particulaire. À l'échelle de taille des tomographies, on ne peut pas qualifier avec précision la zone intra-toron puisque la résolution des images n'est pas suffisamment fine, mais une analyse qualitative au MEB a permis de valider cette observation qui est représentée sur la Figure 6-18. Il est à noter qu'une partie de la zone intra-torons contient tout de même quelques particules empilées formant un cru, comme le montre la Figure 6-18 b, et que le taux de vide n'est pas constant dans tous les torons.

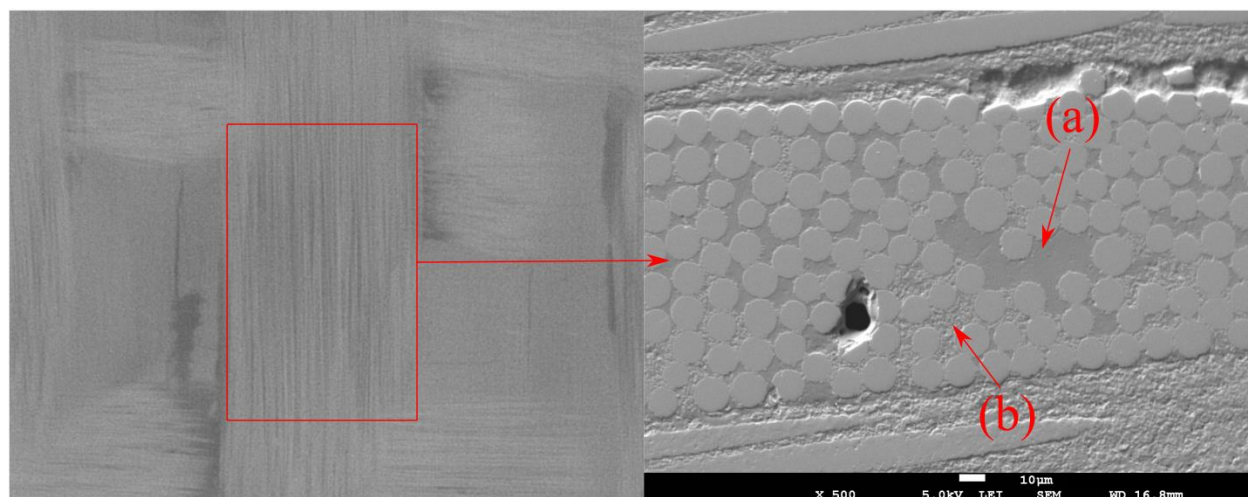


Figure 6-18 Exemple de remplissage intra-torons d'un CMC SiC/SiC avec une texture à torons ouverts (gauche : tomographie, droite : MEB) présentant (a) de la mésoporosité et (b) de l'empilement de particules

Certains torons restent tout de même relativement bien remplis puisque leur TVF local reste suffisamment faible pour que les particules puissent s'introduire entre les fibres. Cette observation est montrée sur la Figure 6-19 où deux torons à des TVF locaux différents sont présentés. Pour mesurer le TVF local, les pixels représentant les fibres du toron ont été segmentées manuellement et leur nombre a été divisé par le nombre de pixels représentant le toron au complet (fibres, matrice granulaire et mésoporosité). Le toron de gauche sur la figure possède un TVF d'environ 55% alors que pour celui de droite, le TVF est estimé à 65%. Cet écart est plutôt élevé puisque la taille des interstices entre les fibres ($<10\ \mu\text{m}$) approche celle des particules (diamètre médian à $\sim 1,4\ \mu\text{m}$). Dans ce cas-ci, le ratio de taille entre les particules et la porosité inter-fibres approche critique le point où les phénomènes de rétention mécaniques deviennent importants. De plus, la diminution de la taille de la porosité intra-toron pourrait augmenter indirectement les effets de viscosité et de migration particulaire par l'évolution du taux de cisaillement de la suspension, mais cela n'a pas été vérifié.

La mésoporosité intra-toron est également soulignée par les données de porosité par PHg qui sont présentées sur la Figure 6-20. Les CMC à torons ouverts sont comparés aux CMC à torons fermés. On peut apercevoir dans les deux cas qu'il y a un certain volume de porosité dans la gamme de taille entre $3\ \mu\text{m}$ et $20\ \mu\text{m}$. Cependant, ce volume est plus important pour les CMC à torons ouverts

du fait que ces échantillons possèdent une porosité plus élevée pour leur masse en comparaison avec les échantillons de CMC à torons fermés.

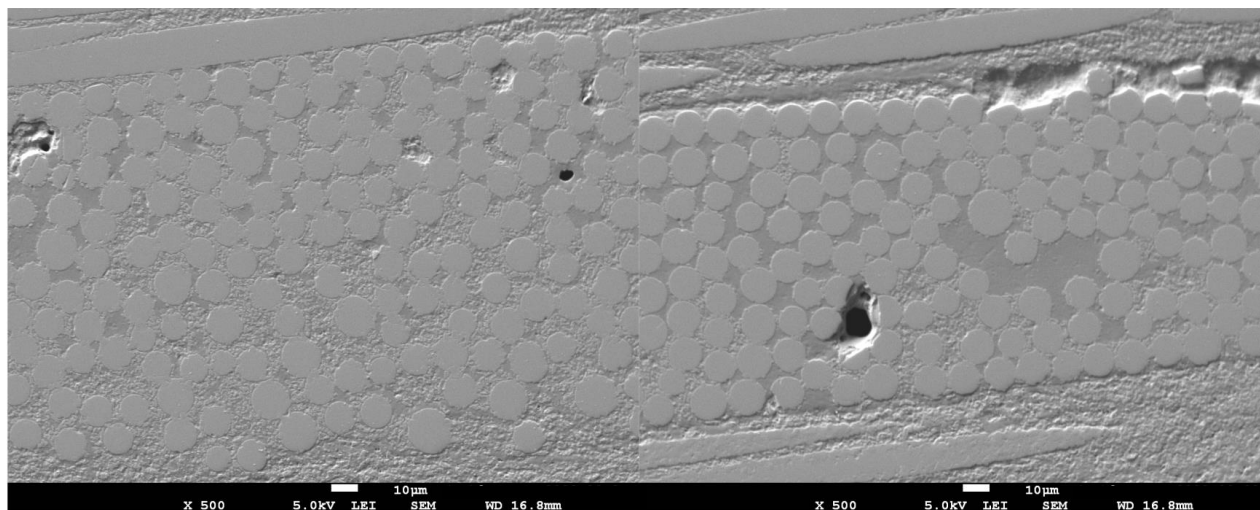


Figure 6-19 Comparaison du remplissage d'un toron présentant un TVF local plus faible (55% à gauche) et un TVF local plus élevé (65% à droite) dans un CMC SiC/SiC avec une texture à torons ouverts

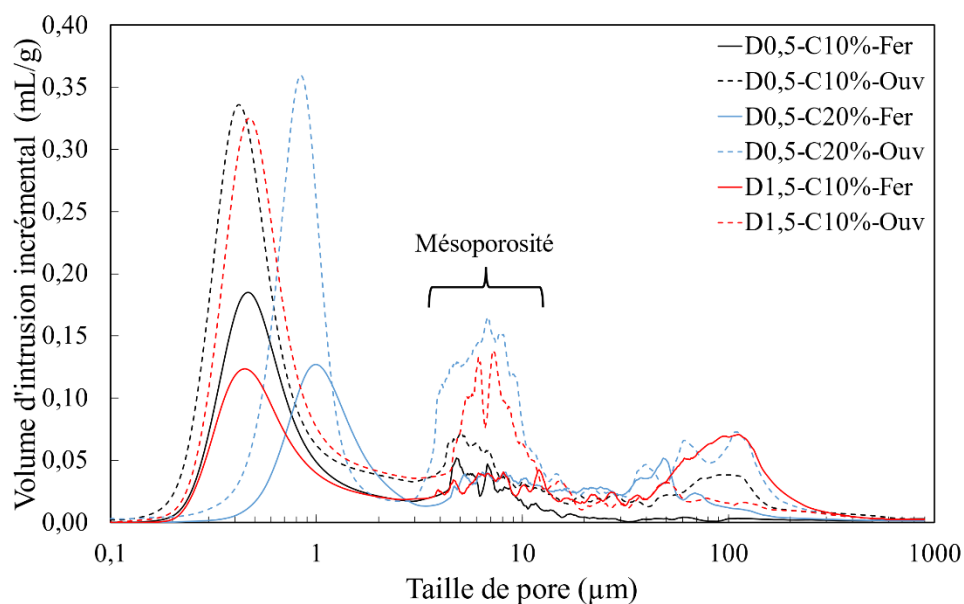


Figure 6-20 Comparaisons de la distribution de la porosité mesurée par PHg dans des CMC SiC/SiC à torons fermés (traits pleins) et à torons ouverts (traits pointillés) en fonction du débit de l'injection (D1,5 : 1,5 mL/min, D0,5 : 0,5 mL/min) ainsi que de la concentration de la suspension (C20% : 20%vol., C10% : 10%vol.)

Comme le remplissage de l'inter-torons est similaire dans les deux types de texture, et comme la zone intra-toron n'est pas entièrement densifiée pour les textures à torons ouverts, il est tout à fait cohérent que ces derniers présentent des taux de porosité plus élevés en absolu. L'utilisation de suspensions avec des particules de taille plus fines auraient permis de mieux appréhender l'effet de la double échelle de porosité. La taille des particules était trop similaire à la taille de la porosité intra-torons.

6.3.1.5 Effet de l'architecture textile

Pour caractériser l'effet de l'architecture textile sur l'infiltration, il a été mentionné qu'une texture sergée 2×2 a été comparée à la texture interlock utilisée pour la quasi-totalité des essais d'infiltration SiC/SiC. Seulement deux coupons circulaires de 40 mm de diamètre (au lieu de 66,7 mm pour tous les autres) ont été produits puisque les ressources matérielles étaient très limitées. Par conséquent, tous les autres facteurs ont dû être fixés :

Tableau 6-3 Facteurs utilisés pour la mise en œuvre des CMC avec la texture sergée 2×2

Concentration de la suspension (% vol.)	Débit d'injection (mL/min)	Ouverture du toron	Épaisseur de la préforme (mm)	Peau de surface
20	0,5*	Non	2,8	Non

*Équivalence de vitesse moyenne de la suspension pour injection à 1,4 mL/min sur un coupon de 66,7 mm de diamètre puisque l'aire de filtration a été ajustée en conséquence

De plus, la contexture (nombre de torons par unité de longueur, valeurs confidentielles) était légèrement plus élevée pour les armures sergées que celles de type interlock utilisées pour les analyses précédentes. De nouvelles préformes interlocks ayant une contexture identique à celle des préformes sergées ont donc également été testées selon des modalités identiques telles que montrées dans le Tableau 6-3.

Les mesures de porosité sont montrées sur la Figure 6-21. Dans tous les cas, le taux de porosité dans l'espace matriciel semble particulièrement élevé, avoisinant les 70% pour trois essais (les deux avec l'armure sergée et un avec l'armure interlock) et jusqu'à 80 % pour le quatrième. Il avait été montré dans le Chapitre 5 que le taux d'empilement des crus se situait autour de 50% et en comparaison avec les résultats présentés dans les sous-sections 6.3.1.1 à 6.3.1.4, ces mesures de porosité porteraient à croire que la santé matière de ces CMC soit médiocre.

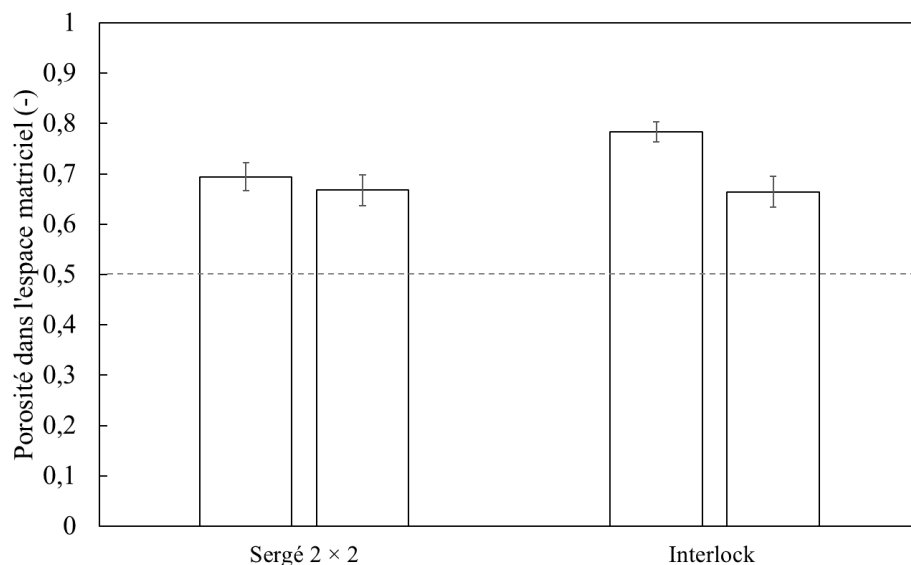


Figure 6-21 Porosité dans l'espace matriciel de CMC SiC/SiC fabriqués en fonction de l'architecture textile. La ligne pointillée à une porosité de 0,5 représente la valeur nominale recherchée

Des coupes tomographiques de chaque coupon sont également fournies avec la Figure 6-22 pour illustrer l'état général de ces composites. Le composite (c) est celui qui présentait les taux de porosité les plus élevés, ce qui est tout à fait cohérent avec l'image. Selon ces données, il est clair que l'armure sergée semble favoriser la bonne densification de la texture fibreuse comparativement à l'armure interlock. La macroporosité dans les textures interlocks est comme on s'y attendrait pour un composite ayant une porosité matricielle se situant entre 70% et 80%. Cela laisse croire que l'estimation du volume total accessible aux particules des préformes sergées a été surestimée, mais, comme expliqué précédemment, la limite de la mesure ne permet pas d'être plus précis.

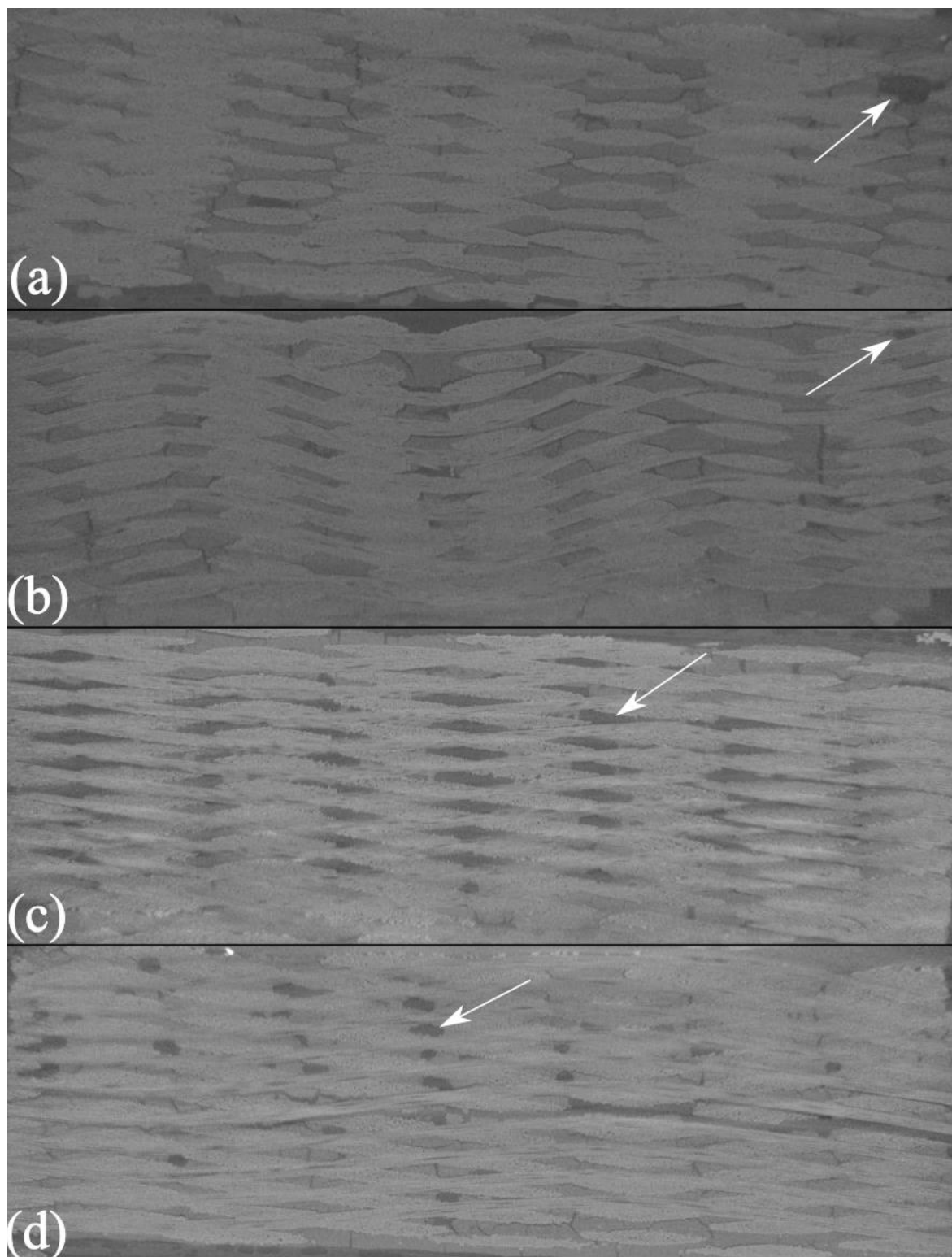


Figure 6-22 Coupes tomographiques montrant le remplissage global des quatre coupons de la Figure 6-21 où (a) et (b) sont les coupons au tissage sergé 2×2 puis (c) et (d) sont les coupons au tissage interlock. Des macropores sont pointés par les flèches

Pour comprendre les mécanismes en jeu, il faut revenir aux notions de l'entrelacement des torons expliquées dans la section 2.2.4.2. Plusieurs mécanismes peuvent intervenir dans la formation du cru pour ces deux types de tissage. Tout d'abord, comme l'ont mentionné Chohra et al. (Chohra et al., 2006), l'entrelacement des torons réduit le diamètre effectif pour le passage des particules, entraînant ainsi une augmentation de la rétention des particules. Cela pourrait expliquer en partie certains résultats présentés dans la section 6.3.1.1 sur l'effet du taux de charge de la suspension de ce PEx où la moitié du côté de l'injection d'une préforme présentait une macroporosité très importante.

L'armure interlock est tissée de façon plus intercalée que l'armure sergée. Dans ces conditions, l'écoulement des particules devient plus tortueux et le fluide doit s'écouler dans de multiples zones très restreintes qui sont propices au colmatage des particules. La Figure 6-23 présente deux schémas pour représenter la différence entre (a) le tissage interlock et (b) le sergé, avec un déplacement possible des particules lors de l'infiltration. Ces observations sont également montrées à l'aide de coupes tomographiques sur la Figure 6-24. Dans la texture interlock, la suspension est amenée à se déplacer dans un espace très restreint entre deux torons pour chaque pli. Cet espace est généralement de quelques dizaines de micromètres seulement. Il représente une zone critique où un colmatage pourrait se produire. Par contraste, la suspension ne rencontre ces espaces restreints qu'une fois aux deux à quatre plis dans une armure sergée. La majorité des espaces entre les torons de ces préformes sont de quelques centaines de micromètres, ce qui est nettement mieux pour faciliter l'infiltration. Il faut tout de même mentionner que l'entrelacement des torons est une caractéristique en 3D qui est difficile à représenter en 2D. Pour des raisons de confidentialité, le réseau poral des textures en 3D ne peut pas être divulgué.

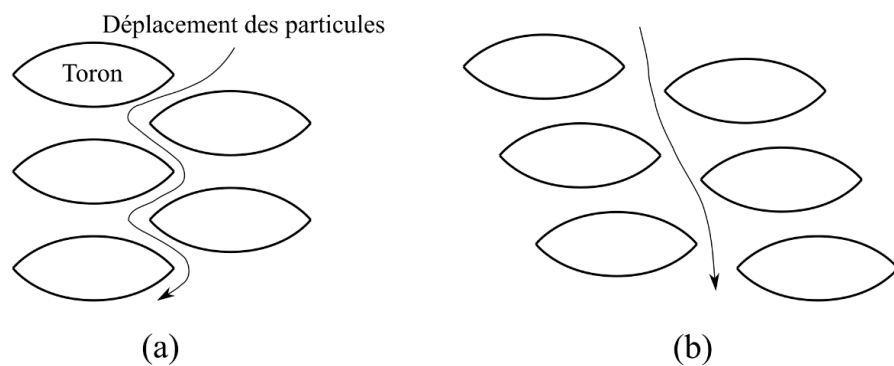


Figure 6-23 Schéma pour illustrer les différences entre l'entrelacement plus important des torons dans (a) l'armure interlock en comparaison avec (b) l'armure sergée

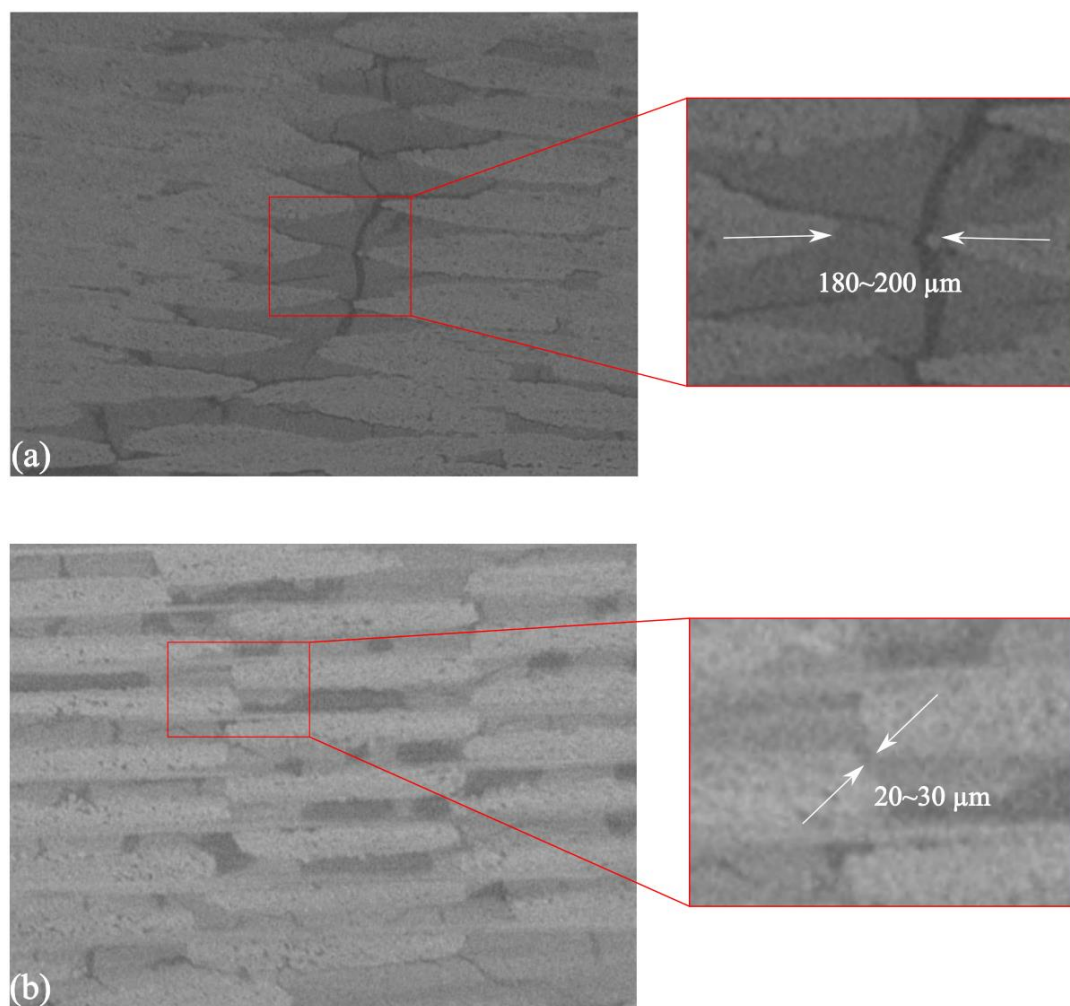


Figure 6-24 Coupes tomographiques montrant l'effet de l'entrelacement des torons sur la réduction du diamètre effectif entre deux torons où (a) est une texture sergée 2×2 et (b) est une texture interlock

Les travaux de Dugois (Dugois, 2017) soulevaient une composante géométrique de l'alignement des torons concernant la formation de macroporosité. Lorsque les torons étaient décalés, la macroporosité (en volume total) était plus élevée en comparaison au cas parallèle. Ce résultat peut s'expliquer justement par la quantité plus élevée de chemins très étroits (entre les torons) que les particules doivent parcourir. Dans ces conditions, la probabilité que des blocages mécaniques des particules ou par désordre dans la diffusion particulière dû aux taux de cisaillement élevés est significativement plus importante.

D'ailleurs, l'idée initiale d'inclure l'épaisseur de la préforme comme facteur du PEx était de vérifier son effet potentiel sur la rétention des particules. Deux coupons circulaires de 7,2 mm d'épaisseur (augmentation du nombre de plis pour conserver le même taux de fibres) et de 66,7 mm de diamètre ont été fabriqués selon des conditions similaires à celles des quatre autres coupons présentés dans cette section :

Tableau 6-4 Facteurs utilisés pour la mise en œuvre des CMC avec les textures d'épaisseur de 7,2 mm

Concentration de la suspension (% vol.)	Débit d'injection (mL/min)	Ouverture du toron	Armure	Peau de surface
20	1,5	Non	Interlock	Oui

La Figure 6-25 est identique à la Figure 6-8 avec l'ajout de la porosité des CMC à 7,2 mm d'épaisseur. La porosité dans l'espace matriciel de ces composites était plutôt faible, ce qui laissait sous-entendre que la matrice granulaire avait bien rempli l'espace qui lui était accessible comparativement aux multiples fabrications dans des conditions similaires, mais avec l'utilisation de préformes à 2,8 mm d'épaisseur (notamment avec une suspension fortement chargée). Ces résultats étaient, une fois de plus, étonnants puisqu'on s'attendait logiquement à ce qu'un nombre plus élevé de plis augmente les effets de rétention, ce qui ne semblait pas être le cas.

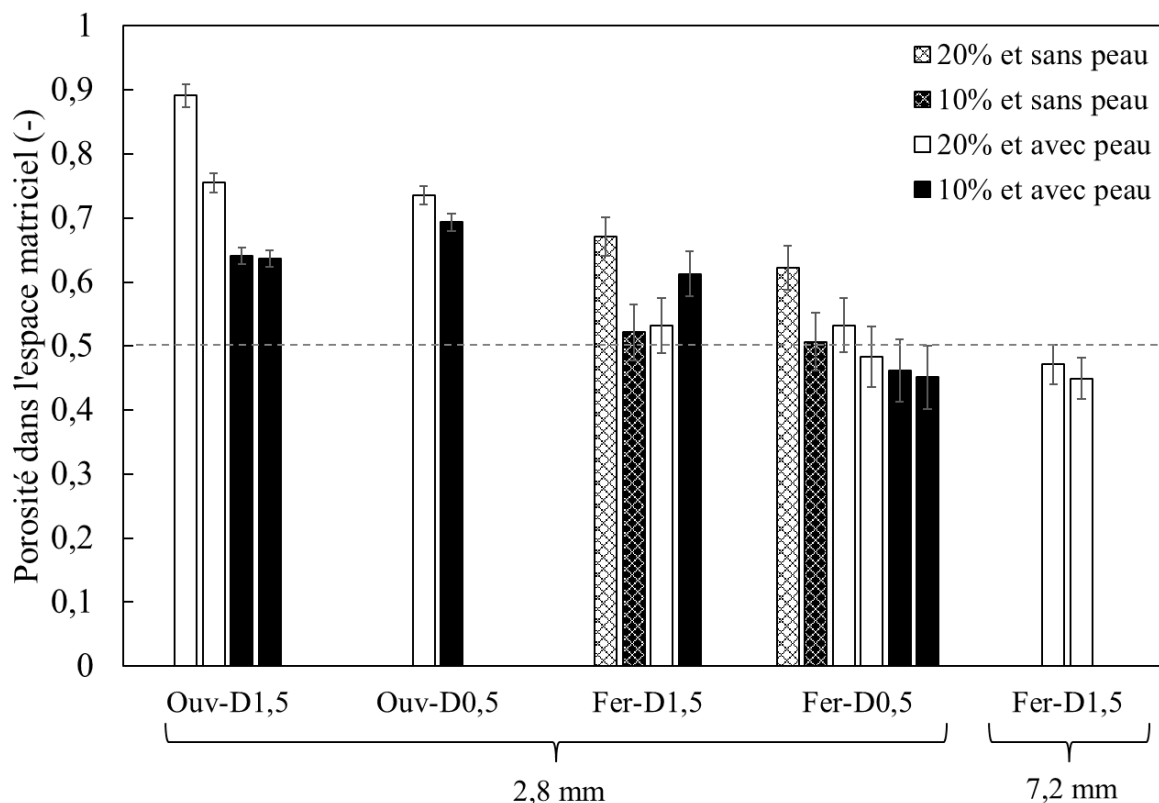


Figure 6-25 Porosité dans l'espace matriciel de CMC SiC/SiC fabriqués en fonction de la concentration de la suspension, de l'ouverture du toron (Ouv : ouvert, Fer : fermé), du débit de l'injection (D1,5 : 1,5 mL/min, D0,5 : 0,5 mL/min), de la peau de surface ainsi que de l'épaisseur de la texture fibreuse. La ligne pointillée à une porosité de 0,5 représente la valeur nominale recherchée

La Figure 6-26 montre deux coupes tomographiques dans le plan de surface de CMC à 2,8 mm et 7,2 mm d'épaisseur alors que la Figure 6-27 montre une coupe tomographique dans l'épaisseur d'un CMC à 7,2 mm d'épaisseur. En les analysant qualitativement, on remarque que la largeur des torons (0,8 mm à 1,2 mm) dans les préformes plus épaisses est plus fine que celles (1,1 mm à 1,4 mm) dans les préformes minces en moyenne. Le tissage interlock est identique, quelle que soit l'épaisseur de la texture, mais les torons eux-mêmes sont légèrement différents. Comme le montre la Figure 6-27, ceci a pour effet d'augmenter l'espace entre chaque toron dans les préformes à 7,2 mm d'épaisseur et, par conséquent, d'augmenter les diamètres effectifs moyens entre les torons (comparativement au 20~30 μm montré précédemment sur la Figure 6-24). Leur excellente santé

matière en comparaison aux CMC à 2,8 mm d'épaisseur confirme ainsi que les zones étroites dans les textures interlocks fines favorisent la formation de macroporosité.

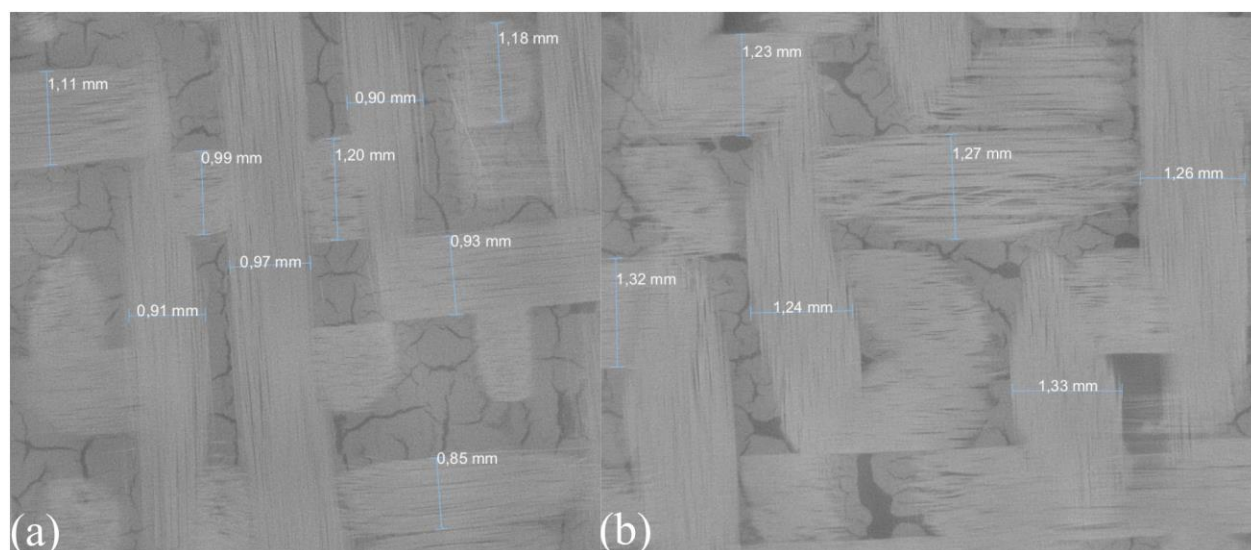


Figure 6-26 Comparaison de la largeur des torons dans des CMC avec l'armure interlock d'épaisseur de (a) 7,2 mm et (b) 2,8 mm

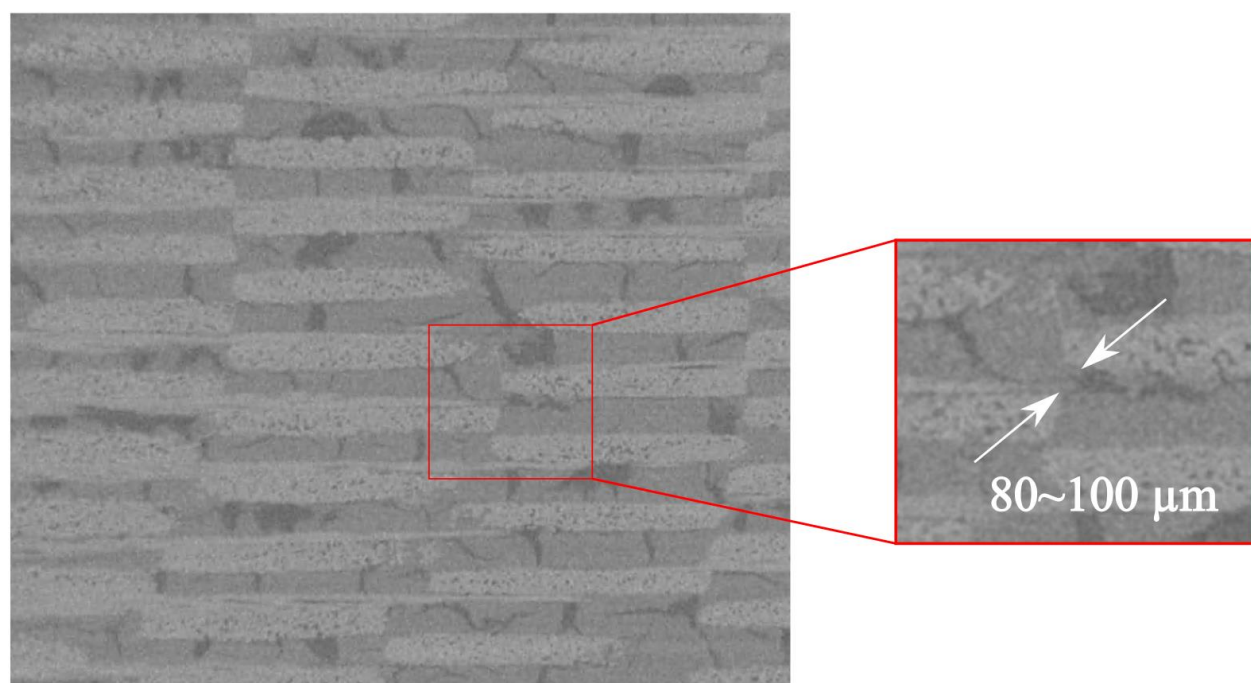


Figure 6-27 Coupe tomographique d'une texture interlock à 7,2 mm d'épaisseur où les diamètres effectifs entre les torons de chaque pli sont généralement plus élevés que ceux dans les textures interlock à 2,8 mm d'épaisseur

6.3.1.6 Conclusion du plan d'expériences SiC/SiC

L'objectif de ce plan d'expériences était d'analyser et comprendre les mécanismes physiques intervenant dans l'infiltration de particules en suspension lors de la fabrication de CMC SiC/SiC en fonction de facteurs typiques intervenant dans la mise en œuvre de ces matériaux. Dû à la complexité des textures fibreuses, plusieurs combinaisons de ces facteurs n'étaient pas envisageables et, par conséquent, le PEx a été fragmenté pour étudier les facteurs un par un au lieu de leurs effets combinés.

Plusieurs facteurs ont été étudiés au sein de ce plan d'expériences. Parmi ceux ayant un impact très significatif sur l'infiltration des particules et la formation de la macroporosité, la concentration de la suspension doit être citée. Lors de la fabrication des CMC SiC/SiC, la concentration de la suspension est le facteur qui a nettement dominé les autres puisque l'utilisation des concentrations élevées amenait à la formation de plus grands macropores en nombre et en taille, quelle que soit la configuration de l'essai. Il a été supposé que la rhéofluidifiante des suspensions, qui est croissante selon son taux de charge, est une des caractéristiques causant la formation de macroporosité. À l'échelle microscopique, il avait été déterminé expérimentalement par Phillips et al. (Phillips et al., 1992) qu'une migration particulaire avait lieu en fonction du taux de cisaillement perçu par la suspension. Par la suite, Dugois (Dugois, 2017) avait montré que la rhéofluidifiante des suspensions pouvait causer des changements brusques de sa viscosité, ce qui pourrait causer un désordre dans l'écoulement. Or, pour vérifier cette hypothèse expérimentalement, l'utilisation d'une autre suspension ayant des caractéristiques similaires (taux de charge, taille et forme des particules, etc.) aux suspensions utilisées pour cette étude, mais avec un profil de viscosité newtonien, aurait été désirable. En ce qui concerne les suspensions utilisées lors des travaux de cette thèse, il est recommandé d'utiliser une suspension au taux de charge de 10% volumique afin de maximiser la santé matière du composite. À ce taux de charge, la suspension n'est pas rhéofluidifiante et sa viscosité est moindre.

L'architecture textile est un autre facteur qui semble influencer l'infiltration particulaire au premier ordre. La caractéristique de tortuosité a été évoquée pour décrire le trajet ondulé de l'écoulement dans la préforme. Il a été montré que la formation de macropores entre les torons est moins favorable lorsque les textures présentent moins d'ondulations dans la direction d'écoulement. Dans le cas des textures interlock, les torons peuvent être particulièrement rapprochés entre chaque pli,

représentant des zones propices à l'accumulation de particules pour ensuite provoquer un blocage. Cela n'est pas le cas pour la texture en serge 2×2 qui est beaucoup moins tortueuse. Il est donc recommandé d'utiliser ces dernières pour maximiser la santé matière du composite.

La double échelle de porosité ne semble pas influencer directement l'infiltration des particules. Dans les deux cas de préforme, celui à torons ouverts (double échelle de porosité entre les torons et entre les fibres) et à torons fermés (simple échelle de porosité entre les torons), le remplissage de l'espace inter-torons est plutôt similaire. À l'échelle de porosité plus fine, la distance entre les fibres joue un rôle important dans la rétention puisque leur rapprochement augmente d'une part les effets de viscosité et de taux de cisaillement. D'autre part, la probabilité que les fibres retiennent mécaniquement les particules s'accroît. Cependant, l'intra-toron n'est pas accessible aux particules pour les CMC SiC/SiC en raison de l'interphase sur les fibres. C'est la zone inter-torons qui est critique.

Finalement, l'étude n'a pas été suffisamment poussée pour certains facteurs, entre autres le débit d'injection ainsi que la présence ou l'absence de la peau de surface. Le nombre restreint d'essais effectués a été insuffisant pour qualifier leurs effets. Concernant le débit d'injection, il aurait d'ailleurs été préférable d'augmenter l'écart entre les deux modalités de débit afin de bien capter les effets plausibles de rétention.

6.3.2 Plan d'expériences $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ avec le liant A

Contrairement aux préformes de carbure de silicium, la simplicité du tissage UD des préformes d'alumine ainsi que leur disponibilité ont permis de qualifier une plus grande variété de combinaison des facteurs à l'étude. Pour cette raison, le premier PEx $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ avec l'utilisation du liant A a été effectué selon la composition d'un plan Box-Behnken qui, comme mentionné dans la section 6.2, est un plan de 46 essais contenant 6 points centraux et 10 blocs d'essais où les modalités de deux des cinq facteurs sont portées à leur valeur maximale ou minimale. Pour rappel, cinq facteurs étaient à l'étude des composites d'alumine : la concentration de la suspension (C), la pression d'injection (P), l'espace entre les torons de la préforme (EIT), l'épaisseur du composite (Ép) ainsi que le taux volumique de fibres (TVF). La caractérisation de la porosité des CMC de ce PEx était, une fois de plus, le point focal de l'analyse et elle a montré que la majorité des défauts observables étaient dus à des résidus de liant qui n'avaient pas été éliminés lors de l'étape de

déliantage à l'eau. Ce résultat a fortement bruité les réponses du PEx, forçant la tenue d'un deuxième PEx avec le liant B qui est plus facilement extractible.

Il faut d'ailleurs mentionner que les méthodes de calcul de la porosité utilisées pour les composites d'alumine ont été similaires à celles appliquées pour les composites de carbure de silicium. La première est la mesure de porosité par densité géométrique. Ce calcul est facilement applicable, mais une estimation de la masse de fibre doit être tenue en compte puisque l'on ne connaît que la masse de la préforme avant qu'elle ne soit déliantée (cf. section 4.5). On ne peut donc qu'estimer la masse totale de liant retiré par l'eau pour remonter à une masse de fibres dans le composite. La macroporosité a également été analysée à l'aide de numérisations par tomographie avec une taille de voxel à 5 μm . La taille des macropores et des fissures dans les composites d'alumine (typiquement de 5 à 100 μm) est significativement plus petite que celle de la porosité visible contenue dans les composites en carbure de silicium (typiquement de 100 à 1000 μm). Dans les composites d'alumine, il est possible d'observer de petits macropores et quelques fissures de retrait dans les zones riches en matrice comme le montre la Figure 6-28. Cependant, puisque les contrastes de gris des macropores et des fissures étaient dans les mêmes gammes, ils ont donc été comptés dans la même catégorie. L'utilisation d'un seuillage simple a été employé dans le logiciel ImageJ pour segmenter les composites d'alumine.

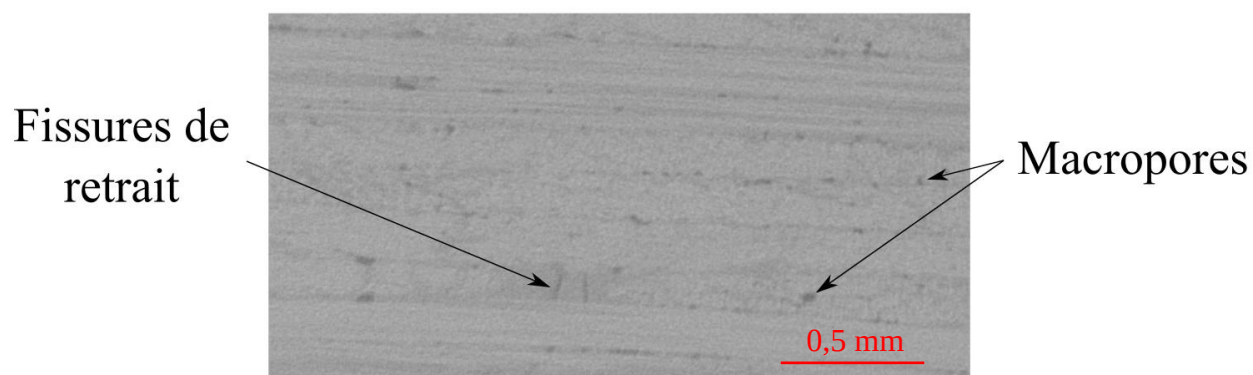


Figure 6-28 Exemple de numérisation tomographique d'un CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ montrant des fissures de retrait dans un espace inter-torons riche en matrice granulaire ainsi que des macropores. Étant un plan Box-Behnken à 46 essais, le PEx $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ avec le liant A a été analysé selon une approche statistique classique pour ce type de PEx dans le logiciel Statistica en considérant la porosité matricielle globale calculée par densité géométrique ainsi que la macroporosité calculée par segmentation de numérisations tomographiques que l'on cherche à minimiser. Un modèle

quadratique selon tous les facteurs a été produit afin de vérifier leurs effets principaux ainsi que leurs interactions. Le modèle contient donc 20 termes au total par réponse (porosité matricielle globale et macroporosité par tomographie). Les coefficients de détermination (R^2) ainsi que les coefficients de détermination ajustés (R^2 ajusté) sont présentés dans le Tableau 6-5 pour les deux réponses. Le coefficient de détermination (non ajusté) tend à surestimer la qualité de la régression, surtout en augmentant le nombre de termes dans le modèle. Le coefficient de détermination ajusté est, comme son nom l'indique, ajusté pour tenir compte du nombre de coefficients dans la régression. Il sert donc à corriger cette surestimation.

Tableau 6-5 Coefficients de détermination du modèle quadratique en fonction de la réponse étudiée

	R^2	R^2 ajusté
Porosité matricielle globale	0,70431	0,46776
Macroporosité par tomographie	0,66593	0,39868

Pour visualiser l'effet des facteurs, un diagramme de Pareto est présenté sur la Figure 6-29. Sur ce diagramme, tous les paramètres du modèle sont classés avec une bande dans leur ordre d'importance. Une bande plus longue indique que l'influence du paramètre est plus importante sur la réponse du modèle (la porosité). La couleur de la bande indique le signe du paramètre (noire : négatif, blanche : positif). Dans ce cas-ci, une bande noire signifie que l'augmentation de la valeur du paramètre entraîne une diminution de la réponse. Par exemple, le facteur le plus significatif du modèle selon le diagramme de Pareto sur la Figure 6-29 est le coefficient linéaire de l'épaisseur du composite (Ép). Ayant une bande noire, cela indique que l'augmentation de l'épaisseur du composite entraîne une diminution de la porosité. Pour les bandes blanches, c'est l'inverse.

Ensuite, deux lignes (bleue et rouge) sont placées sur le diagramme pour représenter les effets significatifs avec une confiance de 95% selon le calcul d'erreur (ou quantification du bruit dans la réponse) utilisé. Cette dernière a été calculée de deux façons. La première est le calcul de l'erreur pure qui utilise les répétitions des essais afin de calculer l'erreur directement. Dans ce PEx, seul le point central a été répété 5 fois (donc l'essai a été effectué 6 fois). L'erreur pure est donc calculée à l'aide de ces points uniquement. La deuxième est une estimation indirecte de l'erreur basée sur la somme des carrés résiduels de tous les essais du PEx sur le modèle. Les paramètres dont la bande dépasse une ligne (p-value sous 0,05 selon un test de Student) sont donc considérés comme ayant

un effet significatif en tenant compte de l'erreur respective. Il est important de mentionner que l'erreur résiduelle peut être décomposée en deux composantes : l'erreur pure et l'erreur due à l'ajustement du modèle. Ici, sur la Figure 6-29, on remarque que les paramètres significatifs sont très similaires, quelle que soit l'erreur utilisée. L'ajustement du modèle est donc probablement adéquat. Selon le diagramme de Pareto (Figure 6-29), on peut retenir 5 paramètres significatifs dans leur ordre décroissant d'importance :

1. Le terme linéaire de l'épaisseur du composite
2. L'interaction de l'espace inter-torons et de la pression d'injection
3. L'interaction du taux volumique de fibres de la préforme et de la pression d'injection
4. Le terme linéaire du taux volumique de fibres de la préforme
5. Le terme linéaire de la concentration de la suspension

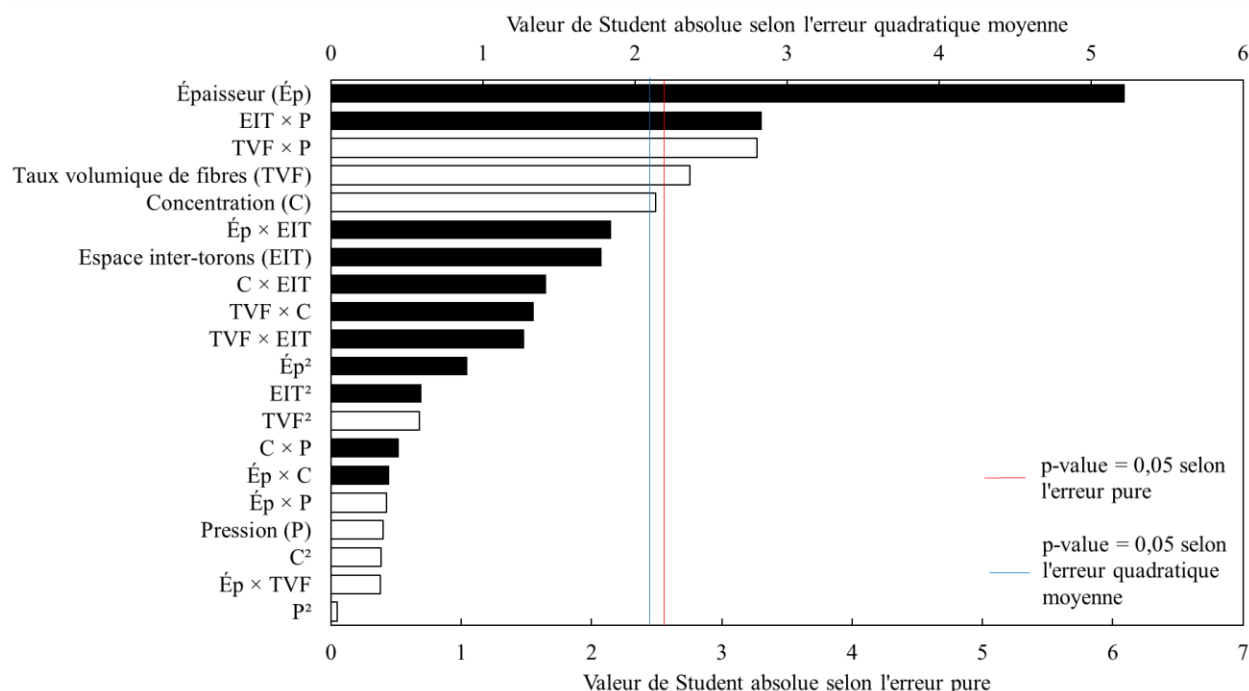


Figure 6-29 Diagramme de Pareto des paramètres du PEx $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ avec le liant A selon la porosité dans l'espace matriciel. Les bandes noires indiquent que l'augmentation du facteur entraîne une diminution de la porosité du CMC alors que les bandes blanches indiquent que l'augmentation du facteur entraîne une augmentation de la porosité. Les facteurs dont la bande dépasse les lignes rouge ou bleue sont considérés comme significatif avec une confiance de 95% ($p\text{-value} = 0,05$) selon le calcul de l'erreur pure ou l'erreur quadratique moyenne respectivement

En premier lieu, les effets principaux (représentant les termes linéaires et quadratiques des facteurs) peuvent être présentés en effectuant une analyse de la variance des effets. Cette dernière se trouve sur la Figure 6-30 où les courbes en rouge représentent les facteurs significatifs. Au premier coup d'œil, on voit clairement que l'épaisseur est le facteur présentant l'influence la plus significative, suivi du taux volumique de fibre puis de la concentration volumique de la suspension. De la même manière, on remarque que la pression d'injection ainsi que l'EIT présentent un impact moindre, ce qui est cohérent avec le digramme de Pareto sur la Figure 6-29. Pour mieux comprendre ces résultats, l'analyse de l'influence de chaque facteur (incluant ceux qui ne sont pas significatifs selon le modèle) sera présentée dans les sous-sections suivantes. En ce qui concerne les interactions qui ont été soulevées à l'aide du diagramme de Pareto de la Figure 6-29, il faudra utiliser des surfaces de réponse pour mieux visualiser les effets. Cela sera réalisé en second lieu, après l'analyse

de l'influence des facteurs individuellement pour tenter d'appliquer ces explications aux interactions.

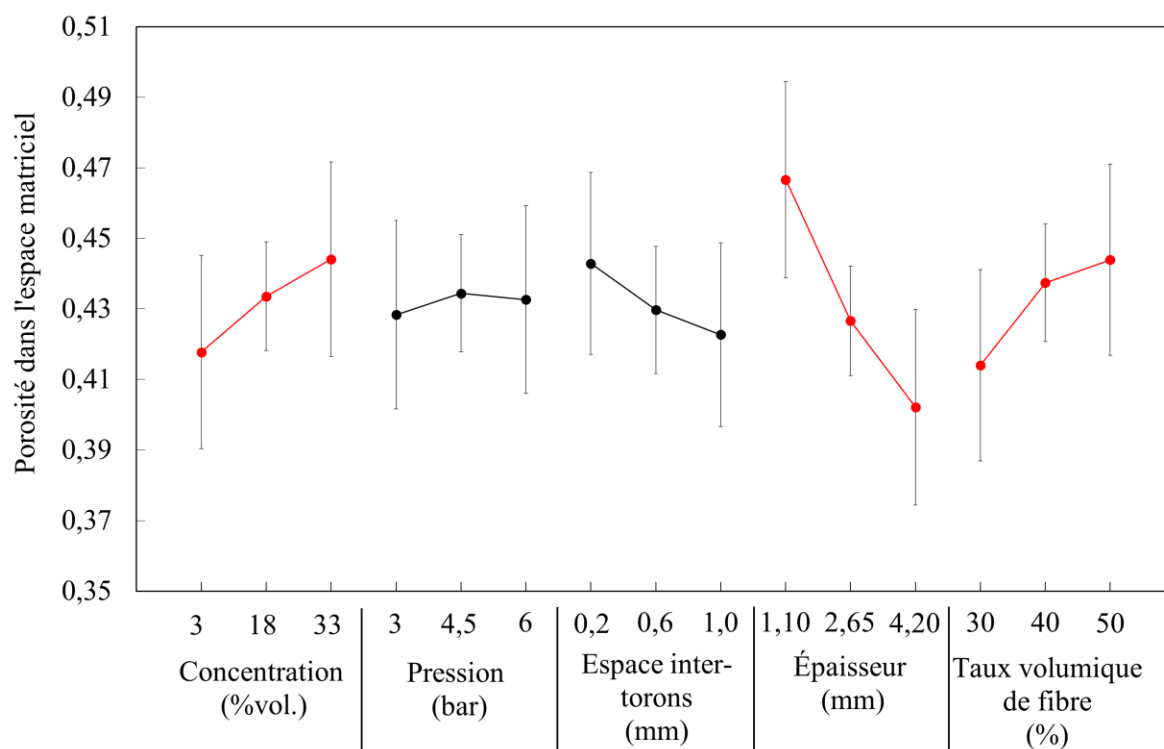


Figure 6-30 Analyse de la variance des effets principaux linéaires du PEx $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ avec le liant A selon la porosité dans l'espace matriciel. Les points en rouge sont significatifs avec une confiance de 95% alors que les points en noir ne le sont pas

Un deuxième diagramme de Pareto a également été produit pour la macroporosité mesurée à l'aide de la segmentation des numérisations tomographiques malgré le fait que la majorité de la macroporosité des CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ avec le liant A provient de résidus de liant. Ce diagramme de Pareto est présenté sur la Figure 6-31. Dans ce cas-ci, l'écart entre l'erreur pure et l'erreur quadratique moyenne est plutôt grand. Plus précisément, l'erreur pure calculée avec les répétitions du point central est très faible comparativement à l'erreur quadratique moyenne calculée avec tous les points du PEx. La raison est vraisemblablement que la valeur de la macroporosité dépend de la plaque fibreuse (cf. Figure 4-12) où les coupons de fibres ont été découpés pour la mise en œuvre des CMC. Il se pourrait fortement que la quantité de résidus de liant dans une pièce soit dépendante des caractéristiques initiales de la plaque (épaisseur, nombre de plis, espace inter-torons) ou de la quantité initiale de liant sur les plaques. Cela expliquerait les écarts de macroporosité

particulièrement faibles sur les points centraux puisque les coupons de fibres provenaient de plaques ayant des caractéristiques identiques. Cette hypothèse est d'ailleurs appuyée par les paramètres les plus significatifs du diagramme de Pareto. En effet, cinq des six paramètres les plus importants sont des paramètres textiles.

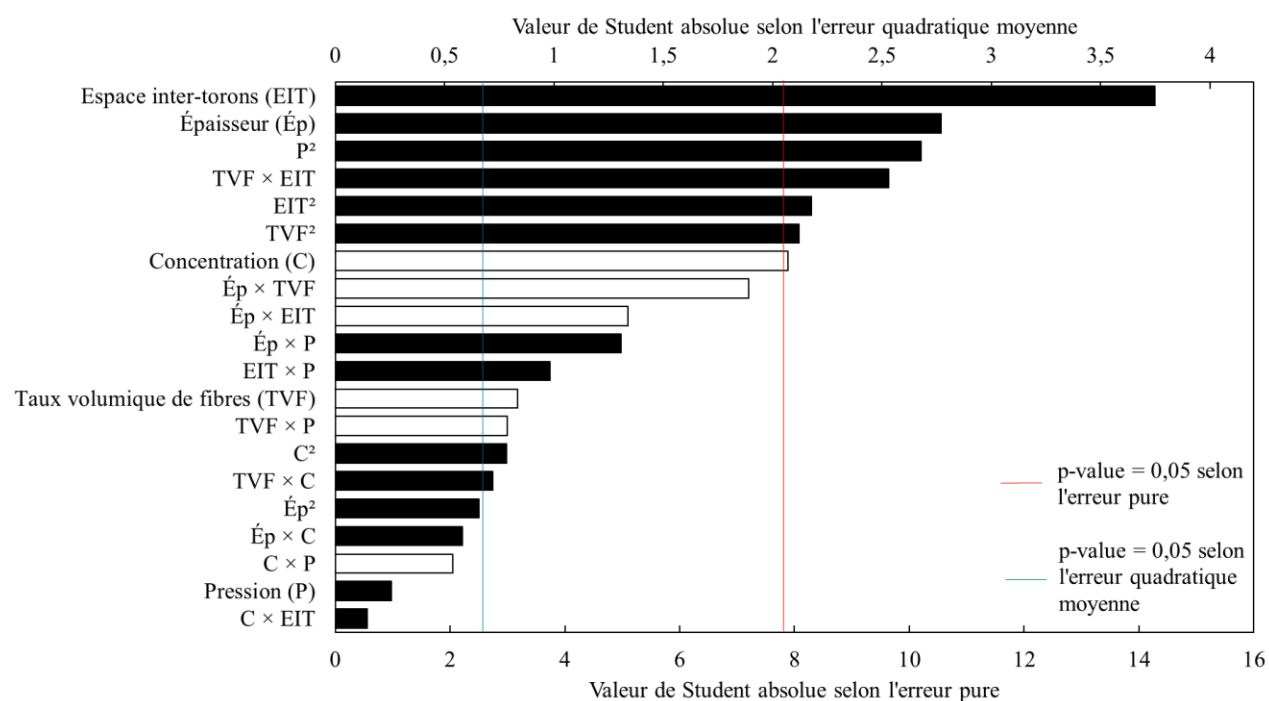


Figure 6-31 Diagramme de Pareto des paramètres du PEx Al_2O_3/Al_2O_3 avec le liant A selon la macroporosité mesurée par segmentation de tomographies. Les bandes noires indiquent que l'augmentation du facteur entraîne une diminution de la porosité du CMC alors que les bandes blanches indiquent que l'augmentation du facteur entraîne une augmentation de la porosité. Les facteurs dont la bande dépasse les lignes rouge ou bleue sont considérés comme significatif avec une confiance de 95% (p -value = 0,05) selon le calcul de l'erreur pure ou l'erreur quadratique moyenne respectivement

Les effets principaux de l'analyse de la macroporosité sont affichés graphiquement sur la Figure 6-32. Les effets des facteurs textiles viennent tout juste d'être discutés; la macroporosité, majoritairement composée de résidus de liant, est dépendante des plaques qui ont été utilisées pour la découpe des coupons de fibres. Or, la concentration de la suspension, qui n'est pas liée au type de plaque, a tout de même un effet significatif. Ces résultats seront discutés dans les prochaines sections avec l'analyse de la porosité dans l'espace matriciel. Les effets d'interaction

« significatifs » de la macroporosité soulevés par le diagramme de Pareto précédent ne seront toutefois pas traités.

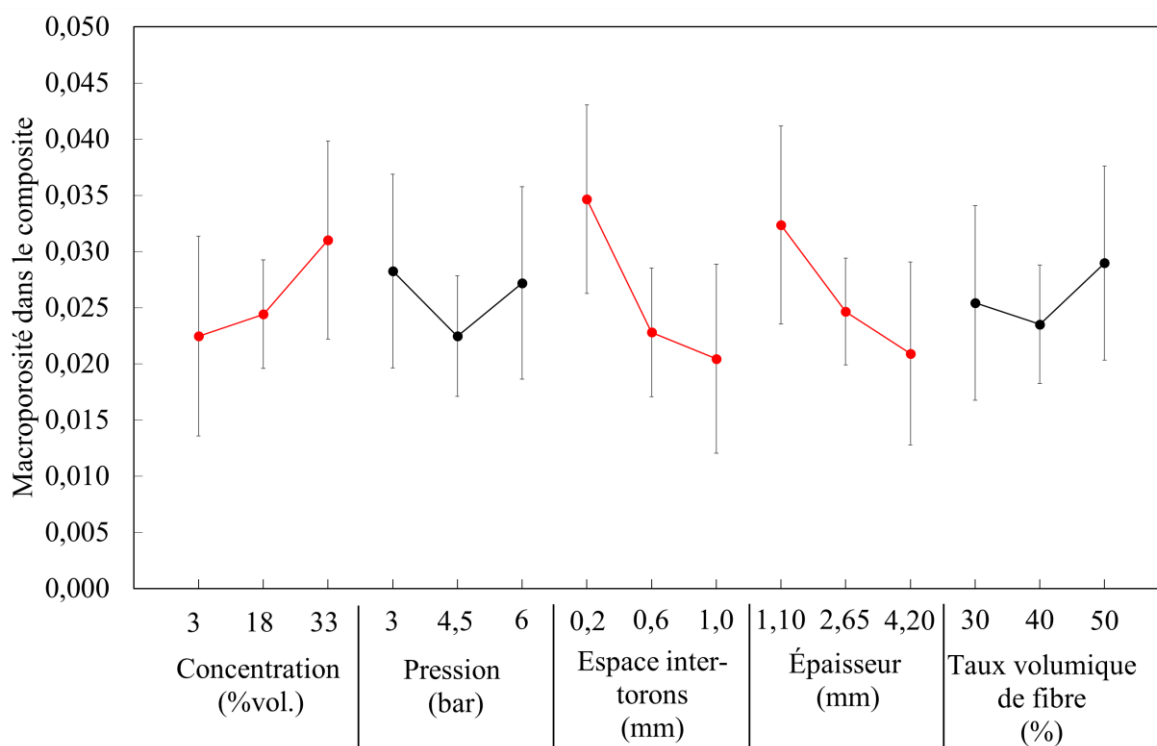


Figure 6-32 Analyse de la variance des effets principaux linéaires du PEx $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ avec le liant A selon la macroporosité mesurée par segmentation de tomographies. Les points en rouge sont significatifs avec une confiance de 95% alors que les points en noir ne le sont pas

6.3.2.1 Effet de la concentration de la suspension

Tout d'abord, la concentration de la suspension avait déjà été discutée dans la section 6.3.1 sur l'analyse du PEx SiC/SiC. Il est fort probable que les effets de la concentration soient transposables aux CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ puisque les caractéristiques des suspensions et des milieux sont similaires dans les deux cas. Or, les suspensions d'alumine sont tout de même moins favorables à la formation de macropores pour certaines raisons.

La première est que les particules d'alumine sont près de 6 fois plus petites en moyenne que les particules de carbure de silicium ($0,15\text{-}0,25\ \mu\text{m} > 1,4\ \mu\text{m}$) utilisées pour ces travaux alors que les fibres sont de taille très similaire dans les deux cas ($\sim 10\ \mu\text{m}$). La probabilité qu'il y ait des blocages physiques de particules est donc significativement réduite, mais pas nulle. Cela peut être affirmé surtout pour la zone inter-torons dont la taille est d'un à deux ordres de grandeur plus élevée que

celle de la zone intra-toron. La zone intra-toron peut tout de même provoquer des effets de rétention.

Cela amène la deuxième raison qui est que les suspensions d'alumine sont plus stables que les suspensions de carbure de silicium. Les détails des suspensions ne peuvent pas être divulgués pour des raisons de confidentialité, mais une des caractéristiques des suspensions d'alumine qui favorise leur écoulement entre les fibres des préformes est la bonne dispersion des particules et leur tendance à rester dispersées contrairement aux suspensions de carbure de silicium qui sont moins stables. La bonne dispersion des suspensions d'alumine utilisées dans les travaux de cette thèse favorise, d'une part, la diffusion des particules lorsqu'elles circulent dans la texture, mais elle minimise également les risques de blocages mécaniques puisque les diamètres effectifs des particules restent à leurs valeurs minimales.

La troisième et dernière raison est que les suspensions d'alumine présentent un caractère moins rhéofluidifiant que les suspensions de carbure de silicium. En effet, dans les suspensions qui ont été étudiées dans les travaux de cette thèse, seule la suspension d'alumine chargée à 33% présente un caractère rhéofluidifiant faible (cf. Figure 4-17). Il avait été supposé dans la section 6.3.1.1 que la rhéofluidiance couplée aux phénomènes de diffusion particulaire par le taux de cisaillement pouvaient entraîner des changements brusques de la viscosité locale de la suspension lors de son écoulement dans les préformes céramiques. Or, il a été montré que ces effets pouvaient être observables à l'échelle des torons pour les préformes en carbure de silicium à torons fermés. À l'échelle des fibres (intra-toron), il avait été montré que les particules n'accédaient pas à l'espace dans le toron par blocage mécanique, notamment parce que la taille des particules de carbure de silicium est du même ordre de grandeur avec la porosité de l'intra-toron. Dans le cas des composites d'alumine, il y a plutôt deux ordres de grandeur entre les particules et la porosité de l'intra-toron. Si les effets de changements brusques de viscosité dus à la rhéofluidiance de la suspension sont présents dans les composites d'alumine, il est possible qu'ils soient observables à l'échelle de l'intra-toron plutôt qu'à l'échelle des torons.

Cela étant dit, ces hypothèses restent dans le domaine spéculatif. Certains échantillons ont été observés à fort grossissement au MEB, mais rien ne suggère que la concentration ait un effet significatif sur l'infiltration. Des mesures de porosité par PHg ont également été effectuées, mais le constat est identique à celui des observations au MEB. Quelques courbes de la distribution de la

porosité sont présentées sur la Figure 6-33. Comparativement aux CMC SiC/SiC, les courbes des CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ sont beaucoup plus similaires les unes aux autres. Les pics de microporosité intergranulaire se situent entre 63 et 73 nm dans tous les cas et la macroporosité est moindre en proportion. Dans les exemples présentés ci-dessous illustrant des courbes de porosité des CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ en fonction de la concentration de la suspension qui a été utilisée pour l'injection, on ne peut qu'observer une très faible proportion de macroporosité comparativement à la microporosité. Les pics de microporosité intergranulaire ne présentent également pas de différences marquées.

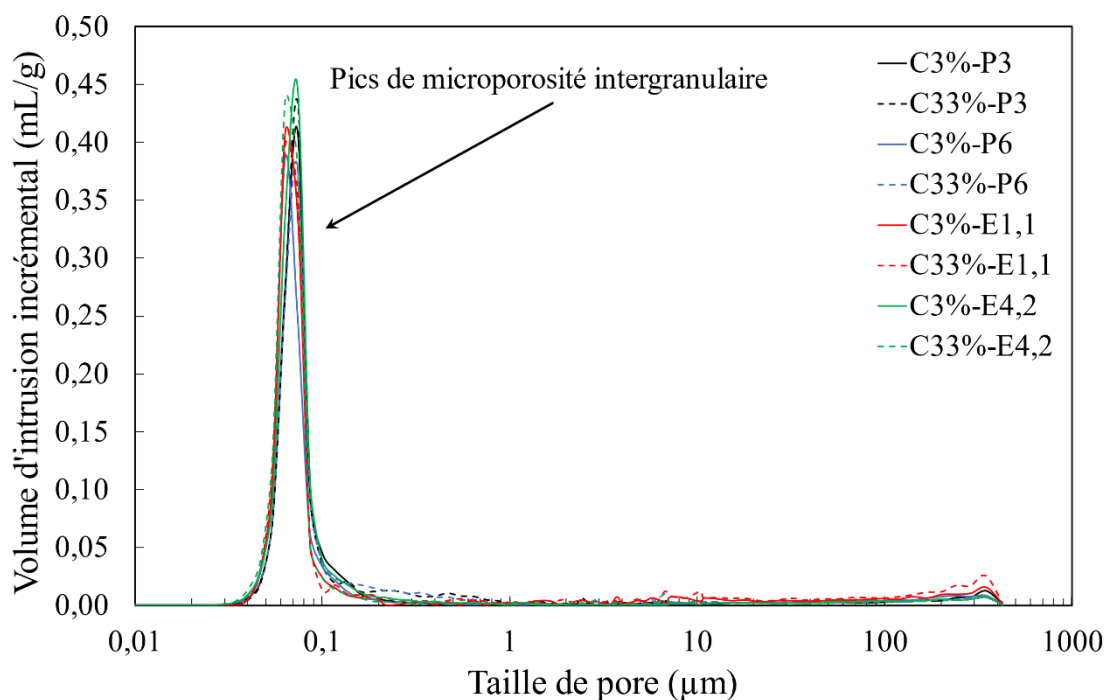


Figure 6-33 Comparaisons de la distribution de la porosité mesurée par PHg dans des CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ en fonction de la concentration de la suspension (C3% et traits pleins : 3%vol., C33% et traits pointillés : 33%vol.), la pression d'injection (P3 : 3 bar, P6 : 6 bar) et l'épaisseur du composite (E1,1 : 1,1 mm, E4,2 : 4,2 mm). Les paramètres qui ne sont pas affichés dans la légende sont à leur valeur médiane

Il faut noter que les taux de porosité dans l'espace matriciel sont rapprochés bien qu'ils soient significativement différents selon les analyses de la variance. On parle d'une porosité moyenne d'environ 41,8% pour tous les échantillons fabriqués à l'aide d'une suspension chargée à 3% volumique de particules en comparaison à une porosité de 44,4% pour les échantillons fabriqués à

l'aide d'une suspension chargée à 33%. Cet écart relativement faible est possiblement la raison pour laquelle il est difficile d'observer les effets des phénomènes physiques liés à la concentration de la suspension durant l'infiltration.

6.3.2.2 Effet de la pression d'injection

En considérant un cru de particules incompressible, comme c'est le cas pour ces travaux, la pression n'affecte pas la compaction du cru. La pression d'injection de la suspension est donc connexe au débit d'injection puisqu'elle influence, d'une certaine manière, la vitesse de l'écoulement. Il avait été mentionné dans la section 6.3.1.2 que le débit de l'injection influençait la rétention de particules. Un effet de rétention accentuée est observable à des débits élevés selon Safran. Pour les injections de cette thèse, une montée en pression à débit constant a été effectuée avant d'atteindre une pression cible où le contrôle de la colonne de Darcy passe en contrôle de pression. Ce débit de montée en pression était identique pour toutes les injections d'alumine à pression constante. Il représente d'ailleurs la vitesse maximale de l'écoulement. En effet, l'écoulement ralentit progressivement suivant l'atteinte de la pression cible puisque la résistance à l'écoulement de la suspension augmente proportionnellement à l'épaisseur du cru déposé et puisque l'aire de section reste constante durant toute l'injection. La vitesse maximale de l'écoulement serait, dans ce cas-ci, le paramètre critique à considérer puisque les écoulements plus lents sont bénéfiques pour limiter la formation de mésoporosité et de macroporosité. Il est donc tout à fait normal que l'on n'observe aucun impact sur le taux de porosité des composites en fonction de la pression d'injection.

6.3.2.3 Effet de l'espace inter-torons

Un parallèle à l'espace inter-torons des CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ peut être fait avec les CMC SiC/SiC de 7,2 mm d'épaisseur qui avaient été présentés dans la section 6.3.1.5. Ces derniers présentaient des torons légèrement moins larges que ceux dans les textures de 2,8 mm d'épaisseur, ce qui avait pour conséquence de laisser des espaces plus grands pour l'écoulement de la suspension et ainsi limiter les probabilités qu'il se produise des blocages mécaniques. Une valeur d'EIT plus grande laisse théoriquement des canaux plus élargis pour le transport de la suspension entre les torons. Or, en discutant des effets de la concentration de la suspension sur l'infiltration des CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ dans la section 6.3.2.1, il a été mentionné que la zone inter-torons n'est pas celle où les défauts de remplissage se forment; c'est plutôt la zone intra-toron qui est critique.

Le graphique de l'analyse de la variance de la porosité dans l'espace matriciel (cf. Figure 6-30) présentait une légère tendance non significative à ce qu'une augmentation de l'EIT entraîne une diminution de la porosité dans l'espace matriciel. On peut alors retourner au diagramme de Pareto de la macroporosité (cf. Figure 6-31) et remarquer que le terme linéaire de l'EIT est le paramètre le plus significatif selon la même tendance, c'est-à-dire que l'augmentation de l'EIT entraîne une diminution de la porosité dans l'espace matriciel.

La Figure 6-34 montre quelques comparaisons de la distribution de la porosité de CMC avec un EIT de 1,0 mm par rapport à un EIT de 0,2 mm. Sur cette figure, on voit que les pics de microporosité représentent la portion majoritaire du volume de porosité dans les échantillons. Pour comparer le volume total des défauts de remplissage en fonction de l'EIT, le volume poreux moyen dont la taille est supérieure à $0,1\ \mu\text{m}$ a été calculé pour les trois modalités d'EIT. Les résultats sont montrés sur la Figure 6-35 et maintiennent les tendances des mesures de macroporosité par tomographie.

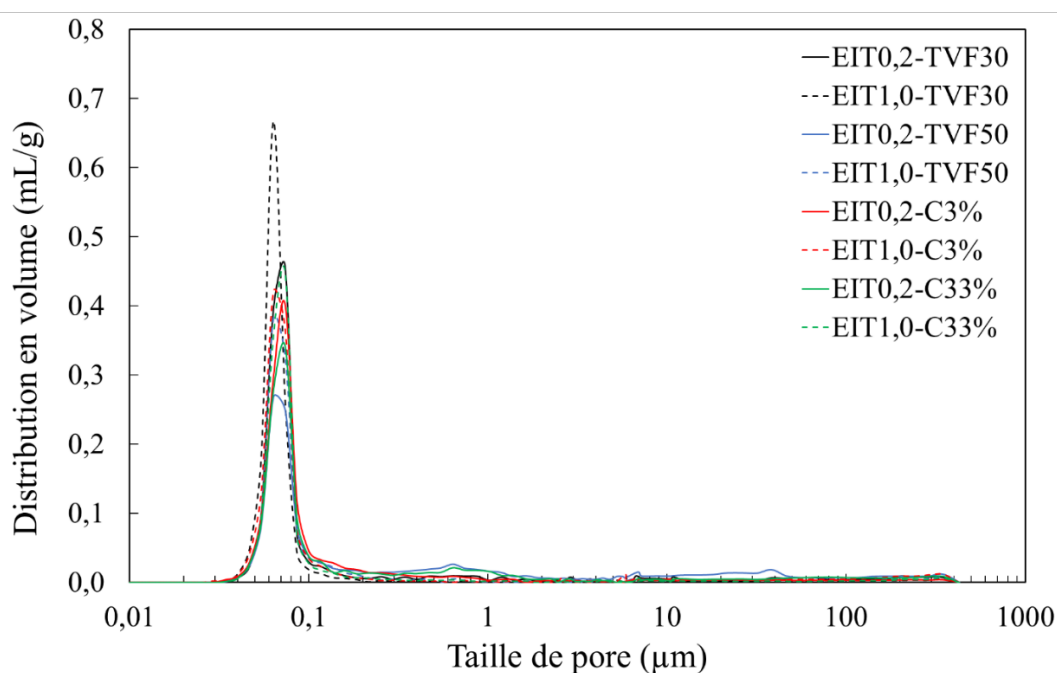


Figure 6-34 Comparaisons de la distribution de la porosité mesurée par PHg dans des CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ en fonction de l'espace inter-torons (EIT0,2 et traits pleins : 0,2 mm, EIT1,0 et traits pointillés : 1,0 mm), du taux volumique de fibres (TVF30 : 30%, TVF50 : 50%) et de la concentration de la suspension (C3% : 3%vol., C33% : 33%vol.). Les paramètres qui ne sont pas affichés dans la légende sont à leur valeur médiane

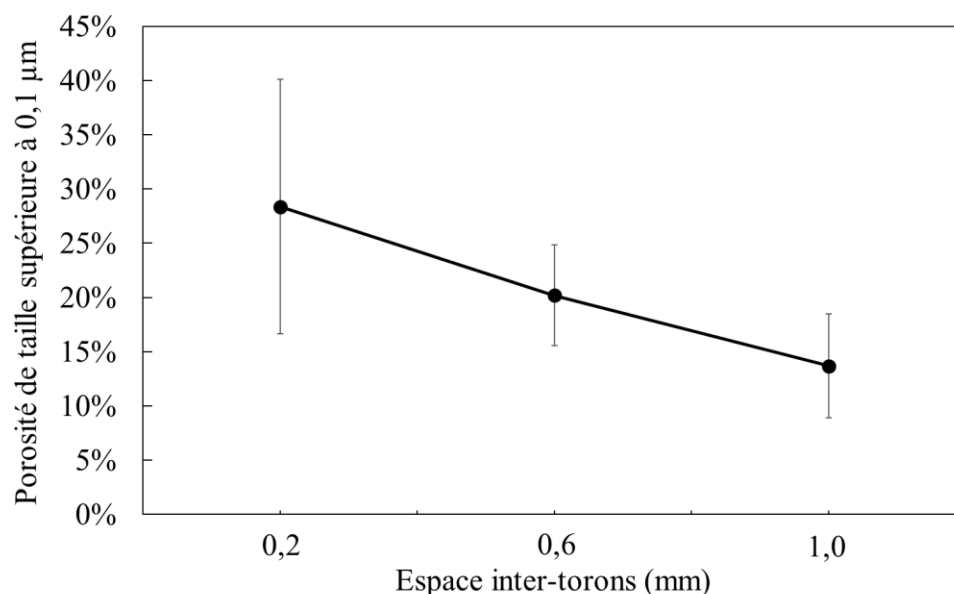


Figure 6-35 Comparaison du volume de porosité mesurée par PHg dont la taille est supérieure à 0,1 μm dans les CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ selon les trois modalités d'espace inter-torons. Les données proviennent des mesures de porosité par intrusion de mercure

Les échantillons ont également été analysés qualitativement. Sur numérisations par tomographie, on peut apercevoir des macropores le long des torons sur leurs surfaces supérieure et inférieure entre les plis comme le montre la Figure 6-36 a représentant un CMC avec un EIT faible alors que ce n'est pas le cas en le comparant à son homologue avec EIT élevé (Figure 6-36 b). Ces macropores sont des résidus de liant considérant leur forme typique de choux-fleurs dont un exemple est montré sur la Figure 6-37.

Deux raisons peuvent être avancées pour expliquer que les préformes à EIT faible possèdent une quantité plus importante de résidus de liant. La première serait un ajout additionnel de liant durant l'étape de drapage puisque le nombre de torons par unité de longueur augmente par rapport à la valeur de l'EIT. La deuxième est la différence d'espace pour évacuer le liant durant l'étape de déliantage à l'eau. Durant cette procédure, les espaces entre les torons représentent des chemins faciles pour l'évacuation du liant. Or, des résidus sont plus simplement capturés par les fibres lorsque l'EIT est réduit.

En outre, l'EIT affecte fortement la présence de macropores surtout liés aux résidus de liant après l'étape de déliantage des renforts. Cependant, les variations de cette macroporosité dues à l'EIT ne sont pas significatives par rapport la porosité dans l'espace matriciel d'un CMC qui comporte l'ensemble de la microporosité, de la macroporosité ainsi que de la macroporosité.

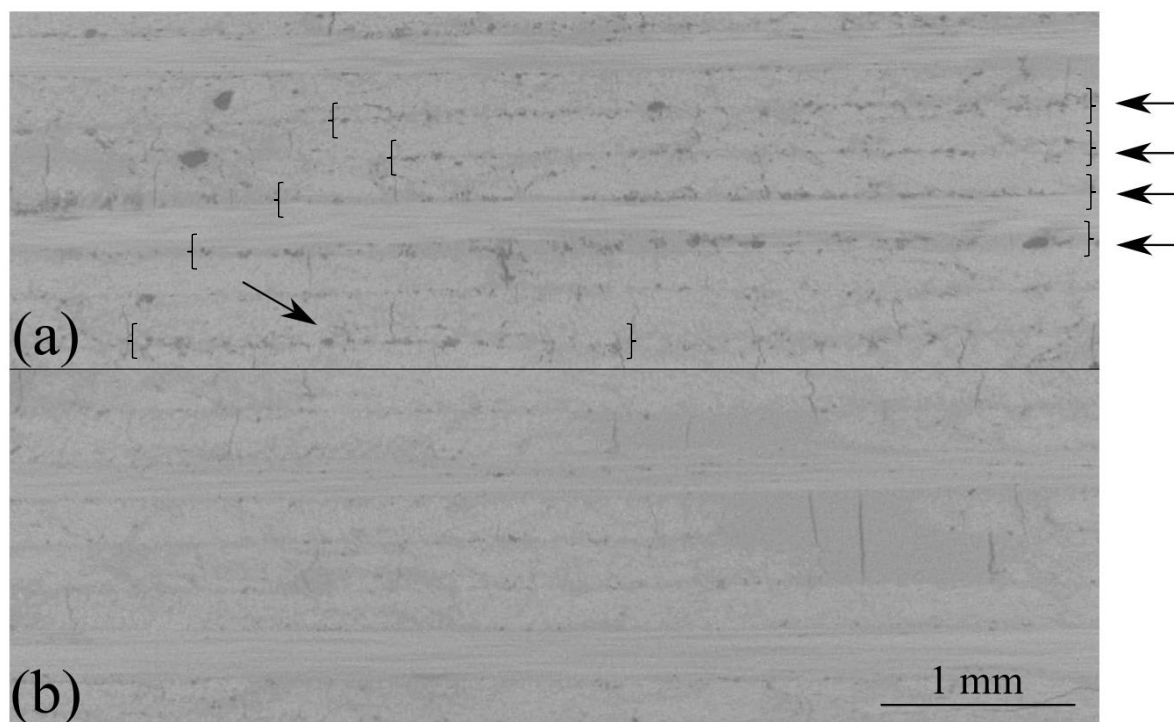


Figure 6-36 Comparaison de la macroporosité entre les nappes de plis de CMC Al₂O₃/Al₂O₃ en coupe tomographique en fonction de leur espace inter-torons moyen de (a) 0,2 mm et de (b) 1,0 mm. Les flèches pointent des zones inter-plies entre accolades qui sont riches en défauts formés par des résidus de liant

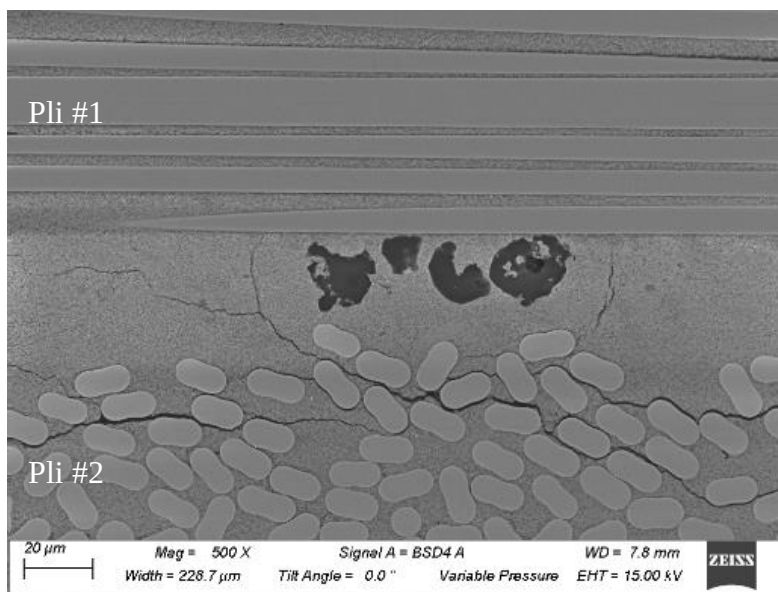


Figure 6-37 Exemple d'un macropore causé par un résidu de liant entre deux plis d'un CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$

6.3.2.4 Effet du taux volumique de fibres

Le taux volumique de fibres est un facteur qui affecte principalement l'entassement des fibres dans les torons. On peut comprendre que l'on compacte les torons lorsqu'on augmente la fraction volumique de fibres. Par conséquent, la texture fibreuse se retrouve avec davantage de zones ayant un TVF local élevé. Dans la section 6.3.1.4 où l'impact de l'ouverture du toron sur l'infiltration dans les textures de carbure de silicium avait été abordé, il avait été expliqué qu'un TVF local élevé de fibres pouvait bloquer mécaniquement l'accès aux particules et possiblement augmenter les effets de viscosité locale.

Les résultats de l'analyse statistique du PEx $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ avec le liant A (cf. Figure 6-30) semblent appuyer ces observations puisqu'une augmentation du TVF est généralement accompagnée d'une augmentation de la porosité dans l'espace matriciel. Cependant, ce n'est pas le cas pour les mesures de macroporosité selon les numérisations par tomographie à $5\text{ }\mu\text{m}$ (cf. Figure 6-32). On ne repère pas d'impact du TVF selon l'analyse par tomographie parce que la résolution de la numérisation n'est pas suffisamment fine pour capter la zone intra-toron. Pour une résolution de $5\text{ }\mu\text{m}$, il est estimé que la taille du pore doit être d'au moins $25\text{ }\mu\text{m}$ pour être segmenté. En effet, il faut qu'il y ait un nombre suffisant de voxels sombres (représentant une absence de matière dense) adjacents pour que le pore soit détectable.

Toutefois, la mésoporosité intra-toron est observable au MEB comme le montre la Figure 6-38 qui présente les défauts de remplissage principaux que l'on retrouve dans les pièces. Les origines de la mésoporosité entre les fibres sont diverses. Bien sûr, la taille des résidus de liant peut également se trouver dans l'ordre de grandeur des fibres. Dans la section précédente (section 6.3.2.3), il avait été mentionné que la réduction de l'espace inter-torons pouvait restreindre l'évacuation du liant. Il serait alors logique d'évoquer la possibilité que le compactage des fibres à TVF élevé ait le même effet à cette échelle de taille également. On remarque des zones entre des fibres qui ne contiennent pas de particules. Bien que les images au MEB ne sont qu'une coupe sans information dans le sens de la profondeur dans l'image, on peut supposer que l'absence de particule est due à un blocage mécanique par les fibres. Finalement, on voit certaines bulles de forme régulière ou ayant des parois lisses. Ces bulles sont possiblement des bulles de gaz qui n'ont pas été évacuées lors de l'étape de la présaturation de la préforme. Elles pourraient également provenir de l'emprisonnement de la suspension puis de son retrait sur les parois des fibres comme il a été expliqué dans la section 6.3.1.1.

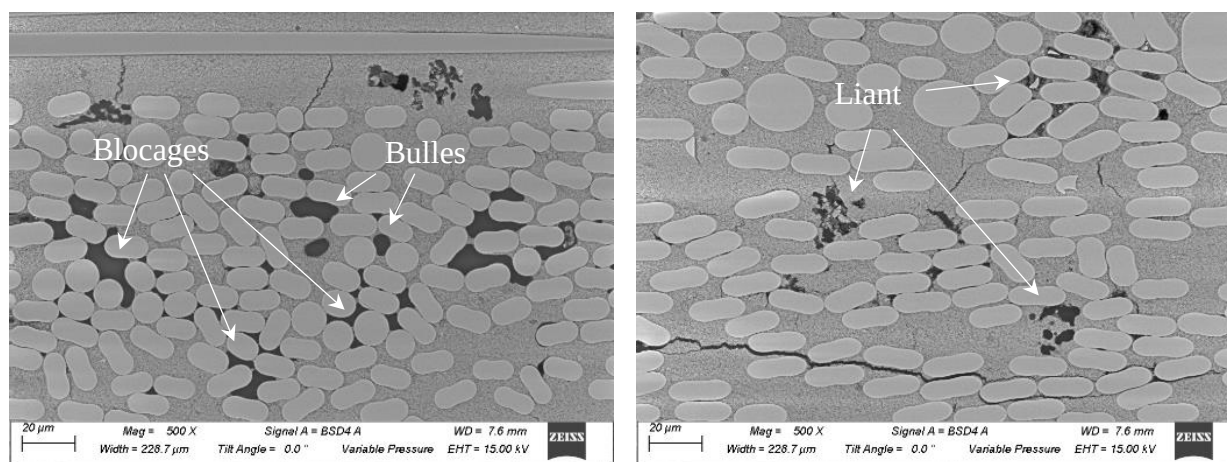


Figure 6-38 Exemples typiques de mésoporosité intra-toron dans les CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$

En analysant les données de porosité par PHg, il a été observé que le pic de microporosité est légèrement élargi vers une taille plus élevée de porosité lorsqu'on augmente le TVF. Ce constat est montré sur la Figure 6-39. La tendance a ensuite été confirmée en mesurant les moyennes de taux de porosité dont la taille se situe entre $0,1\ \mu\text{m}$ et $0,2\ \mu\text{m}$ en fonction du TVF où les résultats sont présentés sur la Figure 6-40.

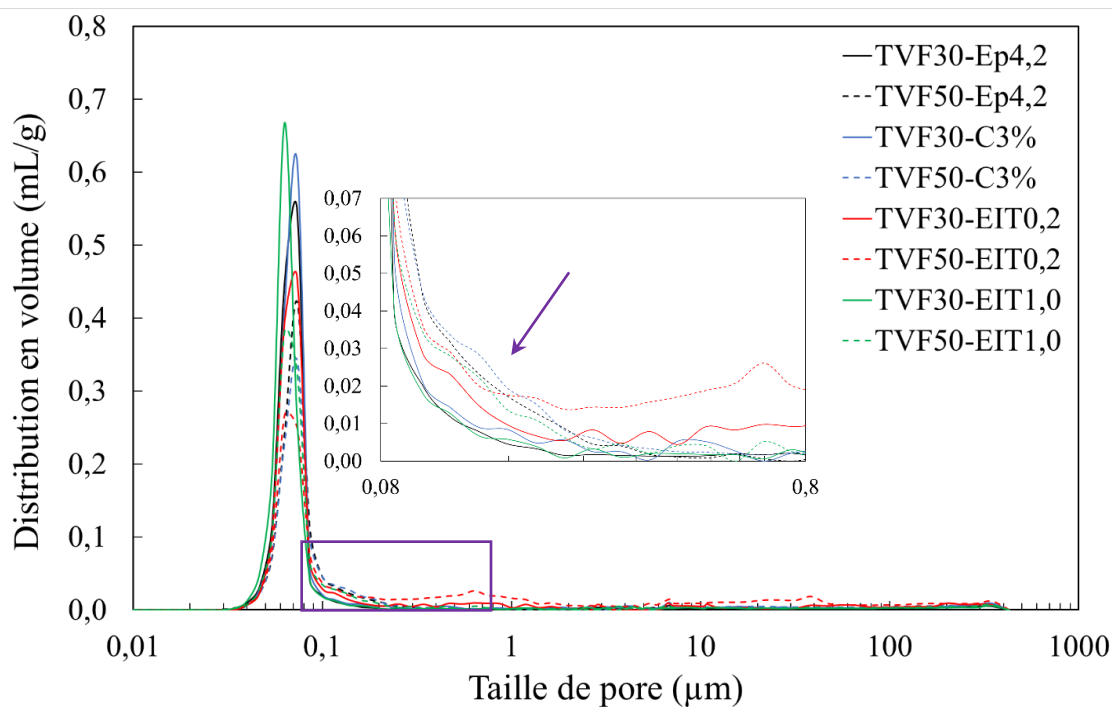


Figure 6-39 Comparaisons de la distribution de la porosité mesurée par PHg dans des CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ en fonction du taux volumique de fibres (TVF30 et traits pleins : 30%, TVF50 et traits pointillés : 50%), de l'épaisseur (Ep4,2 : 4,2 mm), de la concentration de la suspension (C3% : 3%vol) et l'espace inter-torons (EIT0,2 : 0,2 mm, EIT1,0 : 1,0 mm). Les paramètres qui ne sont pas affichés dans la légende sont à leur valeur médiane

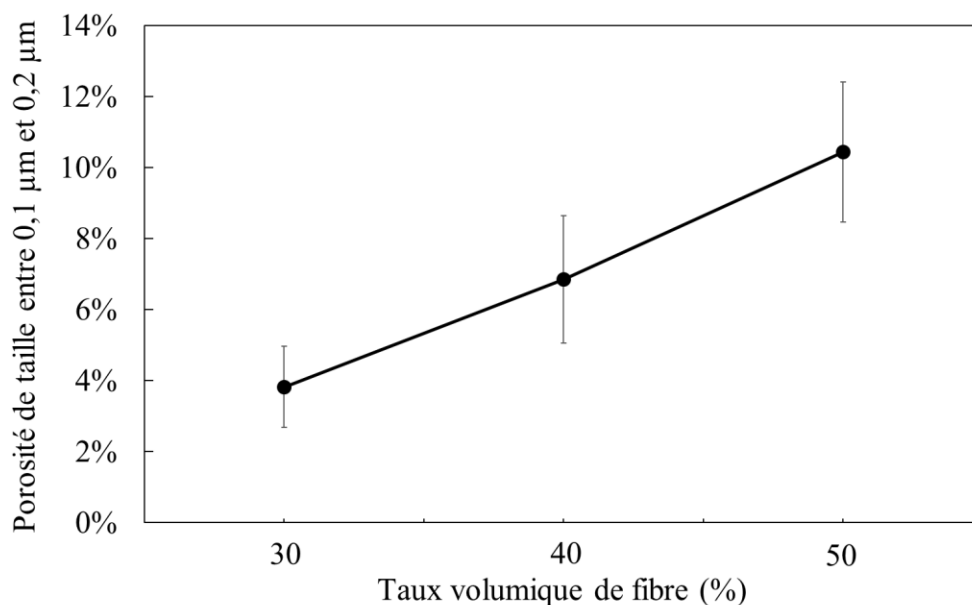


Figure 6-40 Comparaison de la microporosité mesurée par PHg dont la taille se situe entre 0,1 μm et 0,2 μm dans les CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ selon les trois modalités du taux volumique de fibres. Les données proviennent des mesures de porosité par intrusion de mercure

La microporosité de la matrice granulaire a ensuite été étudiée au MEB. Comme le montre la Figure 6-41 a, on voit que la matrice s'est décollée de certaines fibres alors qu'on peut observer des gradients de compaction des particules à proximité des fibres en (b). Ces caractéristiques ne sont toutefois pas présentes sur toutes les fibres. Selon les mesures de PHg et les observations au MEB, il est jugé que la probabilité qu'elles soient présentes est plus importante lorsqu'il y a plus de fibres dans le composite (par exemple un TVF plus élevé) puisque les zones riches en matrice (loin des fibres) sont visiblement bien compactées, mais aucune analyse numérique de l'empilement des grains n'a été conduite pour valider ce propos.

La raison pour laquelle ce phénomène se produit n'a pas été étudiée au cours de ces travaux, mais on suspecte que le retrait volumique de la matrice granulaire lors du traitement thermique de consolidation après l'infiltration soit en cause. Les fibres sont complètement denses et ne participent pas au retrait volumique que la matrice granulaire subit. Il serait alors plausible qu'un décollement de cette dernière se produise si les particules se fusionnent entre elles avant de fusionner avec les fibres. Or, les zones où il y a des gradients de compaction de la matrice à proximité des fibres auraient été formées par le cas inverse où les particules auraient plutôt fusionné avec les fibres en premier lieu. Le fait qu'il y ait deux phénomènes distincts et que ceux-ci ne soient

pas répandus sur toutes les fibres soulève des questions, sans réponse à l'heure actuelle. Comme les travaux de cette thèse se situent dans les mécanismes d'infiltration des particules, les effets possibles de l'étape de frittage n'ont pas été étudiés davantage.

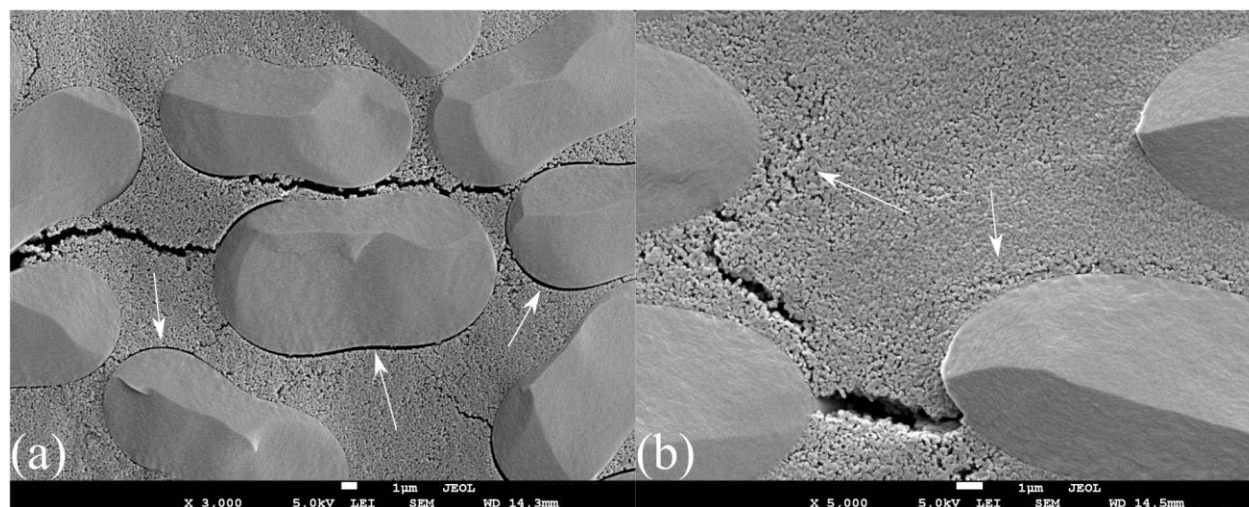


Figure 6-41 Exemples typiques de compaction de la matrice à proximité des fibres dans un CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$: (a) décollement de la matrice par rapport aux fibres, (b) gradient de compaction

6.3.2.5 Effet de l'épaisseur du composite

Comme il a été observé pour les crus et CMC en carbure de silicium, la porosité des CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ décroît en augmentant l'épaisseur, que ce soit selon les mesures de porosité globales dans l'espace matriciel (cf. Figure 6-30) ou la mesure de macroporosité par tomographie (cf. Figure 6-32). Ce résultat est contre-intuitif, puisque la préforme peut agir comme un filtre et provoquer de la rétention de particules. Cette rétention peut influencer les mécanismes d'infiltration (et diminuer potentiellement le taux d'empilement de la matrice) ou créer des blocages entre les fibres ou les torons de manière prématurée avant l'arrivée du front de croissance du cru. On peut donc être porté à croire que l'augmentation de l'épaisseur de la préforme entraînerait une augmentation des effets de rétention des particules.

Les résultats des mesures de macroporosité par tomographie peuvent être identifiables en partie par les résidus de liant qui sont contenus dans les pièces. Pour expliquer ce propos, les données de porosité sont résumées sur le Tableau 6-6. L'écart des moyennes de macroporosité est d'environ 1,1% entre les CMC de 4,2 mm d'épaisseur et ceux de 1,1 mm. Cependant, en considérant la porosité dans l'espace matriciel global, l'écart total est d'environ 6,5% en comparant les moyennes

pour les mêmes modalités d'épaisseur (1,1 mm à 4,2 mm). Cela laisse supposer que la majorité de la porosité affectée par ce facteur se trouve soit à une échelle de taille sous celle détectable par la tomographie, c'est-à-dire sous les 25 μm , ou ils sont des défauts de surface qui n'ont également pas été comptés dans l'analyse tomographique.

Tableau 6-6 Résumé des données moyennes de porosité en fonction de l'épaisseur du composite pour le PEx $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ avec le liant A

	1,1 mm	2,65 mm	4,2 mm
Porosité dans l'espace matriciel global (%)	40,2 $\pm$ 2,8	42,7 $\pm$ 1,6	46,7 $\pm$ 2,8
Macroporosité mesurée par tomographie (%)	2,1 $\pm$ 0,8	2,5 $\pm$ 0,5	3,2 $\pm$ 0,9

Pour vérifier si cela était le cas, les courbes de PHg ont été tracées en fonction de la pénétration cumulative du mercure dans les pièces (Figure 6-42). Sur cette figure, il est possible de comparer les pentes des courbes pour caractériser la distribution de la porosité selon sa taille. On remarque alors que les CMC minces présentent des pentes plus élevées pour la porosité dont la taille est supérieure à 8 μm comparativement aux CMC épais. Cependant, les pentes sont relativement égales, quelle que soit l'épaisseur du composite en dessous de cette taille de pore. Cela confirmerait qu'une certaine partie de la macroporosité affectée par les épaisseurs fines n'a pas été détectée par la tomographie, mais aussi qu'un volume important de cette macroporosité pourrait être associé aux défauts de surface.

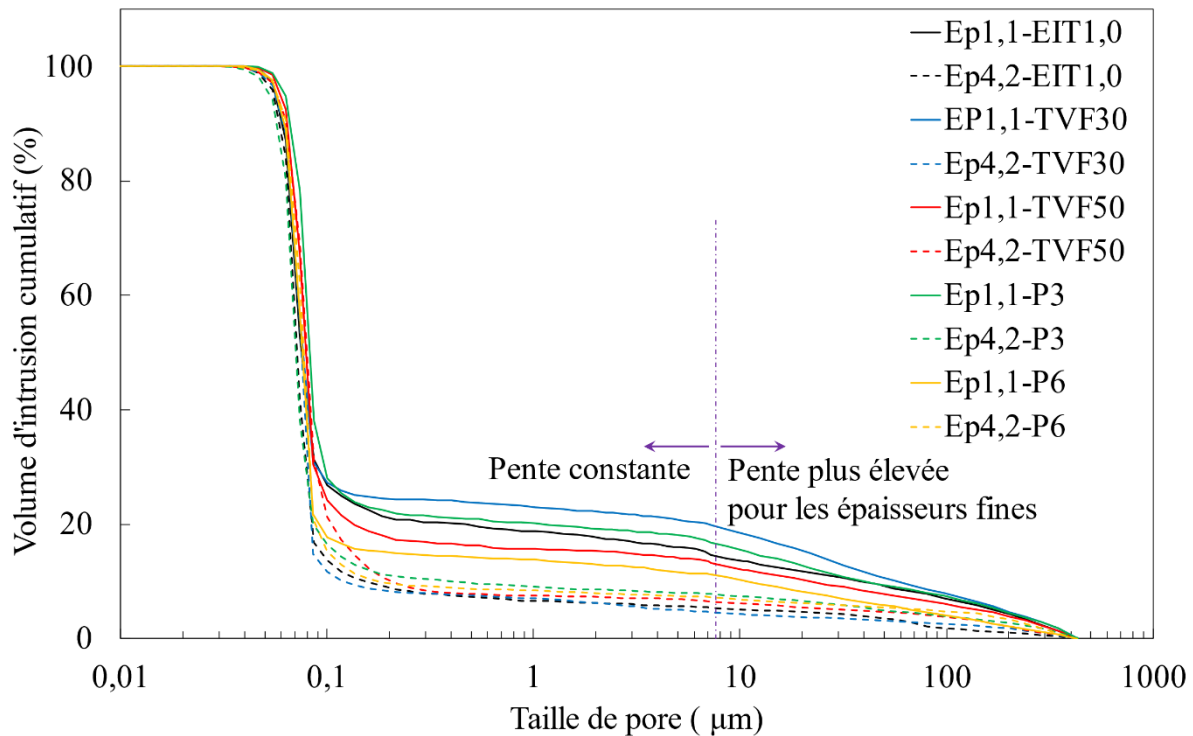


Figure 6-42 Comparaisons de la proportion cumulative de mercure introduit dans des CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ durant les mesures en PHg en fonction de l'épaisseur de la préforme (Ep1,1 et traits pleins : 1,1 mm, Ep4,2 et traits pointillés : 4,2 mm), de l'espace inter-torons (EIT1,0 : 1,0 mm), du taux volumique de fibres (TVF30 : 30%, TVF : 50%) et de la pression d'injection (P3 : 3 bar, P6 : 6 bar). Les paramètres qui ne sont pas affichés dans la légende sont à leur valeur médiane

Il faut d'ailleurs mentionner certains défis de fabrication. Tout d'abord, l'utilisation de filtres souples ainsi que la grille de compaction, comme ceux utilisés pour les travaux de cette thèse, provoque des changements locaux de l'épaisseur des composites. Pour assurer l'étanchéité du filtre, il doit être comprimé sur une surface dure. Cette compression le force à se bomber de manière convexe dans la direction de la préforme, la déformant en réduisant son épaisseur graduellement jusqu'à son centre. De plus, la compaction de la préforme sur la grille provoque des effets de bombement similaire des fibres dans les trous de la grille. Ces deux phénomènes sont illustrés sur le schéma de la Figure 6-43 puis des exemples de CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ à 1,1 mm d'épaisseur sont présentés sur la Figure 6-44. Les variations d'épaisseur affectent d'une part la mesure de la porosité par la méthode de densité géométrique puisqu'il faut déterminer le volume total de la pièce. Or, dans ce cas-ci, il est difficile de le déterminer avec précision. L'erreur dans la mesure de l'épaisseur

est alors plus importante lorsqu'on réduit l'épaisseur de la pièce puisque la proportion des écarts entre les épaisseurs maximale et minimale s'accroît. Par exemple, un écart de 0,2 mm dans un composite d'épaisseur nominale à 4,2 mm (écart de ~5%) affecte peu la mesure en comparaison ce même écart dans un composite de 1,1 mm d'épaisseur (écart de ~18%).

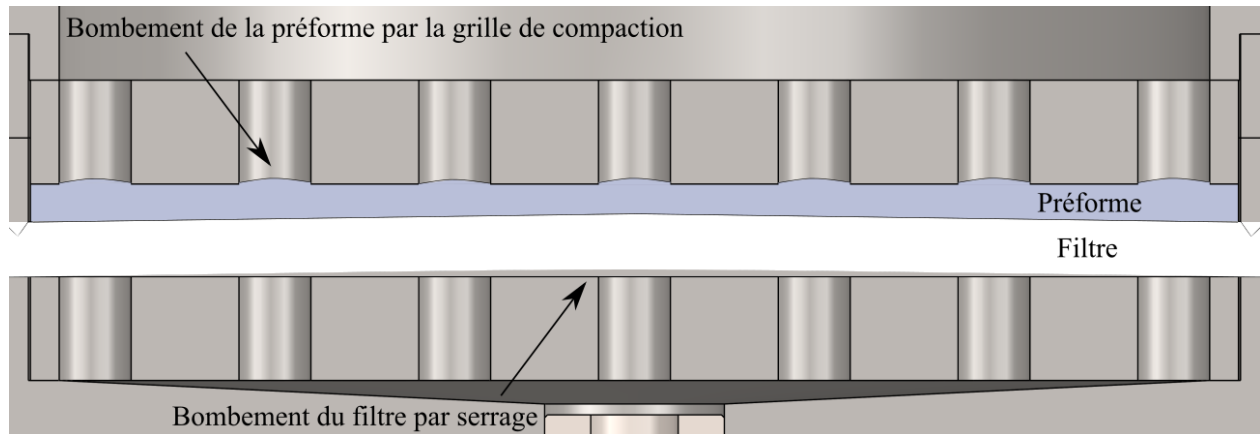


Figure 6-43 Schéma de l'effet du bombement du filtre et de la préforme lors de l'assemblage de la colonne de Darcy

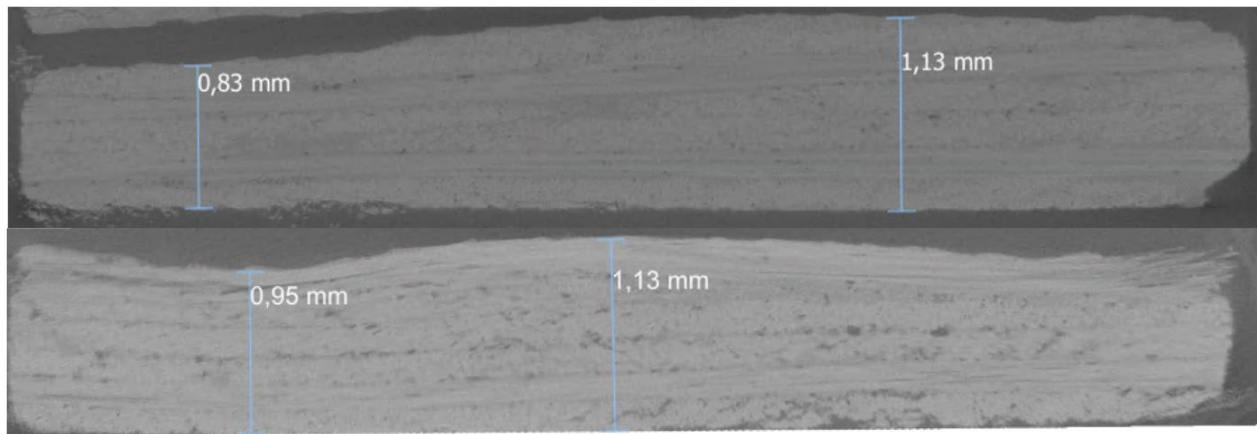


Figure 6-44 Exemple de variation locale de l'épaisseur de CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ fabriqués à l'aide du jeu de cales pour une épaisseur théorique nominale de 1,1 mm. Elle est due au bombement du filtre et de la préforme dans la grille de compaction

De plus, cette réduction d'épaisseur entraîne une augmentation locale du TVF puisque les fibres sont davantage compactées. De la même manière que pour les mesures, les changements locaux du TVF sont plus importants lorsqu'on réduit l'épaisseur nominale de la préforme. Comme il a été évoqué dans les sections 6.3.1.4 et 6.3.2.4, le TVF local exerce une influence importante sur la

formation de la mésoporosité. On peut d'ailleurs parfois remarquer ces effets au MEB comme le montre la Figure 6-45.

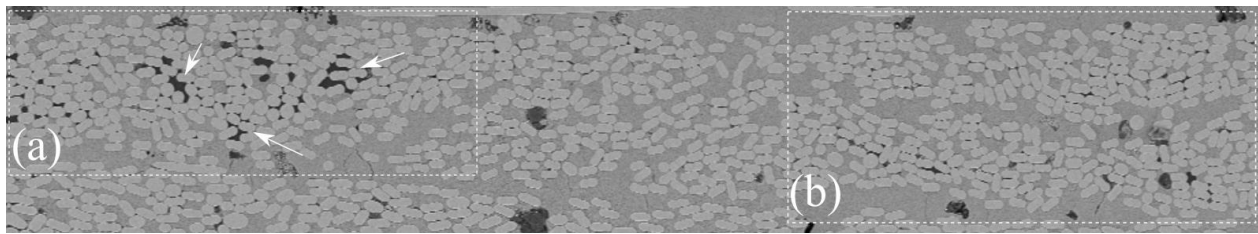


Figure 6-45 Exemples de variation locale de l'épaisseur d'un CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ sur le taux volumique de fibres ainsi que la formation de mésoporosité. La zone (a) est à TVF plus élevé (65%) alors que la zone (b) est à TVF plus faible (58%)

Un autre défi de fabrication de pièces minces est l'empilement non symétrique des plis de fibre. Dans la majorité des composites, et surtout pour les textures à fibres unidirectionnelles, les propriétés mécaniques et physiques varient en fonction de la direction principale du pli. Pour contrer cet effet, les plis sont typiquement empilés dans plusieurs directions et de manière symétrique dans l'épaisseur pour simuler des propriétés isotropes, c'est-à-dire des propriétés qui ne dépendent pas de la direction du composite. Or, dans le cas des composites d'alumine minces fabriqués pour les travaux de cette thèse, un petit nombre de plis sont utilisés. Selon les caractéristiques des torons et du drapage des préformes d'alumine, la quantité de plis n'est pas suffisante pour qu'une pièce mince (à 1,1 mm d'épaisseur dans ce cas-ci) soit quasi-isotrope et symétrique. Cela devient problématique lors de l'étape de frittage. Durant ce cycle, l'élévation des températures entraîne une expansion thermique des fibres qui est plus élevée dans la direction de leur longueur que de leur direction axiale. Lors de leur refroidissement, les fibres retrouvent leur géométrie initiale, ce qui induit des contraintes résiduelles dans la pièce. Or, puisque ses propriétés ne sont pas isotropes, l'intensité des contraintes résiduelles varie en fonction de la direction des plis, ce qui force la pièce à se courber dans les directions où les contraintes sont les plus importantes. Ce phénomène est appelé gauchissement et il est illustré sur la Figure 6-46 en montrant un exemple de CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ mince. Étant un matériau fragile, la matrice céramique aura alors tendance à se fissurer, délaminant ainsi le composite.

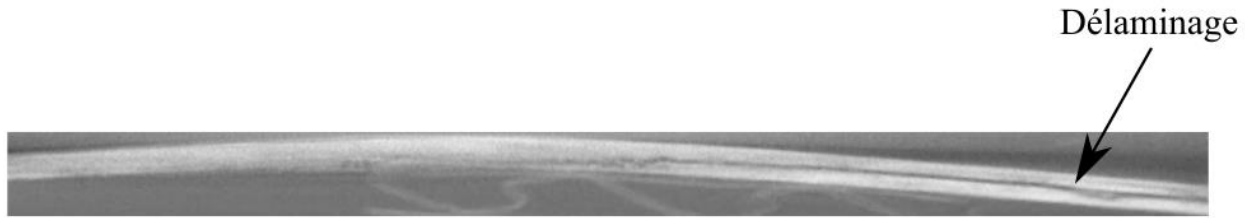


Figure 6-46 Exemple d'un composite $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ de 1,1 mm d'épaisseur gauchi et délaminé à la suite du traitement thermique de consolidation

Cependant, on peut souligner que l'empilement des plis n'a pas un impact significatif sur les vraies pièces à fabriquer qui sont de géométrie cylindro-cônique. En effet, ces pièces ne se délaminent pas. Au cours des travaux de cette thèse, ce phénomène a été observable uniquement sur les composites de type « plaque » à l'épaisseur nominale de 1,1 mm. Pour l'analyse de la porosité en tomographie et en PHg, des échantillons non délaminés ont été utilisés pour minimiser ce biais. Cependant, le gauchissement a probablement provoqué l'amorce de microfissures dans le composite sans le délaminer sur une grande surface. De plus, le gauchissement ainsi que les fissures de délaminage ont certainement contribué à biaiser les mesures de porosité par densité géométrique en surestimant le volume de la pièce.

6.3.2.6 Effet des interactions sur la mesure de porosité globale

Comme il a été vu au début de cette section, le modèle de prédiction de la porosité globale des composites $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ avec le liant A possédait deux interactions significatives : $\text{TVF} \times \text{P}$ et $\text{EIT} \times \text{P}$. Pour visualiser les interactions du modèle, on peut tracer des surfaces de réponse avec un facteur sur l'axe des abscisses et l'autre sur l'axe des ordonnées. La Figure 6-47 montre l'interaction $\text{TVF} \times \text{P}$ où son interprétation indique qu'il faudrait maximiser le TVF en minimisant la pression ou minimiser le TVF en maximisant la pression afin de minimiser la porosité. L'inverse la maximiserait. Cette interaction est étrange puisque à faible pression, la tendance de l'effet du TVF sur la porosité est complètement inversée par rapport à celle de l'effet principal. Il serait d'ailleurs difficile d'expliquer les phénomènes physiques qui interviendraient pour expliquer ce résultat.

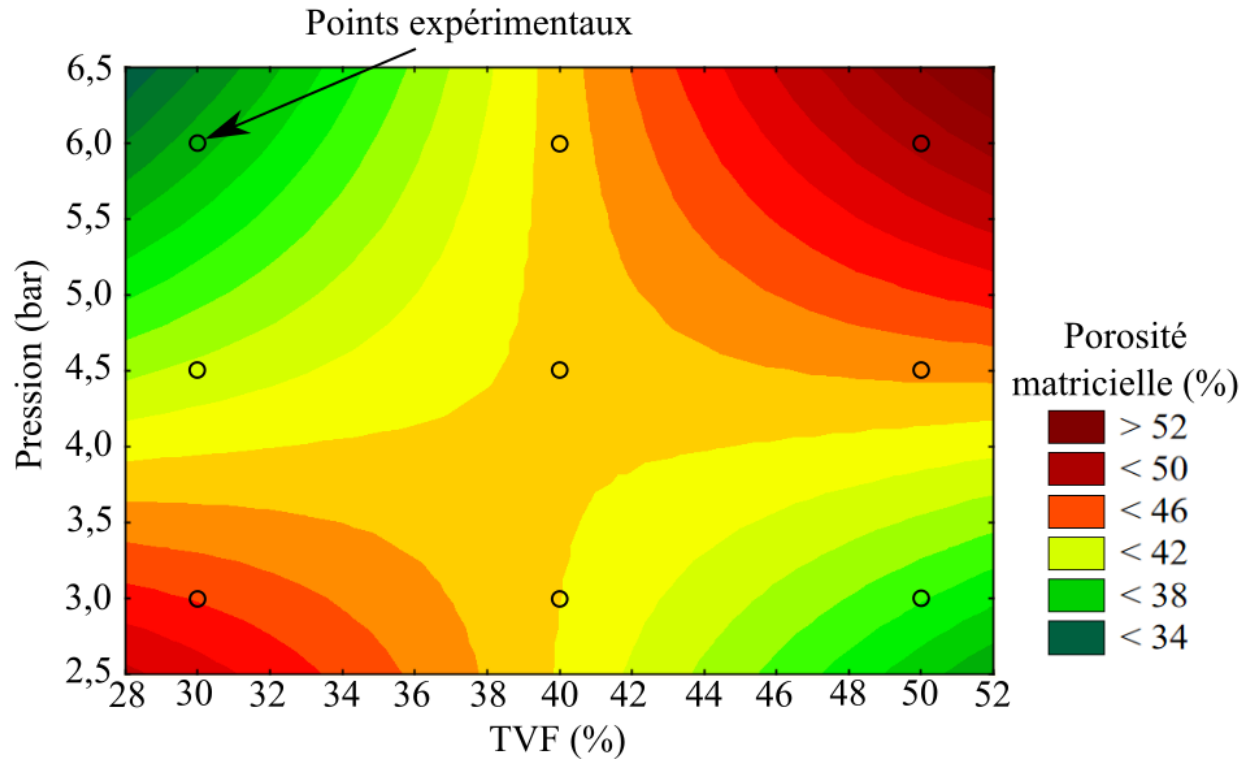


Figure 6-47 Surface de réponse de l'interaction Taux volumique de fibres $\times$ Pression sur la porosité globale dans l'espace matriciel

La Figure 6-48 montre l'interaction EIT $\times$ P où son interprétation indique qu'il faudrait minimiser l'EIT et la pression ou maximiser l'EIT et la pression afin de minimiser la porosité. Cette interaction est plutôt étonnante puisque les deux facteurs ne sont pas significatifs sur la mesure de porosité au premier ordre. Typiquement, les facteurs significatifs au premier ordre ont une probabilité beaucoup plus importante de posséder une interaction avec un autre facteur. On remarque également que l'impact d'un des deux facteurs s'inverse complètement en fonction de la valeur du deuxième facteur, comme pour l'interaction TVF $\times$ P. Or, une fois de plus, aucun phénomène physique n'a été formulé pour expliquer ce résultat.

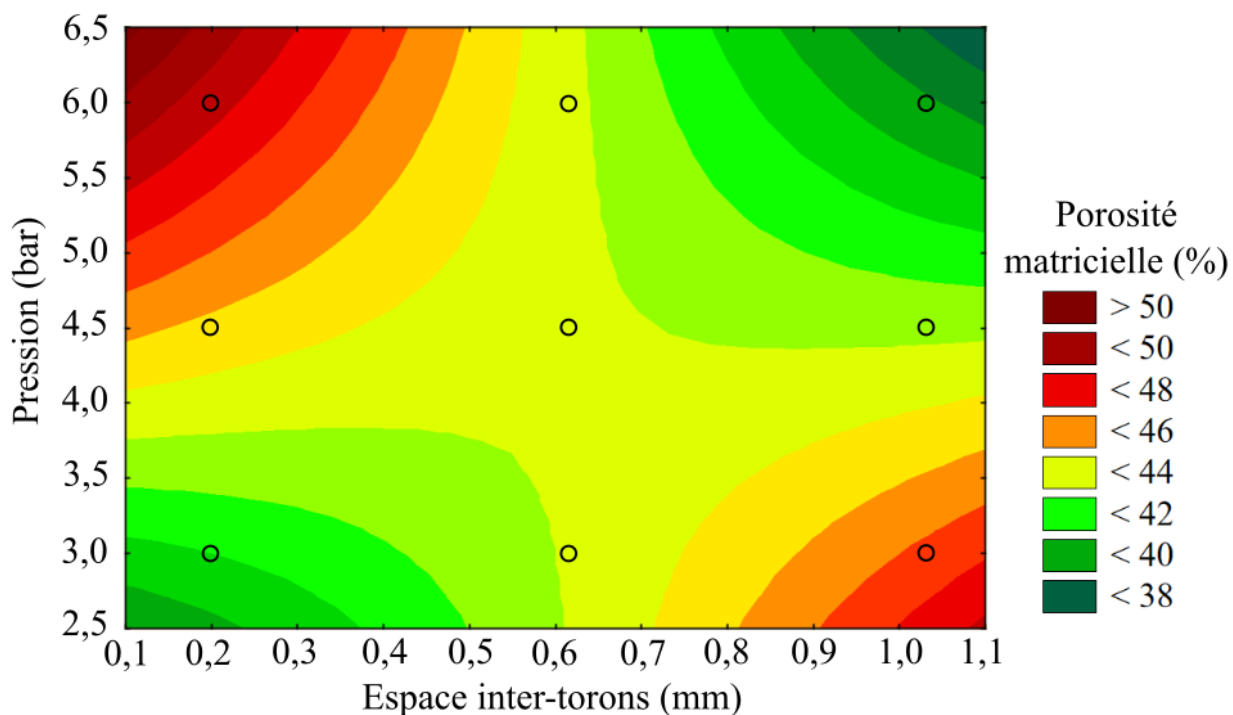


Figure 6-48 Surface de réponse de l'interaction Espace inter-torons × Pression sur la porosité globale dans l'espace matriciel

Les interactions soulevées avec l'analyse d'un PEx ne sont pas toujours intuitives. Or, elles servent tout de même à réduire l'erreur du modèle de prédiction qui a été développé à l'aide des données expérimentales. Dans la section 6.3.2.2, il avait été mentionné que la pression d'injection n'avait pas un impact significatif sur l'infiltration des particules puisque le débit de montée en pression était resté constant pour toutes les injections de ce PEx. Les deux interactions significatives soulevées par le modèle de prédiction de la porosité globale dans l'espace matriciel impliquent la pression d'injection. À l'issue de ces résultats, on peut se demander si l'effet de la pression d'injection sur l'infiltration serait plutôt d'ordre secondaire, mais l'étude de la porosité à l'aide des différents moyens de caractérisation employés dans ces travaux n'a pas permis de le comprendre.

6.3.2.7 Conclusion du plan d'expériences $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ avec le liant A

L'objectif de ce plan d'expériences était d'analyser et comprendre les mécanismes physiques intervenant dans l'infiltration de particules en suspension lors de la fabrication de CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ en fonction de facteurs typiques intervenant dans la mise en œuvre de ces matériaux.

Un plan d'expériences Box-Behnken a été planifié pour étudier l'effet de cinq facteurs selon deux réponses, la porosité matricielle globale ainsi que la macroporosité dont la taille excède les 25 μm .

À la suite de certaines observations en tomographie et au MEB, il a été déterminé que la majorité des défauts observables étaient des résidus de liant dont l'évacuation avait échoué. Ces défauts n'étaient pas liés directement à l'infiltration des particules, mais plutôt au liant servant à draper les textures fibreuses. L'analyse de la macroporosité a montré que les résidus de liant constituaient un bruit beaucoup plus important que les facteurs d'intérêt sur l'infiltration de particules céramiques. En ce qui concerne la porosité matricielle globale, l'étude a tout de même été poursuivie.

Selon l'analyse statistique, trois facteurs ont été soulevés comme étant significatifs. Tout d'abord, il y a la concentration de la suspension, mais les analyses de la porosité aux échelles mésoscopique et microscopique n'ont pas permis de capter son influence au premier ordre. Ce facteur avait également été évalué dans le PEx SiC/SiC où son impact sur le taux de porosité du composite était indéniable. Il avait été mentionné que la rhéofluidifiante de la suspension et son effet sur la migration particulaire pourrait être en cause. Or, les suspensions d'alumine possèdent une rhéofluidifiante moins prononcée et des particules plus fines, ce qui faciliterait leur infiltration. Pour s'assurer que la préforme puisse être bien remplie de particules lors de l'infiltration, il est préférable d'utiliser une suspension dont le taux de charge se rapproche de 18% volumique.

Ensuite, il a été mentionné que le TVF moyen du CMC affectait directement le compactage des fibres dans un toron (et, par conséquent, la taille moyenne de la porosité intra-toron), augmentant possiblement les effets de viscosité et la probabilité qu'il y ait des blocages mécaniques. De plus, un décollement de la matrice et des gradients de compaction des particules ont été observés à proximité des fibres. Il a été présumé que ces phénomènes étaient causés par le retrait volumique de la matrice lors du frittage de la pièce, mais cette étape de fabrication n'a pas fait l'objet de recherche dans cette thèse. Des CMC dont le TVF moyen variait de 30% à 50% ont été fabriqués. Il est possible de produire un CMC de TVF à 50% où la santé matière est acceptable, mais cette valeur est vraisemblablement la limite pratique. Au-delà de cette limite, les effets de rétention des particules seraient trop importants.

Finalement, l'épaisseur du composite paraissait comme le facteur ayant l'effet le plus significatif au premier ordre, mais les observations en tomographie et au MEB ont permis de constater que de petites variations locales de l'épaisseur dues au montage de fabrication pouvaient causer des

variations locales significatives du TVF dans les CMC de faible épaisseur. De plus, il a été montré que les CMC plus fins avaient tendance à gauchir lors de l'étape de frittage puis se délaminer. Pour la conception de certaines pièces, l'utilisation de fines épaisseurs est inévitable. Il faut donc être prudent pour la conception de ces pièces et tenir compte de leur gauchissement probable durant le traitement thermique.

Dans les facteurs non significatifs, on peut tout d'abord rappeler la pression d'injection qui n'affecte pas la vitesse maximale de l'écoulement, le paramètre jugé comme étant plus important. L'étude du débit de la montée en pression aurait été plus juste. Ensuite, il y a l'EIT où son impact notable se référait à la quantité de résidus de liant non évacué. Ces facteurs peuvent être modulés dans les gammes de l'étude (de 3 à 6 bar en pression et de 0,2 à 1,0 mm pour l'EIT) sans affecter significativement la santé matière du CMC.

Deux interactions, $TVF \times P$ et $EIT \times P$, ont également paru dans le modèle de prédiction. Or, bien que ces interactions améliorent le modèle en fonction des données qui ont servi à la concevoir, il est difficile d'expliquer les raisons pour lesquelles la pression d'injection pourrait inverser les effets du TVF et de l'EIT.

6.3.3 Plan d'expériences Al_2O_3/Al_2O_3 avec le liant B

La conclusion générale du PEx Al_2O_3/Al_2O_3 avec le liant A est qu'une partie importante des défauts sont dus à des résidus de liant qui n'ont pas été évacués lors de l'étape de déliantage avant l'injection de la suspension dans la préforme. Pour donner suite à ces résultats, le liant B a été développé pour faciliter l'élimination du liant. Afin de s'assurer que le facteur principal (non contrôlé) du PEx précédent était réellement le liant, le deuxième PEx a été conçu. En raison de contraintes d'échéance calendaire et de ressources matérielles, le nombre d'essais a été réduit à 12. En plus du nombre d'essais réduit, seulement les facteurs de la concentration de la suspension, de l'épaisseur de la préforme ainsi que du taux volumique de fibres ont été étudiés avec deux de leurs modalités du PEx précédent. Ces facteurs ont été sélectionnés puisqu'ils étaient considérés comme significatifs selon la porosité globale dans l'espace matriciel. Les modalités minimale et maximale de l'épaisseur ainsi que du TVF ont été retenues, mais la concentration minimale de la suspension a été écartée. Elle ne serait pas utilisée pour des fabrications de pièces réelles puisque les injections seraient d'une durée trop longue (pour la cadence de production de pièces et pour la stabilité des suspensions). Les modalités sont résumées dans le Tableau 6-7. Chaque configuration a été testée

au moins une fois avec les échantillons minces qui ont été répétés une fois. Les détails des essais de ce PEx sont présentés dans l'Annexe B. Comme ce PEx est très court et que l'objectif principal était de vérifier que le liant B était facilement évacué à l'eau, l'analyse des résultats sera brève et concentrée sur les exemples typiques spécifiques à ce plan.

Tableau 6-7 Facteurs et modalités pour le PEx $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ avec le liant B

Concentration de la suspension (% vol.)	Pression d'injection (bar)	Espace inter-torons (mm)	Épaisseur de la préforme (mm)	Taux volumique de fibres (%)
18	6,0	0,2	1,10	30
33			4,20	50

Il faut également mentionner que des essais de déliantage ont été effectués au préalable pour vérifier que le liant B répondait au besoin. La méthodologie de ces essais était identique à celle décrite dans la section 4.5. Il a été mesuré qu'il subsistait moins de 0,1% de la masse initiale de liant B dans les préformes après l'étape de déliantage. Cela est significativement mieux que le liant A où il subsistait 1~2% de sa masse initiale. Par ailleurs, durant l'analyse des résultats du PEx avec le liant B, les numérisations en tomographie et au MEB ont confirmé que le déliantage avait été effectué adéquatement.

6.3.3.1 Les résultats généraux de porosité

Les résultats de porosité dans l'espace matriciel sont présentés sur la Figure 6-49. La ligne pointillée à une porosité de 0,4 (40%) représente la valeur nominale recherchée si le composite contient très peu de défauts de remplissage. Les tendances sont assez cohérentes avec celles présentées dans le PEx avec le liant A, c'est-à-dire que les trois facteurs étudiés dans ce PEx avec le liant B sont significatifs et leurs impacts (effet croissant ou décroissant par rapport à la porosité) sur le taux de porosité sont dans le même sens :

- L'augmentation de la concentration de la suspension entraîne une augmentation de la porosité
- L'augmentation du TVF entraîne une augmentation de la porosité
- L'augmentation de l'épaisseur du composite entraîne une diminution de la porosité

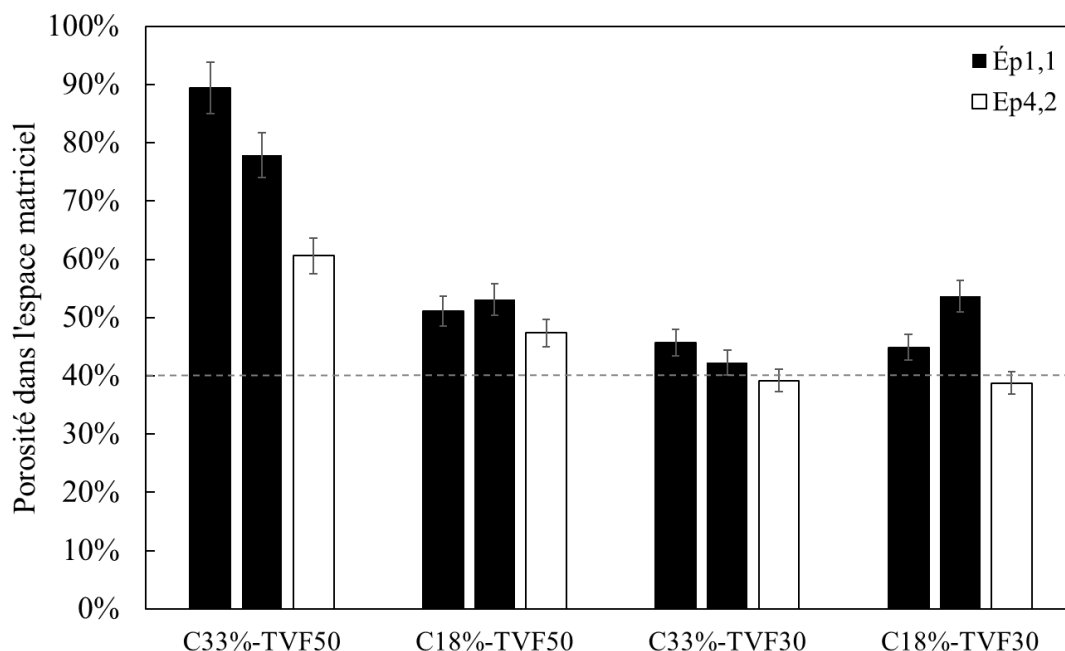


Figure 6-49 Porosité dans l'espace matriciel de CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ avec le liant B fabriqués en fonction de la concentration de la suspension (C33% : 33% vol., C18% : 18% vol.), du taux volumique de fibres (TVF30 : 30%, TVF50 : 50%) et de l'épaisseur du composite (Ep1,1 : 1,1 mm, Ep4,2 : 4,2 mm). La ligne pointillée à une porosité de 0,4 représente la valeur nominale que l'on cherche à obtenir

La Figure 6-50 présente un exemple de quelques rares macropores qui ont pu être identifiés comme des résidus de liant en tomographie sur certains coupons dû à leur géométrie caractéristique. Cependant, ils ne sont pas généralisés dans toute la pièce comme c'était le cas avec le liant A. Ils sont ponctuels et se situent principalement dans l'espace inter-torons de la texture. Lors des observations au MEB, aucune macroporosité n'a été associée à des résidus de liant. Cela n'indique pas nécessairement qu'il n'y a aucun résidu de liant dans cette zone puisque ces observations se font sur une seule coupe d'un échantillon, donc une surface restreinte par rapport au coupon. Cependant, elles témoignent de leur très faible quantité. Des défauts en surface, dont un exemple de ces défauts est présenté sur la Figure 6-51, peuvent également être observés sur tous les échantillons. Ils ne sont pas reliés aux mécanismes d'infiltration, mais plutôt à un arrachement de la matrice lors du démoulage du coupon. Finalement, les CMC à faible épaisseur se sont gauchis et délamés à la suite de l'étape de frittage, ce qui a compliqué certaines analyses.

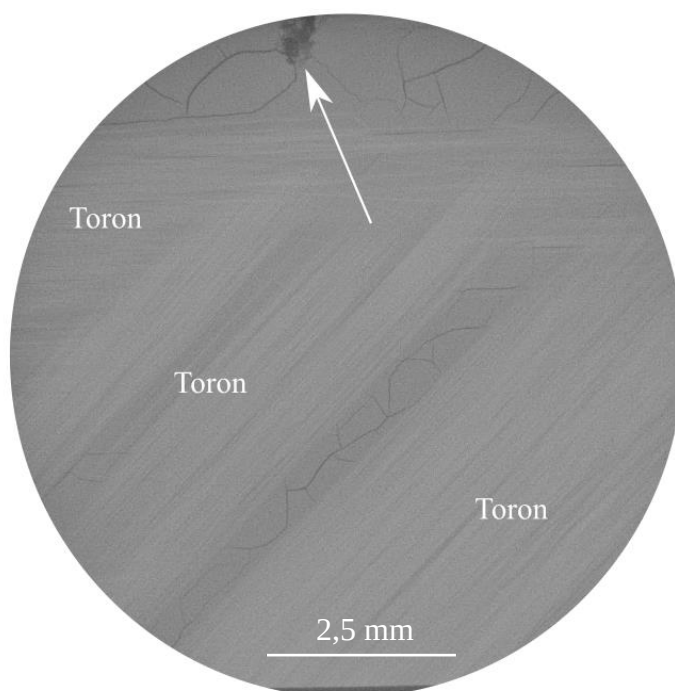


Figure 6-50 Exemple de résidu de liant sur une coupe tomographique d'un CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ avec le liant B

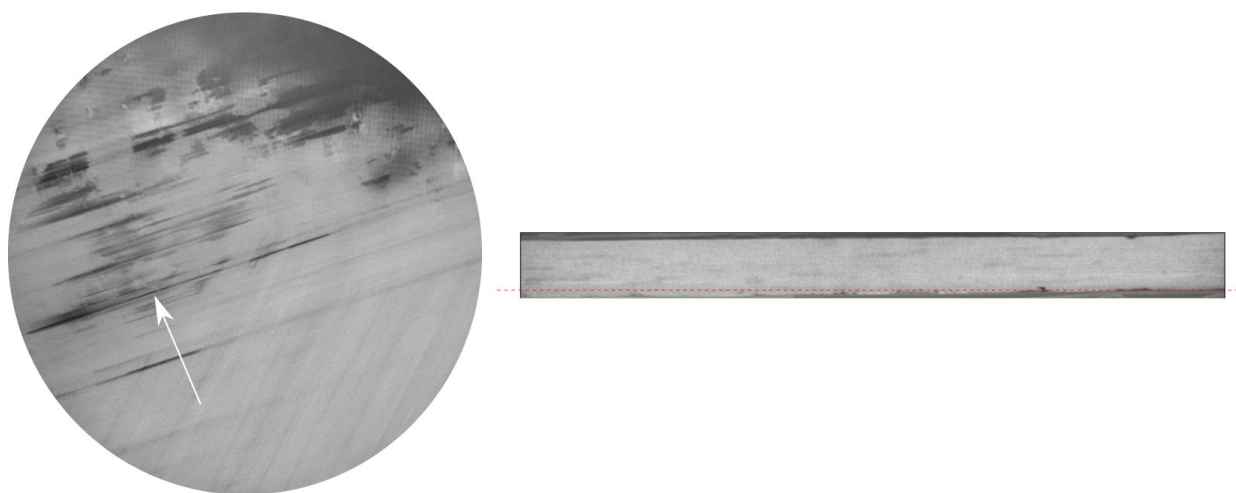


Figure 6-51 Exemple de défaut de surface dû à l'arrachement de la matrice lors du démoulage d'un CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ avec le liant B

Pour la majorité des composites issus de ce PEx, la macroporosité aperçue dans les tomographies était faible et représentait plutôt des cas isolés. Pour cette raison et à l'exception des défauts mentionnés ci-dessus, certains échantillons ne possédaient aucune macroporosité visible alors que d'autres possédaient un ou deux gros macropores seulement dans tout le volume observé. On peut

donc conclure que les petits échantillons prélevés pour les analyses en tomographie à forte résolution, au MEB et en PHg ne sont pas nécessairement représentatifs de la pièce complète. Avec très peu de coupons pour ce PEx, l'analyse numérique par segmentation n'a donc pas été conduite puisque les résultats seraient probablement biaisés. Une analyse qualitative a été favorisée pour repérer les tendances principales.

Pour certains essais de ce PEx, la préforme manquait indéniablement de matrice de sorte que certains plis ne se tenaient pas avec le composite. Un exemple de ce type de défaut est présenté sur la Figure 6-52. La particularité de ces essais est qu'ils sont ceux faits avec la combinaison de TVF et taux de charge volumique de la suspension élevés (50% et 33% respectivement). Selon les tomographies globales des coupons à faible résolution, on voit tout de même bien qu'ils sont très mal remplis avec de multiples zones entre les torons qui sont clairement dépourvues de matrice. Puisqu'il est difficile de qualifier le remplissage de l'espace intra-toron à cette échelle de taille, des découpes de ces coupons auraient été intéressantes pour ensuite les caractériser à plus petites échelles (tomographies locales, MEB et PHg). Or, ils se sont complètement délaminés durant leur découpe, les rendant ainsi inutilisables pour les caractérisations subséquentes.

Bien que les torons eussent une certaine rigidité à la suite de l'étape de frittage (ce qui confirme qu'il y avait des particules pour tenir les fibres entre elles), on peut soupçonner que l'espace intra-toron n'est pas bien rempli de particules compte tenu du fait que l'espace inter-torons, une zone plus accessible que l'intra-toron, était peu densifiée de matrice. La rigidité des torons provient possiblement des particules résiduelles de suspension séchée à la suite de son injection.

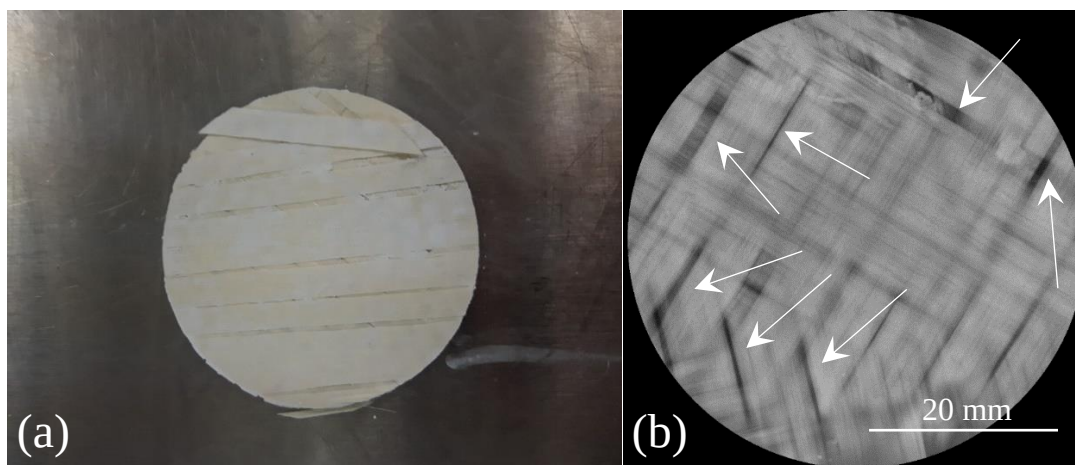


Figure 6-52 Exemple d'un CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ avec le liant B à 50% de taux volumique de fibres où une suspension chargée à 33% vol. a été utilisée pour l'injection. (a) Photo de la surface du côté de l'injection et (b) coupe tomographie au centre où des zones inter-torons sans matrice sont pointées par les flèches

6.3.3.2 Analyse sommaire des effets

Comme il a été mentionné dans la section 6.3.2.4 sur le PEx $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ avec le liant A, le TVF influence l'entassement des fibres. Il a été montré que lorsque des fibres sont très proches les unes des autres, certaines zones entre les fibres peuvent être partiellement ou complètement dépourvues de particules. Il avait été décrit que des blocages mécaniques en étaient probablement la cause. Une augmentation du TVF entraînerait une augmentation de la quantité de ces zones à fibres rapprochées et, par conséquent, de la quantité des mésopores. Dans ce PEx avec le liant B, on remarque que certaines zones présentent un manque de matrice, mais cela n'est pas répandu dans l'ensemble des coupes observées. Au contraire, les coupons qui ont pu être évalués puisqu'ils ne se sont pas délamérés lors de leur découpe présentent un bon niveau global de remplissage matriciel, quel que soit le TVF. La Figure 6-53 est un exemple où une coupe d'un CMC avec un TVF évalué à 50% est présentée. Cette coupe montre un bon remplissage de la préforme avec quelques poches dans les zones intra-toron où il manque de matrice. Ce résultat est cohérent avec les conclusions du PEx avec le liant A si on excluait les résidus de liant.

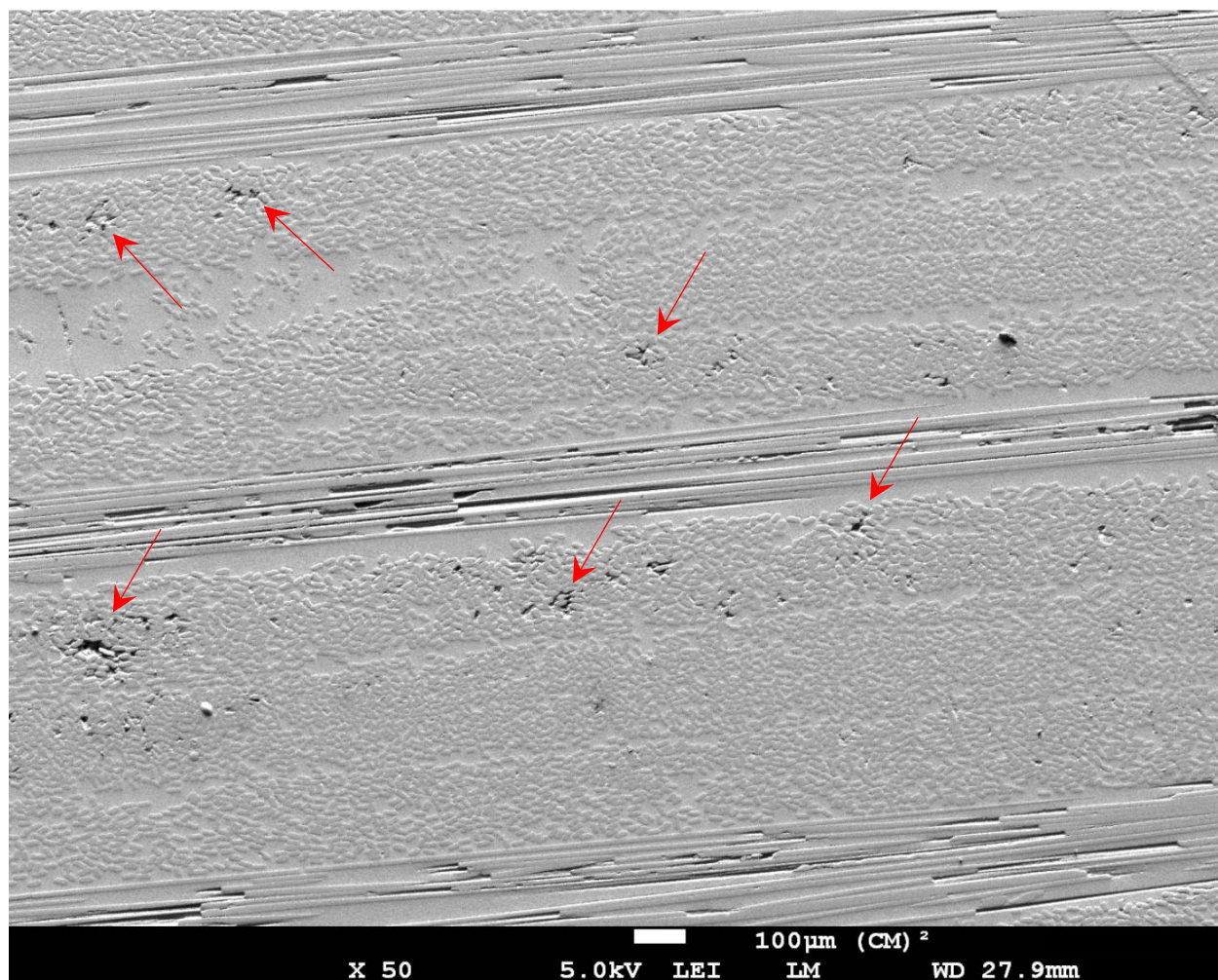


Figure 6-53 Exemple d'une coupe d'un CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ avec le liant B avec un taux volumique de fibres évalué à 50%. Quelques mésopores (pointés par les flèches rouges) peuvent être observés. Toujours concernant l'impact du TVF, l'analyse de la porosité par PHg des CMC de PEx est montrée sur la Figure 6-54. Elle montre le même phénomène d'étalement du pic de microporosité vers une taille de pore plus élevée du PEx $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ avec le liant A. Les observations au MEB ont montré les mêmes phénomènes de décollement et de gradient de compaction de la matrice granulaire près des fibres. D'après les observations au MEB, la taille des mésopores entre les fibres se situe typiquement entre 1 μm à 50 μm . Selon cette gamme de taille, les données de porosité par PHg ont montré une augmentation de la porosité lorsque le TVF est élevé. En effet, le volume total de porosité dans cette gamme passe d'environ 6% à 16% pour les échantillons épais (épaisseur de 4,2 mm) et de 15% à 27% pour les échantillons minces (épaisseur de 1,1 mm) pour les TVF à 30%

et 50% respectivement. Cette donnée peut expliquer l'écart de porosité observé entre les coupons à différents TVF.

Sur cette même figure, on peut remarquer que les défauts de surface (dont la taille est estimée à plus de 50 μm) composent une partie importante de la macroporosité. Ces défauts représentent une plus grande proportion du volume poreux total (entre 13% et 14%) dans les échantillons minces puisque le volume de l'échantillon lui-même est faible, alors que la taille des défauts de surface est à peu près constante sur tous les coupons. En comparaison, les défauts de surface constituent de 3% à 5% du volume poreux total des échantillons épais. Cela explique la porosité plus élevée des coupons minces. Les données numériques de la porosité par PHg sont résumées dans le Tableau 6-8.

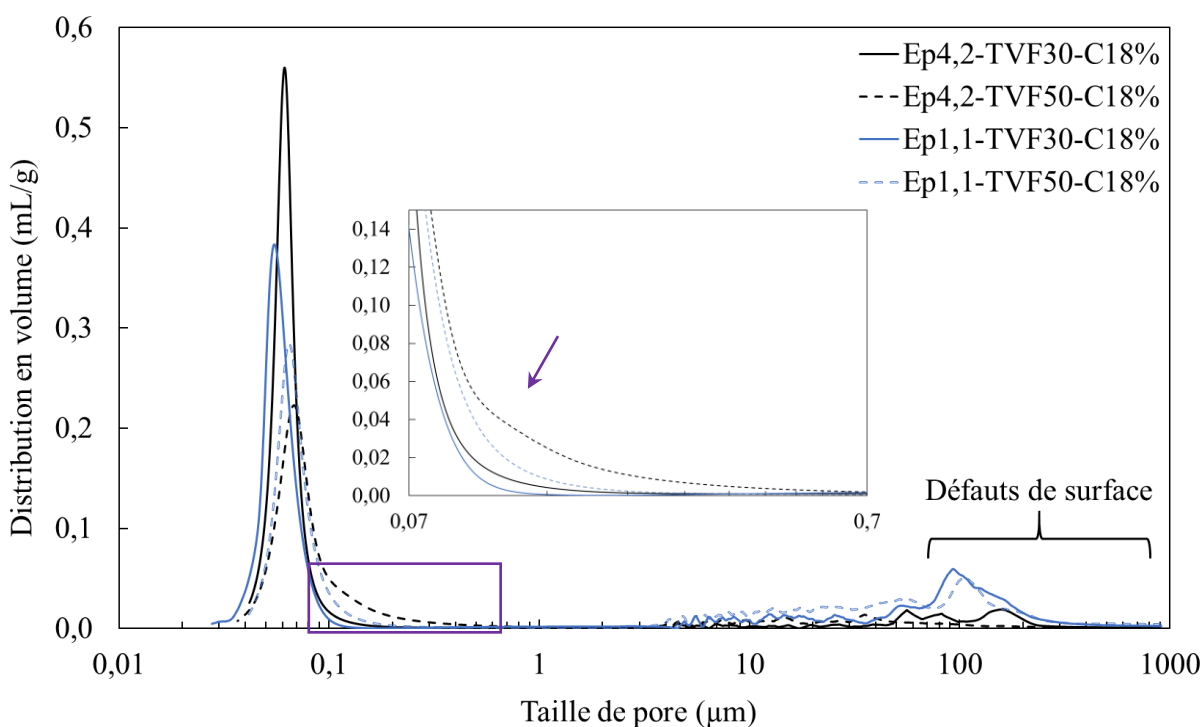


Figure 6-54 Comparaisons de la distribution de la porosité mesurée par PHg dans des CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ en fonction du taux volumique de fibres (TVF30 et traits pleins : 30%, TVF50 et traits pointillés : 50%) et de l'épaisseur (Ep1,1 : 1,1 mm, Ep4,2 : 4,2 mm)

Tableau 6-8 Pourcentage de la mésoporosité et de la macroporosité dans des échantillons présentés sur la Figure 6-54 selon des gammes de taille de pore

Coupon	Porosité entre 1 μm et 50 μm	Porosité supérieure à 50 μm
Ep4,2-TVF30-C18%	5,8%	4,6%
Ep4,2-TVF50-C18%	16,3%	3,3%
Ep1,1-TVF30-C18%	14,7%	13,1%
Ep1,1-TVF50-C18%	27,2%	13,8%

Les données de porosité matricielle de la Figure 6-49, les mesures de porosité par PHg ainsi que les données qualitatives en tomographie et au MEB ne permettent pas de distinguer un effet significatif de la concentration de la suspension sur les mécanismes d'infiltration lorsqu'un TVF de 30% a été utilisé. Or, les composites fabriqués à l'aide d'une suspension chargée à 18% volumique ont été nettement mieux densifiés par la matrice granulaire que ceux fabriqués à l'aide d'une suspension chargée à 33% volumique lorsqu'un TVF de 50% a été exploité. Dans le PEx $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ avec le liant A (cf. section 6.3.2), il avait été évoqué que l'augmentation du TVF et de la concentration de la suspension compliquaient l'infiltration des particules dans la texture fibreuse à l'ordre 1, mais aucune interaction significative entre ces deux facteurs n'avait été statistiquement décelée.

Il faut noter que le PEx Box-Behnken avec le liant A n'est pas constitué de toutes les combinaisons possibles de facteurs et modalités. Comme il avait été expliqué, dans le plan effectué pour les travaux de thèse, chaque essai est constitué à l'aide de deux facteurs où leur modalité est maximisée ou minimisée, alors que les trois autres facteurs sont bloqués à leur modalité médiane. Pour cette raison, tous les essais de ce PEx complémentaire avec le liant B ont été effectués dans des conditions différentes (et probablement plus difficiles pour l'infiltration) que ceux du PEx Box-Behnken. C'est notamment le cas des coupons mentionnés précédemment où la découpe les a complètement délaminés. Avec le TVF à 50% (valeur maximale), le taux de charge volumique de la suspension à 33% (valeur maximale) et l'épaisseur du composite à 1,1 mm (valeur minimale) et 4,2 mm (valeur maximale), l'espace inter-torons a également été fixé à la valeur minimale, c'est-à-dire 0,2 mm.

Les résultats d'infiltration des coupons à TVF et concentration de la suspension élevés témoignent possiblement de l'effet combiné de ces deux facteurs, mais le manque d'analyse aux échelles

mésoscopique et microscopique rend la compréhension des mécanismes en jeu difficile. On peut rappeler que ces analyses n'ont pas été réalisées car les échantillons n'étaient pas exploitables (quantité insuffisante de matrice pour consolider le CMC). Basé sur tous les résultats précédents (incluant l'analyse du PEx SiC/SiC), on peut affirmer qu'un entassement de torons et de fibres plus serré complique l'infiltration de particules pour deux raisons principales. La première est l'augmentation de la probabilité que les particules soient bloquées mécaniquement par la réduction de taille de la porosité entre les fibres ou les torons où s'écoule la suspension particulaire. De manière indirecte puisqu'elle est créée par la réduction de la taille de la porosité, la deuxième raison concernerait les effets visqueux qui affectent l'écoulement particulaire. On peut donc supposer qu'il y aurait une interaction entre le TVF et la concentration de la suspension puisque cette dernière affecte directement sa viscosité et son niveau de rhéofluidifiante pour les suspensions étudiées au cours de cette thèse. En maximisant ces deux facteurs simultanément, on augmente d'autant plus les risques de formation de mésoporosité et de macroporosité. Autrement, on pourrait moduler la viscosité ou la rhéofluidifiante de la suspension à taux de charge égal en modifiant sa formulation. Une telle étude aurait permis de mieux capter l'effet dominant.

6.3.3.3 Conclusion du plan d'expériences $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ avec le liant B

Pour le troisième et dernier PEx présenté dans ce chapitre, un plan restreint de 12 essais à l'aide de préformes d'alumine drapées avec un liant facilement extractible à l'eau ont été utilisées pour vérifier que la problématique des résidus de liant était résolue. Selon des essais de déliantage et les analyses en tomographie et au MEB, il semble bien que ce fût le cas. Outre cette confirmation, il a été montré que les CMC possédaient des défauts de surface liés à leur démoulage sur tous les coupons. Ces défauts sont de taille et forme similaires. Pour cette raison, leur impact est proportionnellement plus important sur les composites minces que sur les composites épais.

La santé matière des CMC était bonne à l'exception du cas où le coupon avec été fabriqué avec une suspension chargée à 33% et un taux volumique de fibres à 50%. Dans ce cas précis, très peu de particules avaient pénétré la préforme fibreuse (dans les zones inter-torons et intra-toron) de sorte que les composites se sont totalement délaminés lors de leur découpe. Il n'a pas été possible de réaliser les caractérisations mésoscopique et microscopique nécessaires pour la compréhension des mécanismes en jeu, mais on peut suggérer que l'effet du TVF ainsi que les effets de viscosité

et taux de cisaillement agissent en tandem pour amplifier le désordre des particules dans l'écoulement et obstruer leur infiltration. Cela est cohérent avec les résultats du PEx avec le liant A.

CHAPITRE 7 ÉTUDE DE LA CINÉTIQUE DE FILTRATION DES CRUS DE CÉRAMIQUE DANS DES TEXTURES FIBREUSES

Dans le Chapitre 5, la cinétique de croissance des crus de céramique a été validée pour les deux types de suspensions qui ont ensuite été utilisées dans les travaux de l'étude phénoménologique de l'infiltration du Chapitre 6. Cette première étude de la cinétique de croissance des crus de céramique a été conduite dans des conditions idéales d'une part pour valider la colonne de Darcy, mais aussi pour grossièrement estimer les ordres de grandeur des temps de filtration que l'on pouvait attendre pour la fabrication des composites. Or, elle ne reflète pas exactement la situation d'intérêt que l'on cherche à modéliser. Lors de mise en œuvre de composites, les conditions changent suffisamment pour qu'il soit nécessaire de revoir le modèle de cinétique de croissance des crus.

La première condition spécifique est bien sûr la texture fibreuse qui occupe un espace dans la zone de filtration que l'on ne peut ignorer. D'une part, la préforme elle-même cause une certaine résistance à l'écoulement. Elle occupe également un volume conséquent de la pièce, diminuant ainsi sa porosité totale. D'autre part, comme il a été montré dans le Chapitre 6, la préforme affecte fortement le dépôt des particules, ce qui peut occasionner la formation de défauts de remplissage. On peut supposer que ces défauts, dont la taille est supérieure à celle de la porosité intergranulaire de la matrice compacte, augmente la perméabilité du système. Logiquement, le fluide porteur peut s'écouler plus facilement dans des pores plus gros. Ces deux mécanismes sont donc en compétition. La deuxième condition spécifique est l'étape de présaturation de la texture fibreuse préalablement à l'injection de la suspension. En saturant la préforme d'un fluide non chargé en particules dans le sens de la gravité, la suspension est portée à se diluer pour former un gradient du taux de charge en particules lorsque les deux fluides entrent en contact. Cela impliquerait que le début de la filtration peut être ralenti puisque la concentration locale en particules est réduite.

Le modèle macroscopique de filtration de Scola et al. (Scola, Podgorski, et al., 2019) présenté dans la section 2.3.2 était basé sur la fabrication 1D de composites $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ selon un procédé de fabrication à pression constante similaire à celui qui a été employé pour les travaux de cette thèse. Dans ce modèle, on calculait l'épaisseur du cru de manière itérative par le débit de la filtration. Ce débit était calculé en fonction de deux composantes. La première est la perte de charge dans l'écoulement causée par la préforme céramique. La deuxième est la perte de charge causée par le

cru de particules. C'est d'ailleurs en utilisant ce modèle (en omettant la première composante) que la cinétique de croissance des crus de particules a été validée dans le Chapitre 5. Selon les résultats de Scola, la présence de la texture fibreuse n'influçait pas la cinétique de déposition des particules puisqu'ils la considèrent comme un réducteur de section. Cela impliquerait que la porosité de la texture est la même dans toute section, ce qui n'est pas le cas dépendamment de l'architecture textile. Le but de ce chapitre est de vérifier si le modèle de Scola et al. est valable pour les filtrations à travers les préformes fibreuses qui ont été effectuées au cours de cette thèse.

Dans ce chapitre, les courbes de filtration recueillies lors de la mise en œuvre des composites seront étudiées pour tenter de comprendre les effets des nouvelles conditions mentionnées ci-dessus sur la cinétique de filtration. Les éléments du modèle de filtration de Scola et al. seront testés pour vérifier son applicabilité sur des matériaux et conditions de fabrication différentes. Les filtrations pour la fabrication des composites SiC/SiC seront tout d'abord présentées, suivies par celles des composites $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$.

7.1 Analyse du modèle de croissance des composites SiC/SiC

Le modèle qui a été utilisé dans le Chapitre 5 pour prédire la cinétique de croissance des crus de particules sans préforme est quasi-identique au modèle de Scola et al. (Scola, Podgorski, et al., 2019). Pour les composites, la présence de la préforme était associée à une réduction de l'aire d'écoulement de la filtration. Cette hypothèse est contestée, mais le modèle était tout de même satisfaisant selon ses résultats expérimentaux. Pour cette raison, la première étape d'analyse de la cinétique de filtration des composites de cette thèse est de répliquer le modèle de Scola et al.

On peut rappeler que les CMC SiC/SiC ont été fabriqués par l'injection d'une suspension à débit constant. Il avait été montré dans le Chapitre 5 que la cinétique de croissance des crus (et le profil d'évolution de la pression dans le système) à débit constant sans texture fibreuse était plutôt linéaire. Comme première approximation de croissance dans les textures, on pourrait supposer que la croissance du cru entre les fibres serait similaire. Or, une courbe de filtration typique lors de la mise en œuvre d'un CMC SiC/SiC est présentée sur la Figure 7-1. Au premier coup d'œil, cette courbe n'est pas linéaire dans sa totalité, mais elle peut être divisée par sections pour mieux la comprendre. Les trois premières sections sont reliées directement au fluide de présaturation (eau) de la texture fibreuse qui avait été introduit dans celle-ci précédant l'injection de la suspension. Le

fluide de présaturation cause un gradient de concentration de la suspension lorsque cette dernière est injectée dans la colonne de Darcy. La Figure 7-2 contient des représentations schématiques des instants entre chaque section de la courbe. Aucun travail spécifique n'a été réalisé au cours des travaux de cette thèse pour étudier le gradient de concentration de la suspension lorsqu'on l'injecte dans le sens de la gravité, mais des travaux expérimentaux effectués par Safran Ceramics ont démontré ce phénomène.

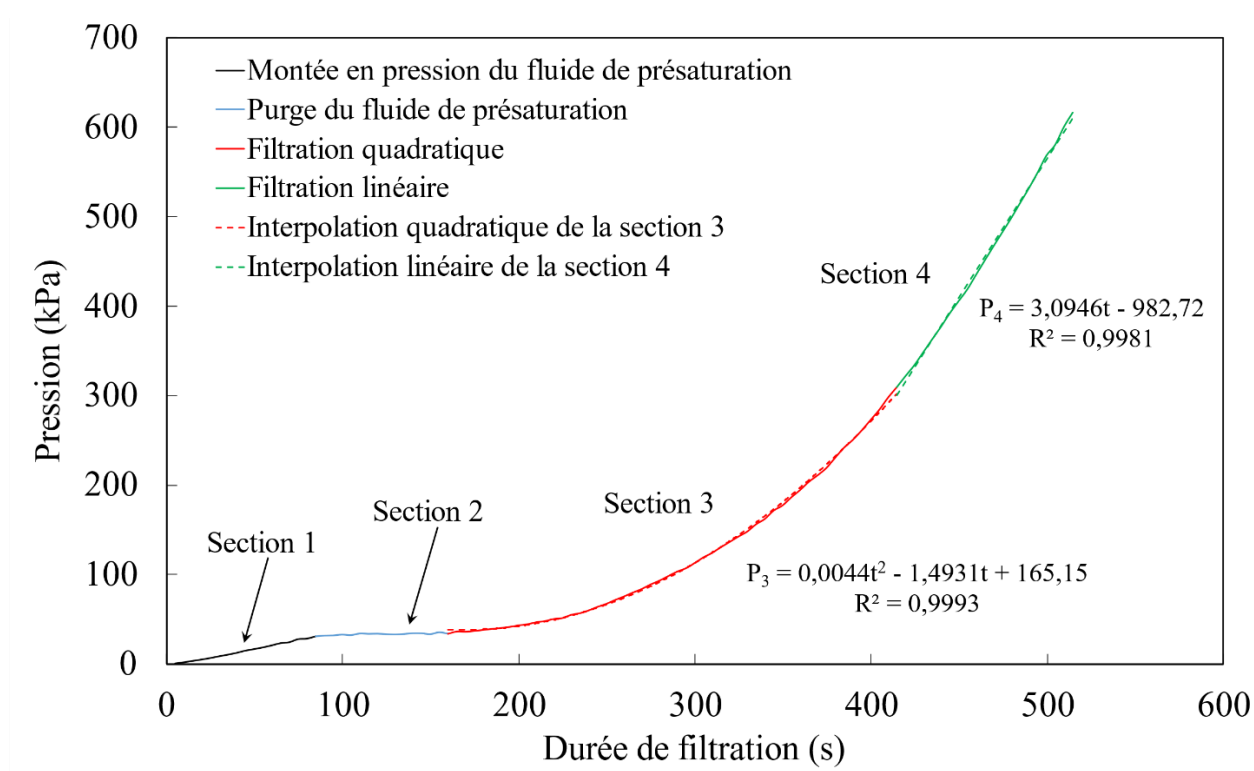


Figure 7-1 Exemple de courbe de filtration (montée en pression) lors de la mise en œuvre d'un CMC SiC/SiC. Les sections sont les différents mélanges de suspension et de fluide de présaturation

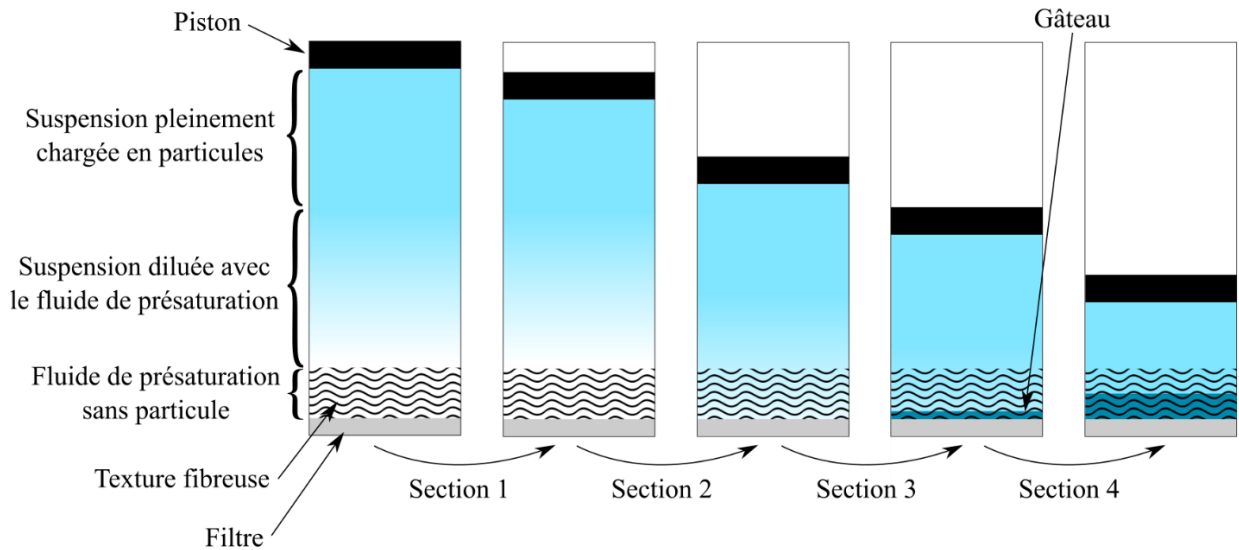


Figure 7-2 Représentation schématique dans la colonne de Darcy des sections soulevée de la filtration sur la Figure 7-1

La première section correspondrait à la montée en pression du fluide de présaturation qui ne contient pas de particule. Cette montée en pression est effectuée jusqu'à l'atteinte de la pression d'intrusion du filtre B (cf. Tableau 4-1). Pour rappel, cette pression d'intrusion se situe entre 24 et 55 kPa selon le fabricant. Cela correspond à ce que l'on obtient à la pression maximale (35 kPa) de la première section de la courbe. Le fluide n'a donc pas initié son déplacement au travers du filtre.

La deuxième section est un plateau (où la pente est nulle) à cette pression maximale. Ici, le fluide de présaturation sans particules est évacué au travers du filtre. On considère que le fluide ne contient pas de particule puisque la résistance à l'écoulement reste constante durant cette section. Si des particules étaient amenées à se déposer sur le filtre ou à l'intérieur de sa porosité, la résistance à l'écoulement s'élèverait dans le temps.

La troisième section est plus complexe que les deux premières. Les particules commencent à se déposer sur le filtre pour former un cru entre les fibres. L'allure de la courbe est parabolique (dénotée par l'interpolation quadratique sur la Figure 7-1) en contraste à la forme linéaire qui serait attendue par le modèle. Il est suggéré (avec l'appui des travaux expérimentaux de Safran) que la cause principale est un gradient de concentration de la suspension dû à sa dilution par le fluide de présaturation. Normalement, la linéarité de la montée en pression est attribuée à l'augmentation linéaire de la résistance à l'écoulement. Ce phénomène est attribuable à la vitesse constante du

dépôt de particules lors d'une filtration à débit constant. Bien sûr, cela implique également que les propriétés physiques du cru restent constantes tout le long de la filtration. Or, si la suspension possède un gradient de concentration en particules (où le point de faible concentration se trouve du côté du filtre), la vitesse de dépôt de ces particules par unité de volume de suspension augmente progressivement au cours de la filtration. Des travaux futurs seraient nécessaires pour bien caractériser cette section de la courbe.

Dans la quatrième section de la courbe, le segment est quasi-linéaire. On peut donc supposer que la croissance de la résistance à l'écoulement est de nouveau linéaire et, par conséquent, que le rythme auquel les particules se déposent l'est également. Le gradient de concentration de la suspension est donc nul ou très faible comparativement à celui de la troisième section.

Une des difficultés dans l'analyse de ces courbes est que l'on ne connaît pas l'évolution des paramètres importants lors de la filtration. Par exemple, pour produire le modèle de croissance, on se servait des courbes de filtration pour calculer le paramètre α , la résistance spécifique de la couche de cru. On se servait de la pente de la courbe de la pression en fonction du temps pour calculer ce paramètre et il servait ensuite à déterminer la perméabilité de la pièce. En ajoutant les termes pour tenir compte du volume occupé par la texture fibreuse, on obtient les deux équations suivantes pour estimer le paramètre α ainsi que la perméabilité lors de la filtration à débit constant dans une préforme :

$$\alpha = \frac{(A \cdot (1 - V_f))^2 \cdot \text{pente}}{\mu \cdot W \cdot q^2} \quad 7.1$$

$$K_{CMC} = \frac{1}{\alpha \cdot (1 - \varepsilon_{CMC}) \cdot \rho_s} \quad 7.2$$

où α (m/kg) est la résistance spécifique de la couche de cru, A (m²) est l'aire de filtration, V_f (-) est le taux volumique de fibres, μ (Pa·s) est la viscosité du filtrat, W (kg/m³) est la masse de cru sec par volume de filtrat, q (mL/s) est le débit d'injection, K_{CMC} (m²) est la perméabilité du composite, ε_{CMC} (-) est la porosité du composite et ρ_s (kg/m³) est la masse volumique absolue du constituant du cru (qui correspond à 3217 kg/m³ pour le SiC).

Dans l'Équation 7.1, la pente de la courbe de filtration ainsi que les paramètres W et μ sont fonction de la concentration de la suspension. Ils ne sont donc pas constants au cours de la filtration. Néanmoins, pour concevoir le modèle de croissance, il fallait déterminer la perméabilité des CMC. Pour ce faire, on s'est servi de la quatrième section de la courbe de filtration où la cinétique semblait linéaire. Pour cette section, on supposait que les paramètres étaient constants à leur valeur nominale, c'est-à-dire qu'on ne tenait pas compte de la dilution de la suspension. La résistance spécifique a donc pu être calculée à l'aide de l'Équation 7.1 puis elle a été introduite dans l'Équation 7.2 pour le calcul de la perméabilité du composite.

Les résultats ont ensuite été compilés et sont affichés dans le Tableau 7-1. Presque toutes les courbes de filtration de la mise en œuvre des CMC du PEx SiC/SiC ont été utilisées pour les calculs moyens de perméabilité. Or, la courbe d'un CMC à torons ouverts n'a pas été considérée. La quantité de particules introduites dans cette pièce était particulièrement faible, la porosité dans l'espace matriciel étant estimée à 89%. D'ailleurs, à la suite de l'essai de filtration, une couche volumineuse de cru se trouvait par-dessus la texture. La courbe de filtration représente alors majoritairement la construction de ce cru, ce qui ne correspond pas à une filtration entre les fibres de la texture étudiée dans ce chapitre. Un total de 21 mesures de perméabilité a été calculé.

Tableau 7-1 Mesures de perméabilité des CMC du PEx SiC/SiC

Perméabilité moyenne globale	$8,07 \times 10^{-17} \pm 4,50 \times 10^{-17} \text{ m}^2$
Perméabilité avec texture à torons fermés et suspension chargée à 20% vol.	$9,12 \times 10^{-17} \pm 4,43 \times 10^{-17} \text{ m}^2$
Perméabilité avec texture à torons fermés et suspension chargée à 10% vol.	$4,11 \times 10^{-17} \pm 2,63 \times 10^{-17} \text{ m}^2$
Perméabilité avec texture à torons ouverts	$9,86 \times 10^{-17} \pm 4,43 \times 10^{-17} \text{ m}^2$

On remarque la variabilité importante de la perméabilité moyenne globale déterminée à l'aide des 21 courbes de filtration. Dû à cette variabilité, les valeurs de perméabilité s'étendent sur une plage d'un ordre de grandeur, ce qui est très élevé. Pour mettre ces données en perspective, le composite le plus perméable du lot posséderait une cinétique de croissance dix fois plus élevée que le composite le moins perméable dans des conditions de filtration identiques.

On remarque ensuite que les mesures de perméabilité sont plus faibles pour les composites fabriqués à l'aide d'une suspension chargée à 10%. Cela est cohérent avec les résultats de porosité

discutés dans le Chapitre 6. En effet, il avait été expliqué que la concentration de la suspension avait un impact significatif sur la formation de la macroporosité. Un composite possédant un volume plus important de macropores serait plus perméable puisque cet espace représente un chemin facile pour l'écoulement du fluide lors de la filtration. C'est également pour cette raison que les CMC à torons ouverts possèdent une perméabilité très élevée. Le remplissage hétérogène de la zone intra-toron témoigne de ces résultats.

Même dans ces sous-divisions de la perméabilité, la variabilité reste élevée. D'autres facteurs que ceux soulevés par le Tableau 7-1 peuvent également être en cause pour l'expliquer, dont tous ceux du PEx. Il s'avère que pour la conception d'un modèle de cinétique de croissance général, ces écarts de perméabilité sont trop importants. La Figure 7-3 illustre ce propos. Deux courbes de filtration dans des conditions identiques (concentration de la suspension, débit d'injection, type d'architecture textile) sont présentées, mais elles ne possèdent pas la même cinétique de montée en pression. Dans le cas présenté ici, on ne peut qu'aborder les courbes de filtration au cas par cas pour concevoir un « modèle » qui n'est viable que pour la courbe en question. Or, cela n'est pas très pertinent puisque le modèle n'est pas prédictif.

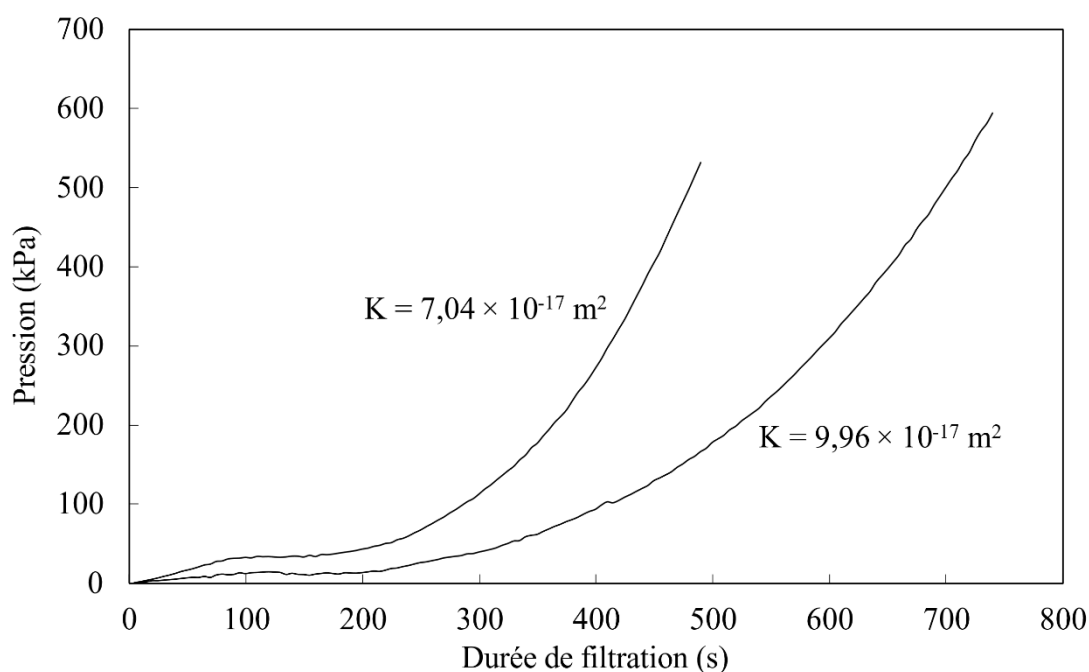


Figure 7-3 Exemple de deux courbes de filtration de CMC SiC/SiC à torons fermés avec l'utilisation d'une suspension chargée à 20% et d'un débit de 1,5 mL/min

Néanmoins le modèle itératif de croissance (en épaisseur du cru dans la préforme et en pression) est formulé selon les trois équations suivantes qui sont un réarrangement des termes du modèle de Scola et al. (Scola, Podgorski, et al., 2019) (cf. section 2.3.2) pour l'adapter au cas à débit constant :

$$V(t) = \sum_{i=0}^n q \cdot \Delta t \quad 7.3$$

$$\Delta z(t)_{CMC} = \frac{V(t) \cdot W}{A \cdot (1 - V_f)(1 - \varepsilon_{CMC}) \cdot \rho_s} \quad 7.4$$

$$P = \frac{\mu \cdot \Delta z(t)_{CMC} \cdot q}{K_{CMC} \cdot A \cdot (1 - V_f)} + \frac{\mu \cdot q}{K_s \cdot A} \quad 7.5$$

où $V(t)$ (m^3) est le volume de filtrat total poussé, Δt (s) est l'intervalle de temps entre chaque itération, $\Delta z(t)_{CMC}$ (m) est l'épaisseur itérative du composite, P (Pa) est la pression du fluide au-dessus de la préforme, K_s (m^2) est la perméabilité du filtre et les autres paramètres sont les mêmes que ceux présentés précédemment.

Pour concevoir un modèle plus intéressant, il faudrait établir des lois de prédiction de la perméabilité en fonction des facteurs qui causent sa variabilité. Dans ce contexte, une quantité importante de filtration selon toutes les combinaisons de facteurs à l'étude du PEx est nécessaire pour que les résultats soient statistiquement valides. Il faudrait également être en mesure de le faire pour les paramètres W et μ en fonction de la dilution de la suspension comme mentionné précédemment.

La Figure 7-4 présente les courbes de la Figure 7-3 avec le modèle itératif de croissance à débit constant en utilisant les valeurs nominales des paramètres ainsi que la perméabilité moyenne globale. On voit clairement que le modèle n'est pas représentatif de la réalité. Avec le peu de données qui découlent du PEx SiC/SiC et l'absence de données concrètes sur l'effet de la dilution de la suspension, il n'est donc pas envisageable de créer ces lois de prédiction. La conclusion générale est donc que le modèle de croissance à débit constant ne pouvait pas être utilisé pour prédire la croissance des crus de particules entre les fibres des textures SiC.

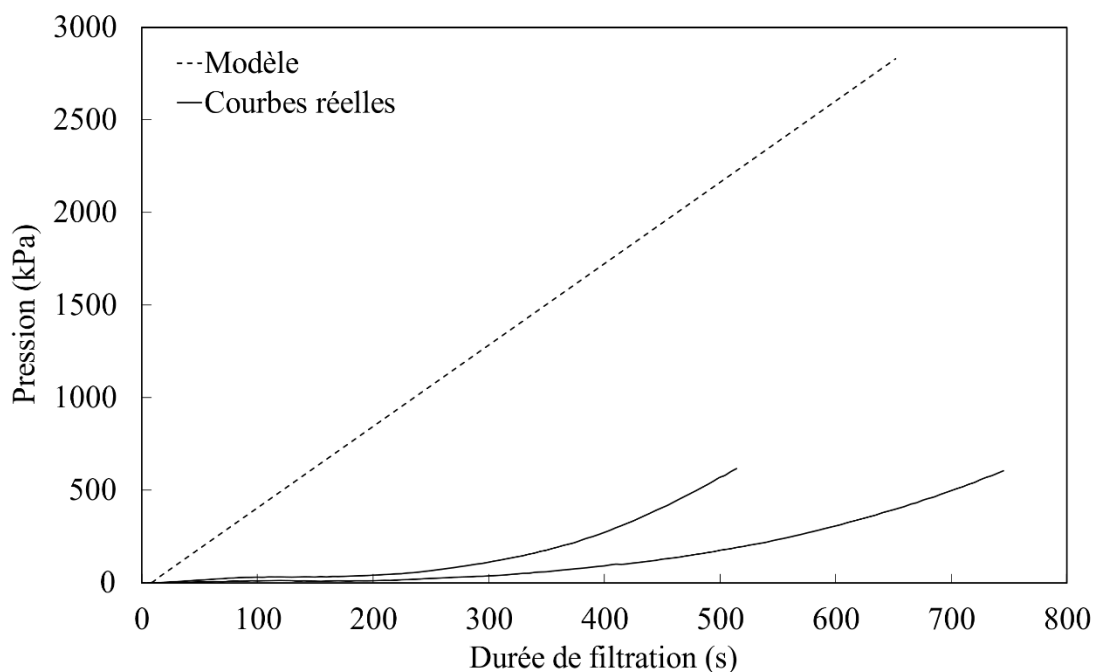


Figure 7-4 Courbes de filtration de la Figure 7-3 en comparaison avec le modèle de filtration à débit constant sans ajustement pour le gradient de concentration de la suspension

7.2 Analyse du modèle de croissance des composites $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$

La méthode de conception du modèle de croissance pour les CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ était similaire à celle employée pour les CMC SiC/SiC . Or, il faut rappeler que pour les CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$, la filtration se déroulait à pression constante avec une montée en pression de courte durée (au plus 3 minutes) à débit constant (5 mL/min). Comme le montre la Figure 7-5, la portion à débit constant était similaire aux courbes de filtration des CMC SiC/SiC , c'est-à-dire qu'elle présente une allure parabolique au lieu d'être linéaire.

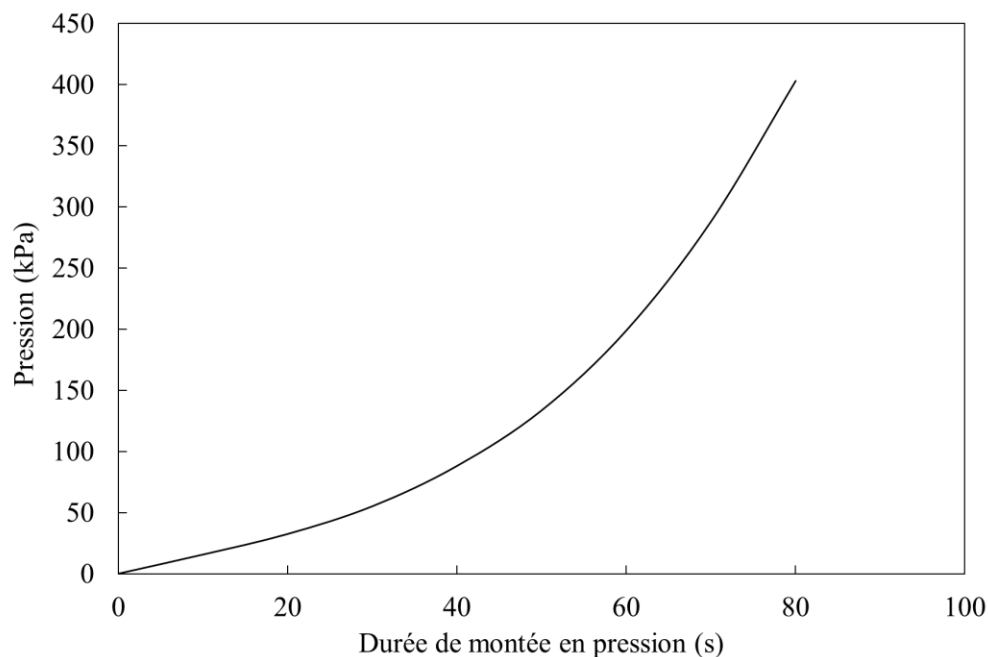


Figure 7-5 Exemple de montée en pression à débit constant lors de la mise en œuvre d'un CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$

La courbe $\frac{t}{V} = f(V)$ de la portion à pression constante présente toutefois une allure identique à ce qui est attendu théoriquement. Un exemple est présenté sur la Figure 7-6. La première portion de la courbe est un plateau qui représente la montée en pression à débit constant. Ensuite, une transition à pression constante se produit et on peut observer la formation d'une pente linéaire non nulle. C'est à l'aide de cette pente que la résistance spécifique peut être calculée :

$$\alpha = \frac{2 \cdot \Delta P \cdot \left(A \cdot (1 - V_f) \right)^2 \cdot \text{pente}}{\mu \cdot W} \quad 7.6$$

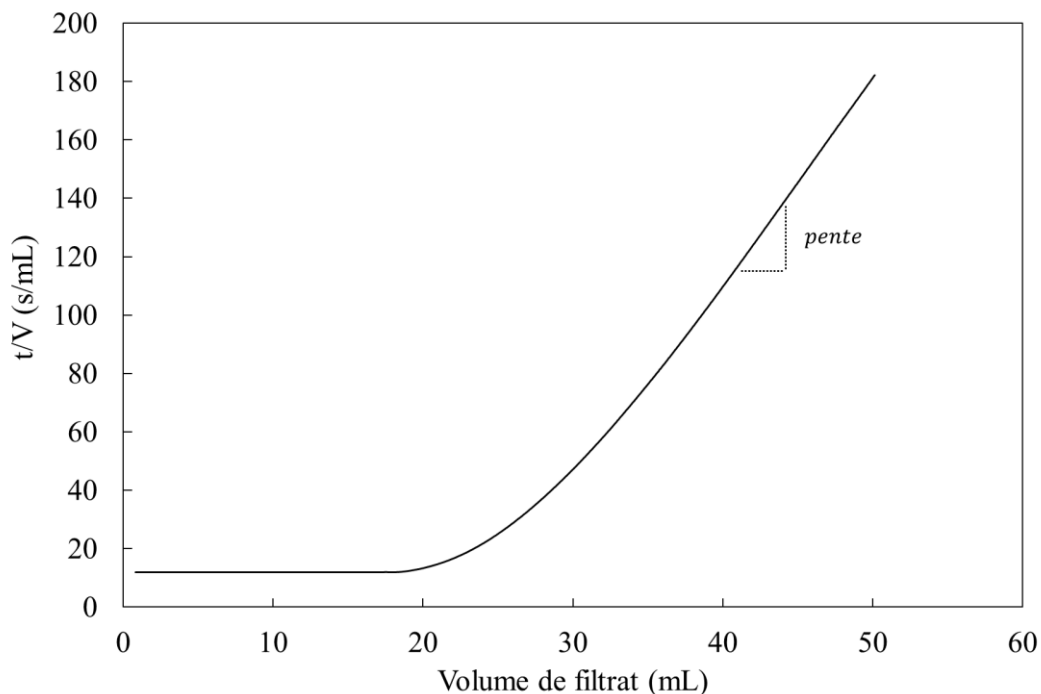


Figure 7-6 Exemple de courbe de filtration à pression constante produite lors d'une fabrication d'un CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$

Tout comme pour les travaux précédents, la résistance spécifique du composite sert à alimenter le calcul de la perméabilité. Ici, l'Équation 7.2 peut être utilisée puisqu'elle reste la même, quel que soit le mode de régulation (à débit ou pression constant(e)). En compilant tous les résultats des PEx $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ pour les pièces bien remplies de particules (e.g. celles qui ont servi pour toutes les analyses numériques et qualitatives), on obtient une perméabilité moyenne des CMC de $9,67 \times 10^{-18} \pm 0,39 \times 10^{-18} \text{ m}^2$. Les écarts dans cette valeur de perméabilité sont faibles et témoignent du remplissage plutôt homogène et constant des CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$. Cette perméabilité est légèrement inférieure à celle qui avait été calculée pour les crus d'alumine présentée dans le Tableau 5-6.

On peut s'attendre à ce résultat puisque la préforme elle-même est un obstacle à l'écoulement. Globalement, elle vient à diminuer la porosité totale de la pièce. Dans le cas où les pièces seraient exemptes de défauts, on pourrait affirmer hors de tout doute que le volume occupé par la préforme diminuerait significativement la perméabilité de la pièce. Or, comme il l'a été constaté dans le Chapitre 6, la présence des fibres affecte directement la formation de défauts, notamment dans la zone intra-toron. Les défauts (macropores) entraînent possiblement une augmentation de la perméabilité puisqu'ils représentent des zones facilement accessibles au fluide porteur lors de la

filtration comparativement à la porosité inter-particulaire. Ils viennent donc contrebalancer l'effet direct de la préforme sur la perméabilité du composite.

Quoi qu'il en soit, cette perméabilité, ainsi que les données du Tableau 5-6, ont servi à alimenter le modèle itératif de Scola et al. (cf. section 2.3.2). Puisque les conditions de filtration pour les CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ de cette thèse étaient similaires à celles des travaux de Scola et al., le modèle a été utilisé sans effectuer de changement. Un exemple du modèle en comparaison à quelques résultats expérimentaux se trouve sur la Figure 7-7. Le cas à une pression d'injection de 4,5 bar et une suspension de concentration volumique de 18% est affiché puisqu'il regroupe un nombre important d'essais.

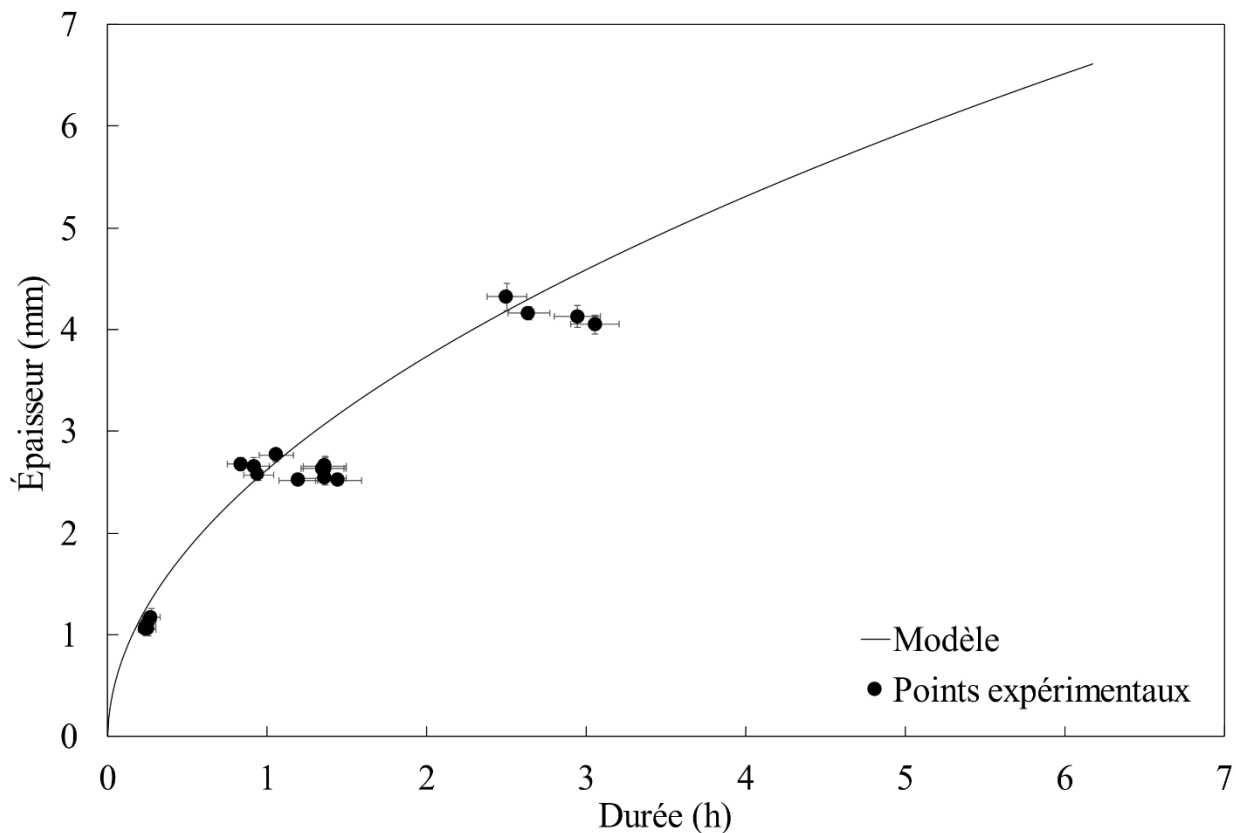


Figure 7-7 Cinétique de filtration de CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ à une pression d'injection de 4,5 bar et une suspension de concentration volumique de 18% en comparaison au modèle itératif de Scola et al. en associant la texture fibreuse à une réduction de l'aire de section moyenne

Au premier coup d'œil, on voit que bien que le modèle soit assez corrélé, il tend à légèrement surestimer la vitesse de croissance du cru. L'écart maximal d'épaisseur à une durée donnée entre le modèle et les points expérimentaux s'élève à environ 15%. Quelques éléments peuvent être

discutés à ce sujet. Le premier est la dilution de la suspension par le fluide de présaturation. Il avait surtout été discuté du gradient de concentration de la suspension causé par le fluide de présaturation dans la section 7.1, mais la suspension peut aussi être globalement diluée. Selon la Figure 7-6, la pente de la courbe semble bien linéaire, ce qui indiquerait que le gradient est nul ou très faible. Or, la concentration moyenne de la suspension qui a servi à produire les CMC n'est pas connue précisément. La dilution n'est pas prise en compte dans le modèle. Cela implique que les valeurs de la viscosité du filtrat et du paramètre W pourraient être erronées.

Les courbes de filtration elles-mêmes peuvent être étudiées davantage. La Figure 7-8 présente deux courbes de filtration. Une de ces courbes est selon un CMC à taux volumique de fibres de 50% alors que l'autre est à 30%. Les autres facteurs sont les mêmes pour les deux essais. On remarque que la courbe où un taux volumique de fibres plus élevé a été utilisé possède une pente plus élevée. Cela peut vraisemblablement indiquer que la résistance de ce CMC est plus élevée ou bien que l'aire de filtration soit réduite. On ne peut pas confirmer avec certitude si une de ces deux hypothèses est en cause, mais on peut au moins confirmer que la texture fibreuse influence la cinétique de filtration.

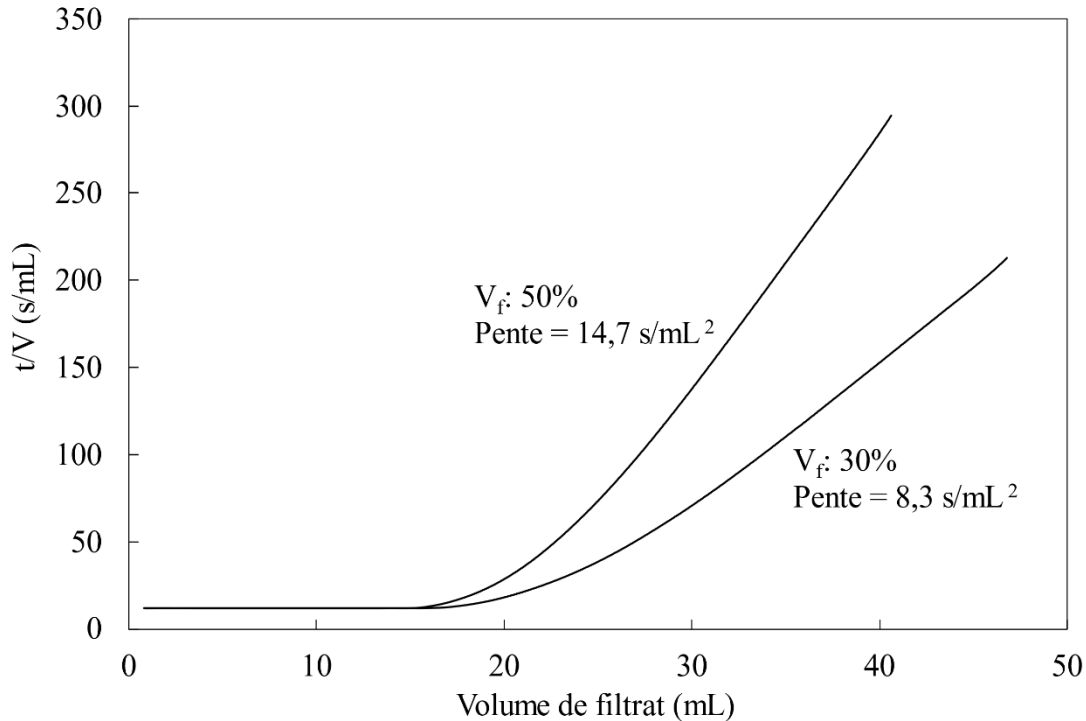


Figure 7-8 Courbes de filtration à pression constante de CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ avec un taux volumique de fibres de 50% et de 30%. Les autres facteurs (concentration : 18%vol., espace inter-torons : 0,6 mm, épaisseur : 4,2 mm, pression : 4,5 bar) sont constants pour les deux courbes

7.3 Conclusion

L'objectif de ce chapitre était d'étudier la cinétique de croissance des crûs céramiques entre les fibres d'une préforme fibreuse. Au lieu d'effectuer des essais spécifiques à l'étude de ce phénomène, les courbes de filtration des essais des divers plans d'expériences présentés dans le Chapitre 6 ont été utilisées. Les résultats ont été comparés au modèle de Scola et al. (Scola, Podgorski, et al., 2019) et les conclusions sont plutôt mitigées.

Certains éléments de filtration pouvant influencer la cinétique de croissance n'ont pas été considérés dans le modèle. On peut mentionner la dilution de la suspension causée par son contact avec le fluide de présaturation qui ne contient pas de particules. Cette dilution affecte principalement les paramètres de concentration de la suspension qui peuvent être sous la forme d'un gradient au lieu d'être constants. Une dilution globale de la suspension où sa concentration moyenne est inférieure à sa concentration nominale avec son injection dans l'équipement de fabrication pourrait également être survenue.

Pour les CMC SiC/SiC, il semble que les paramètres utiles à la conception du modèle ont une très grande variabilité. Cela n'est pas très étonnant puisque l'analyse de la porosité de ces CMC a montré que l'infiltration de la texture fibreuse dépendait fortement des conditions d'injection, des suspensions et des paramètres textiles. De plus, la dilution de la suspension provoque un changement complet (et non étudié dans les travaux de cette thèse) de la courbe de filtration attendue théoriquement. Pour ces raisons, un modèle général de cinétique de croissance n'a pas été créé. Dans le cas des CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$, les paramètres présentaient des écarts suffisamment faibles pour que le modèle général puisse être créé. Suivant le modèle de Scola et al., il semble assez bien prédire la cinétique de croissance de crus dans une préforme Al_2O_3 .

Malgré ces résultats qui semblent satisfaisants pour les CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$, la cinétique de croissance des crus dans les textures fibreuses reste mal comprise. Macroscopiquement, on considère que le cru se développe de façon plane, même en présence de la préforme. Or, ce n'est pas nécessairement le cas. Des essais spécifiques à l'étude de ce phénomène seraient requis pour le vérifier. Par exemple, on peut arrêter la filtration à des temps précis avant que la préforme ne soit complètement remplie de cru. D'une part, cela permettrait de pouvoir réaliser des caractérisations à petite échelle (tomographie, MEB, etc.) pour qualifier le profil de croissance du front du cru. D'autre part, cela permettrait de vérifier l'épaisseur moyenne du cru à différents instants de la filtration. En plus des essais spécifiques, des mesures supplémentaires sur les composites aideraient à mieux appréhender les mécanismes de croissance en jeu. Par exemple, on pourrait mesurer la perméabilité des pièces avec de l'eau après la filtration de la suspension. Cela permettrait d'obtenir un meilleur point de comparaison avec les mesures de perméabilité des milieux poreux conventionnels.

CHAPITRE 8 SIMULATION DE LA FILTRATION EN 2D

L'objectif principal du projet est de fabriquer de vraies pièces qui représentent certains défis de moulage géométrique. Simplement, l'équipe cherche à mouler des pièces dont les formes sont plus complexes que des géométries comme des plaques. Avant de s'attaquer à cette tâche, des travaux de caractérisation et de compréhension des effets géométriques ont été effectués. Ces travaux consistaient à fabriquer des pièces 3D représentant des singularités géométriques typiques (des petites portions) des pièces réelles à fabriquer. Les quatre pièces modèles 3D à l'étude ont été présentées dans la section 4.1.2 à la Figure 4-7. Elles étaient (1) une géométrie en forme de demi-pi et (2) un pied d'aube en queue d'aronde pour les CMC SiC/SiC puis (3) une cornière en forme de « L » et (4) une dégressivité en épaisseur pour les CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$.

La procédure expérimentale pour effectuer l'étude des effets géométriques était plutôt simple en théorie. On choisit une stratégie d'injection (emplacement des surfaces d'injection et des filtres), on procède à l'injection et la filtration de la suspension puis on caractérise la pièce. Durant la caractérisation, on observe les zones possédant des macropores ou qui ne contiennent pas de matrice puis on se sert de ces résultats afin de déterminer les bonnes et les moins bonnes stratégies d'injection.

Comme les préformes 3D sont dispendieuses à produire, elles n'étaient disponibles qu'en très faible quantité pour effectuer les travaux. Pour cette raison, chaque essai devait être planifié soigneusement. Afin de ne pas « gaspiller » les préformes, il est impératif que les stratégies d'injection soient bien choisies. Pour aider au choix de ces stratégies, la modélisation de l'infiltration des pièces est utile. Or, aucun outil n'est commercialement disponible pour ce type de fabrication puisque le domaine d'application est particulièrement restreint. Un premier script de simulation de la croissance d'un cru en 2D a donc été proposé dans le logiciel Scilab 6.1.0 pour répondre à ce besoin.

Dans ce chapitre, le modèle de simulation de la filtration en 2D sera présenté. Tout d'abord, le but précis et le contexte entourant l'élaboration de ce script seront présentés. Ensuite, les hypothèses de bases ainsi que le principe de fonctionnement du script de simulation seront expliqués. Finalement, les résultats des simulations seront comparés à quelques résultats expérimentaux de pièces moulées.

8.1 Contexte et but de la simulation

Avant de discuter du modèle de simulation, il faut tout d'abord mettre en contexte les besoins précis et le but visé par l'accomplissement de cette tâche. Il a été montré dans le 0 que la filtration en 1D n'était toujours pas bien comprise, surtout en ce qui concerne la cinétique de croissance du cru lorsqu'une préforme fibreuse est présente. De plus, aucune étude spécifique de croissance du cru n'a été faite en 2D ou en 3D à ce jour, que ce soit avec ou sans préforme fibreuse. On tente donc de simuler un phénomène qui est inconnu. Selon ce constat, il est clair que la simulation de la croissance du cru en 2D ne peut pas être plus précise que celle 1D puisqu'elle est plus complexe. L'objectif de la simulation en 2D est plutôt tourné vers la prédiction d'un profil de croissance macroscopique puisque les phénomènes aux échelles mésoscopique (entre les torons) et microscopique (entre les fibres) ne sont pas suffisamment bien compris pour les modéliser. Par exemple, on ne peut pas modéliser la formation d'un macropore. Ce profil permettrait par la suite de repérer les blocages potentiels (fermeture de front de cru à l'échelle macroscopique) liés à la stratégie d'injection.

Un exemple schématique de ce propos est montré sur la Figure 8-1. Sur l'image en (a), on présente une pièce ayant une partie épaisse (partie 1 à droite) et une partie mince (partie 2 à gauche). La ligne en vert représente la surface d'injection alors que la ligne en bleu représente la position du filtre. Tous les autres côtés de la pièce sont en contact avec le moule et on suppose que les effets de bord sont négligés. Selon la position du filtre, on peut intuitivement savoir que la construction du cru se fera de la droite vers la gauche si on ignore les phénomènes de rétention de particules. Sur l'image en (b), on présente une construction d'un cru (en rouge). Selon la position de la surface d'injection, on peut prédire qu'il sera bloqué par le cru avant que la partie mince de la pièce soit complètement remplie. Dans cette situation, le blocage de la surface d'injection prévient la densification totale de la pièce. Sur l'image en (c), une petite partie mince a été ajoutée dans le haut de la partie épaisse (partie 3) et la surface d'injection a été déplacée au bout de la grande partie mince (à gauche complètement de la partie 2). Selon la nouvelle position de la surface d'injection, on peut prédire que les parties 1 et 2 pourraient être complètement remplies puisque le front du cru n'est pas bloqué, mais il est fort probable que la partie 3 ne soit pas complètement remplie. En effet, la densification complète de la partie 1 bloquerait l'apport en suspension dans la partie 3. Ces stratégies d'injection ne seraient donc pas adéquates pour la fabrication de ces pièces.

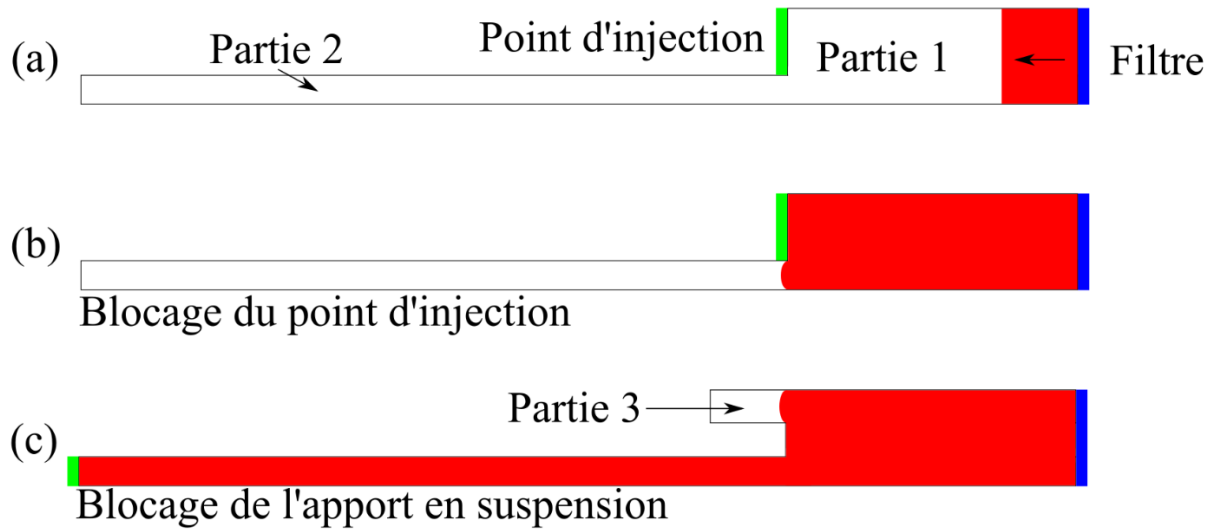


Figure 8-1 Exemple de blocage de la surface d'injection (en vert) par le cru de particules avant que la pièce ne soit totalement remplie

8.2 Modèle de filtration sur membrane en 2D

Pour simuler une filtration en 2D, on se base sur le modèle de filtration en 1D. Le principe est de « propager » le front de croissance du cru dans toutes les directions principales du plan au lieu d'être dans une seule direction. Pour ce faire, la pièce en 2D est tout d'abord discrétisée en plusieurs petits éléments carrés (cases) représentant la zone qui peut être affectée par la croissance du cru durant une filtration. Pour des raisons de simplicité, la discrétisation est homogène sur toute la surface. Il serait possible de l'affiner dans certaine zone d'intérêt, mais cela n'a pas été fait pour ce premier modèle. La Figure 8-2 est un exemple de discrétisation de la pièce « demi-pi » avec ses sections principales identifiées (la bride, la baignoire et le becquet). Une surface d'injection (en vert) est positionnée sur le côté de la baignoire et un filtre (en bleu) est placé à l'extrémité du becquet.

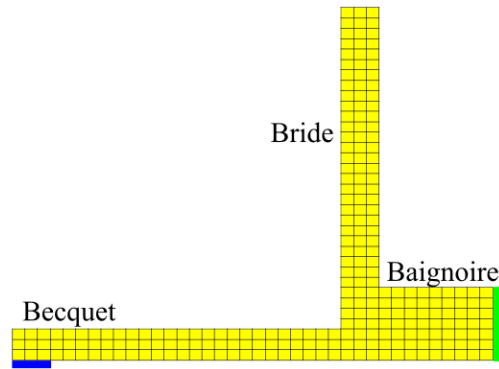


Figure 8-2 Discretisation de la pièce « demi-pi » en petits éléments (carrés jaunes) avec une stratégie d'injection. La bande verte est la surface d'injection alors que la bande bleue est le filtre

Chaque élément est ensuite catégorisé selon un groupe :

- Filtre : l'élément est en contact avec un filtre.
- Surface (ou point) d'injection : l'élément est en contact avec une surface d'injection.
- Sans groupe particulier : l'élément n'est pas en contact avec un filtre ou une surface d'injection.

Chaque élément possède également un statut d'activation :

- Actif : le cru est en construction dans l'élément.
- Rempli : l'élément a déjà été activé, mais il est rempli de cru et ne peut donc plus être actif de nouveau.
- Inactif : l'élément n'a jamais été activé au cours de la simulation.

De plus, on peut énumérer les hypothèses de la simulation :

- Les effets de bord et de rétention par la préforme fibreuse sont négligés.
- Les effets de dilution de la suspension par la présaturation de la préforme ne sont pas considérés.
- La cinétique de croissance du cru est constante, quelle que soit la direction du front de croissance.

Les éléments en contact avec le filtre sont initialement actifs puisque la construction du cru débute sur le filtre s'il n'y a aucune rétention par la préforme. La propagation du cru se fait à partir des

éléments remplis de cru aux éléments vides adjacents. Cela implique que lorsqu'un élément passe du statut « actif » à « rempli », tous les éléments inactifs qui y sont adjacents sont activés. Si un élément se remplit et que des éléments adjacents sont déjà actifs ou remplis, rien ne se produit. Une représentation schématique de ces règles est présentée sur la Figure 8-3. La couleur jaune représente une zone sans cru de particules alors que la couleur rouge représente la construction du cru. Les flèches montrent la direction de croissance du cru dans chaque élément actif.

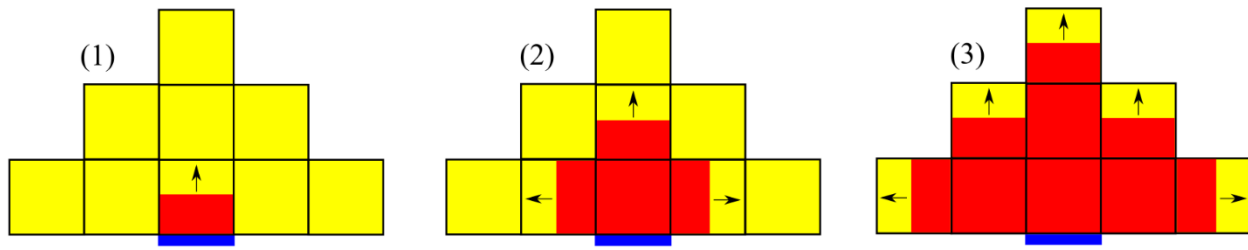


Figure 8-3 Représentation schématique du principe de propagation du cru dans les éléments discrétisés d'une pièce modélisée. Les zones en rouge représentent la construction du cru

La boucle de résolution des étapes principales du script est présentée sur la Figure 8-4. Les données initiales sont des données qui doivent être déterminées par l'utilisateur avant de lancer le script. Ces données servent ensuite à alimenter les calculs de croissance du cru dans la préforme. La façon dont les éléments se remplissent individuellement est par le modèle itératif 1D. Si on ne considère qu'un seul élément comme on le montre sur la Figure 8-5, le modèle est identique à celui proposé par Scola et al. (Scola, Podgorski, et al., 2019) qui a été expliqué dans la section 2.3.2 et étudié dans le 0.

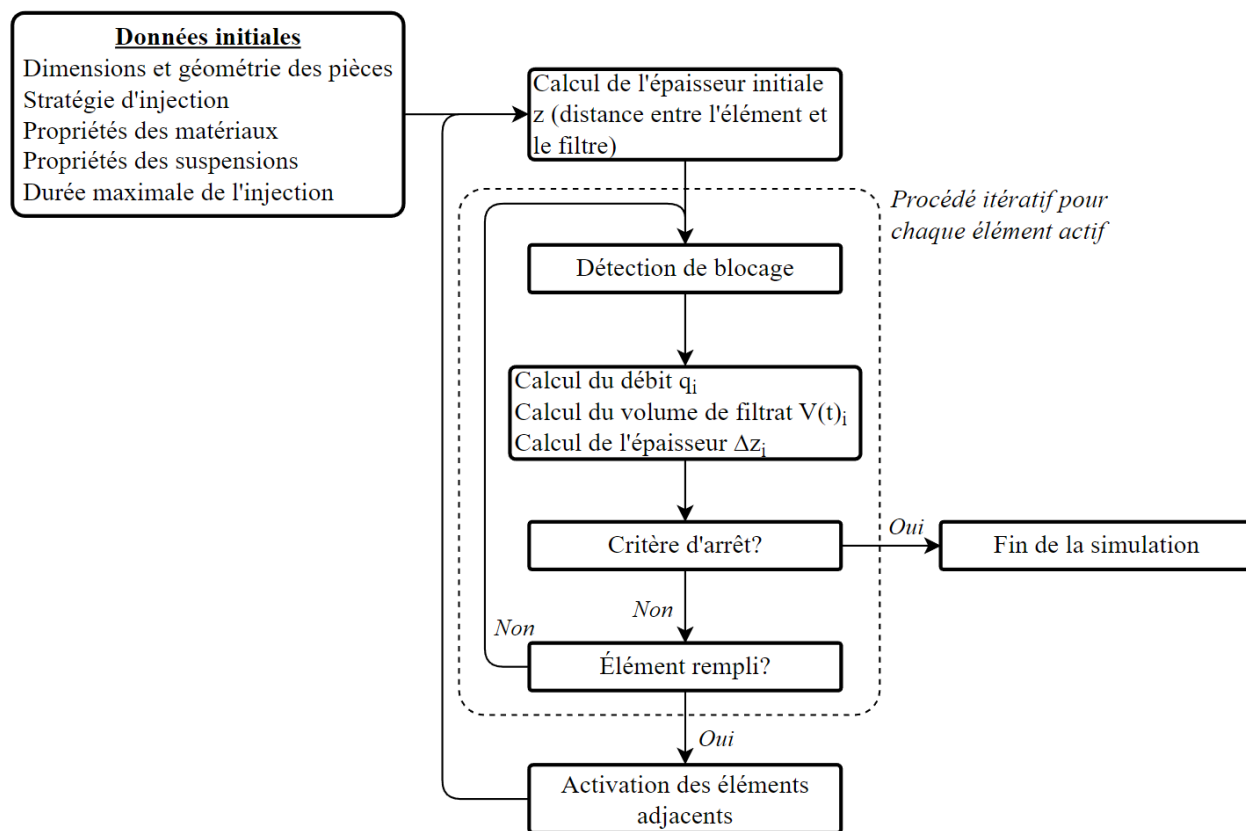


Figure 8-4 Boucle de résolution du script de simulation

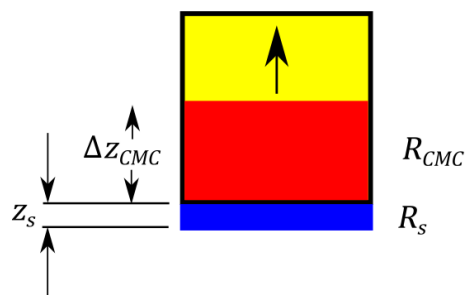


Figure 8-5 Représentation schématique du réseau de résistance initial pour un élément de CMC avec un filtre

Les mêmes équations basées sur l'évolution progressive de la résistance à l'écoulement provoquée par la croissance du cru de particules dans le CMC ont été utilisées dans le script de simulation 2D. Pour rappel, la résistance à l'écoulement est liée à l'épaisseur du milieu et sa perméabilité par l'équation suivante :

$$R = \frac{z}{K} \quad 8.1$$

où $R \text{ (m}^{-1}\text{)}$ est la résistance à l'écoulement du milieu, z ou $\Delta z \text{ (m)}$ est son épaisseur et $K \text{ (m}^2\text{)}$ est sa perméabilité.

L'épaisseur initiale du cru est calculée avec les éléments remplis qui séparent l'élément actif et le filtre. La taille d'un élément est connue. Lorsque l'épaisseur du cru dans l'élément atteint ou dépasse sa taille maximale durant une itération, l'élément passe au statut « rempli » et active les éléments adjacents pour poursuivre la croissance du cru. Durant une simulation, plusieurs éléments sont activés les uns à la suite des autres. Lorsqu'un élément (par exemple, l'élément i) est activé et n'est pas directement en contact avec le filtre, il a nécessairement été activé par le remplissage d'un autre élément. Dans cette circonstance, la distance entre l'élément i et le filtre est calculée. Cette distance représente l'épaisseur initiale du cru au moment de l'activation de l'élément i . Elle est donc additionnée à l'épaisseur du cru Δz_i dans l'élément i pour le calcul de sa résistance à l'écoulement. Cette explication est représentée par l'Équation 8.2 qui est montrée schématiquement par la Figure 8-6.

$$R_i = R_1 + R_2 + R_{\dots} + R_i = \frac{z_1 + z_2 + z_{\dots} + \Delta z_i}{K_{CMC}} = \frac{z + \Delta z_i}{K_{CMC}} \quad 8.2$$

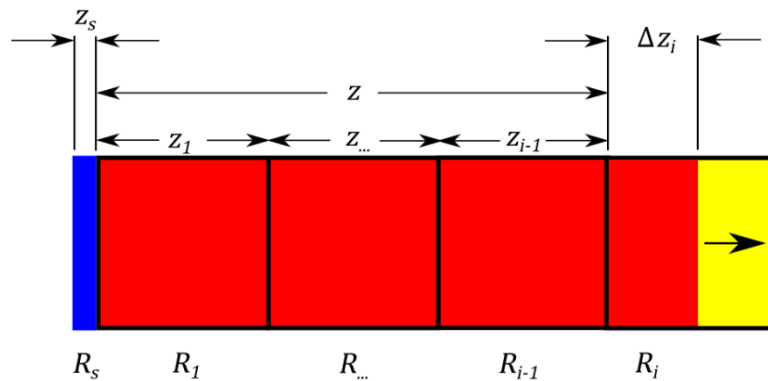


Figure 8-6 Représentation schématique de l'épaisseur initiale du cru dans un élément activé

Dans le cas où l'élément i est dans une direction en diagonale au filtre ou derrière un coin de la pièce, l'épaisseur initiale z correspond à la distance minimale entre l'élément actif et le filtre, tout en restant dans la section de la pièce. Par exemple, la Figure 8-7 présente une simulation interrompue dans le bas de la pièce « demi-pi » avec un filtre (bande bleue) et une surface d'injection (bande verte). Sur le front de croissance du cru dans la pièce, un élément actif a été accentué par un contour plus épais. L'épaisseur initiale z est représentée par l'addition de la longueur des deux lignes grises z_1 et z_2 .

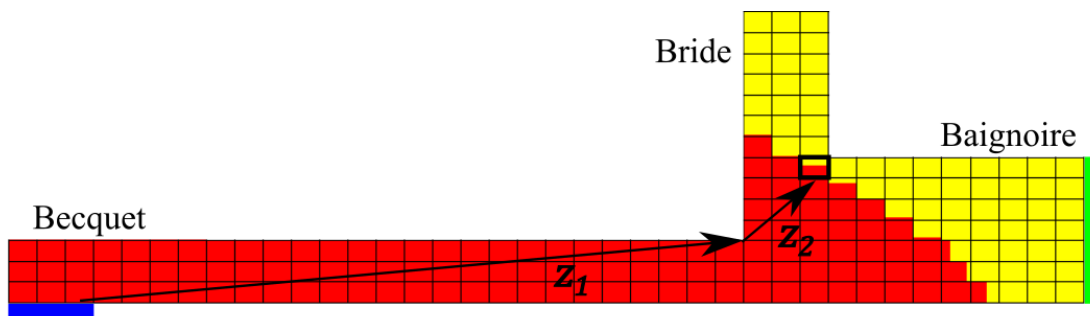


Figure 8-7 Représentation schématique de l'épaisseur initiale ($z_1 + z_2$) d'un élément actif (contour épais) contournant un coin par rapport au filtre lors d'une simulation

De plus, un algorithme de détection de blocage d'apport en suspension permet de désactiver des éléments s'il n'y a aucune connexion avec la surface d'injection. La Figure 8-8 est la même simulation interrompue de la pièce « demi-pi » pour un temps plus long. Dans cette simulation, la seule surface d'injection est dans la baignoire. Avec la position du filtre sur le becquet, une partie de la baignoire s'est remplie sur toute sa hauteur avant que la bride ne se remplisse. Cela a provoqué un blocage de l'apport en suspension dans la bride et la construction du cru dans cette partie de la pièce s'est arrêtée.

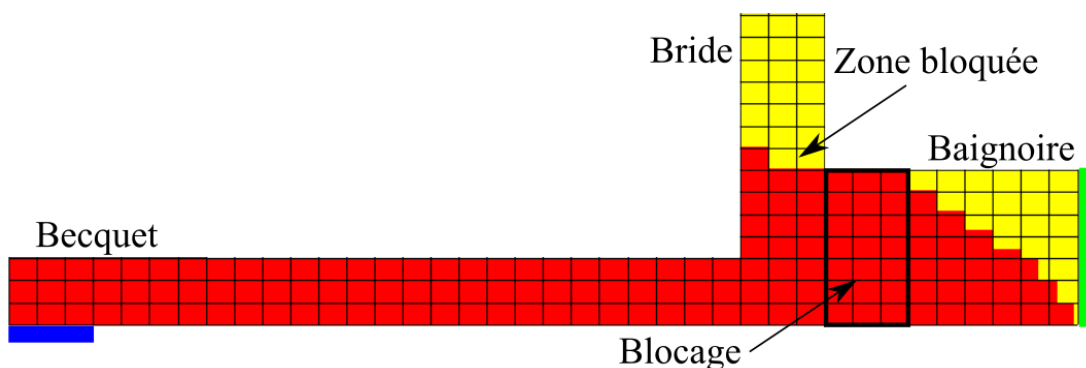


Figure 8-8 Exemple d'un blocage de l'apport en suspension lors d'une simulation

Finalement, il y a deux critères d'arrêt pour les simulations. Le premier est l'atteinte de la durée maximale de l'injection. Le deuxième est le remplissage de tous les éléments qui sont en contact avec le(s) point(s) d'injection.

8.3 Application à l'infiltration des pièces modèles 3D

Pour vérifier son applicabilité, le modèle a ensuite servi à prédire l'infiltration des quatre pièces représentant les singularités géométriques typiques des pièces réelles mentionnées dans la section 4.1.2. On peut rappeler que les injections de ces pièces ainsi que la conception des moules qui ont servi à leur fabrication ont été réalisées par Saada pour le pied d'aube (Saada, 2022) et le demi-pi puis par Leleu pour la cornière (Leleu, 2022) et la pièce dégressive. Les résultats expérimentaux du pied d'aube et de la cornière proviennent directement des mémoires de maîtrise respectifs. En ce qui concerne les résultats expérimentaux du demi-pi et de la pièce dégressive, ils n'ont pas été inclus dans ces publications.

Il est également à noter que les stratégies d'injection de ces pièces n'ont pas été choisies spécifiquement pour valider le modèle de simulation en 2D présenté dans ce chapitre. Le but de ces essais de fabrication était plutôt tourné vers la compréhension des mécanismes d'infiltration selon la géométrie des pièces. Au préalable, les simulations du remplissage des préformes ont été réalisées selon une stratégie d'injection choisie. Après la mise en œuvre des pièces, celles-ci ont été numérisées en tomographie afin d'observer leur niveau de remplissage et d'identifier les zones densifiées de matrice de celles qui ne le sont pas. Ensuite, ces numérisations ont été comparées aux simulations numériques dans le but de valider ou non le modèle.

Pour toutes les géométries simulées, les zones sans cru sont en jaune et les zones avec cru en rouge. Les surfaces d'injection sont représentées par des bandes vertes et les filtres, par des bandes bleues. De plus, toutes les filtrations SiC/SiC ont été réalisées avec une suspension chargée à 20% volumique. Quant à elles, les filtrations $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ ont été réalisées avec une suspension chargée à 18% volumique. Les caractéristiques physiques de ces suspensions et des composites respectifs ont été utilisées dans les simulations pour vérifier leur cinétique de croissance.

8.3.1 Pièce en demi-pi (SiC/SiC)

La première pièce présentée est le demi-pi. Une seule stratégie d'injection a été testée pour cette géométrie. Comme le montre la Figure 8-9, la partie gauche de la bride et le dessus du becquet sont des surfaces d'injection alors que des filtres ont été positionnés sur la partie droite de la bride, le dessus de la baignoire et toute la surface du dessous.

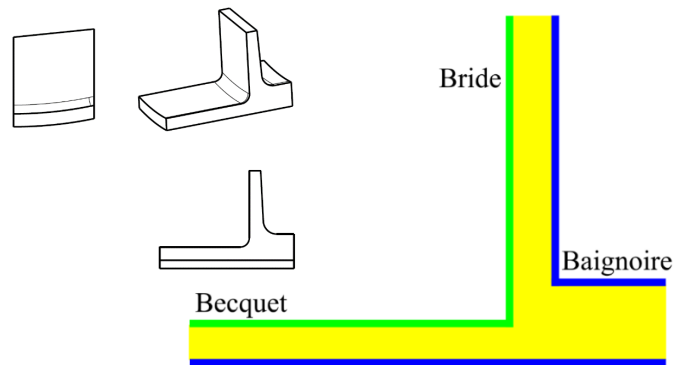


Figure 8-9 Stratégie d'injection de la pièce demi-pi. Les bandes vertes sont les surfaces d'injection et les bandes bleues sont les filtres

La simulation de l'injection est présentée sur la Figure 8-10 à trois durées d'infiltration différentes. On voit bien que deux fronts de croissance du cru débutent sur chaque filtre. À $t = 100 \text{ s}$, les deux fronts entrent en contact au niveau de la bride et de la baignoire. Cela engendre une zone de blocage dans la baignoire. Puisque le blocage ne cause qu'une ligne mince non remplie de cru, il est possible que ce soit uniquement un artefact de construction.

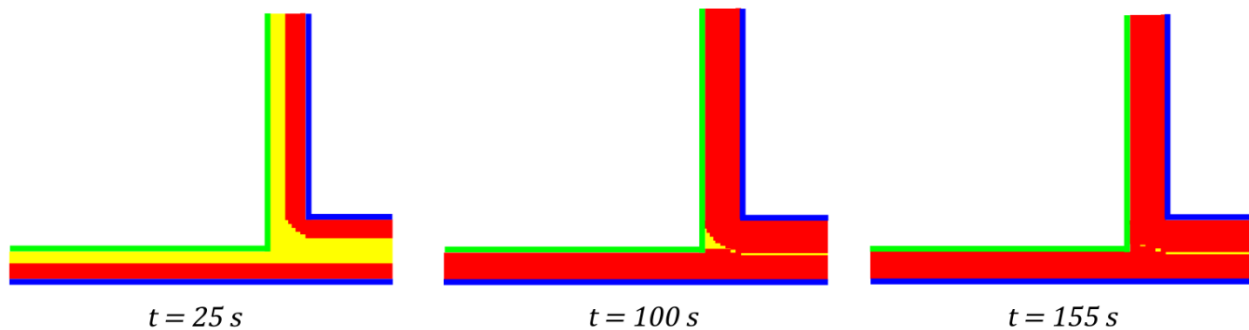


Figure 8-10 Simulation de l'infiltration du demi-pi

La Figure 8-11 contient une coupe tomographique d'un demi-pi fabriqué selon la stratégie d'injection présentée sur la Figure 8-9. Tout d'abord, il faut mentionner que toutes les images des pièces SiC/SiC montrées dans ce chapitre ont été modifiées (par surexposition) pour cacher

l'architecture textile, car elle est confidentielle. Cependant, les macropores sont tout de même montrés. Ensuite, on peut remarquer que la préforme en demi-pi ne possède pas exactement la géométrie qui a été montrée dans la section 4.1.2 pour des soucis de drapage. La préforme a donc été simplifiée. Il faut noter que la cavité du moule ne remplit pas la zone sans texture fibreuse entre les trois sections principales de la pièce (bride, becquet et baignoire). En effet, l'injection a été arrêtée avant que la zone ne soit remplie. On peut également remarquer qu'il y a quelques macropores (en noir) dans les espaces inter-torons. Outre la présence de ces macropores, la préforme fibreuse est complètement densifiée, c'est-à-dire qu'il n'y a pas de zone sèche complètement dépourvue de matrice.

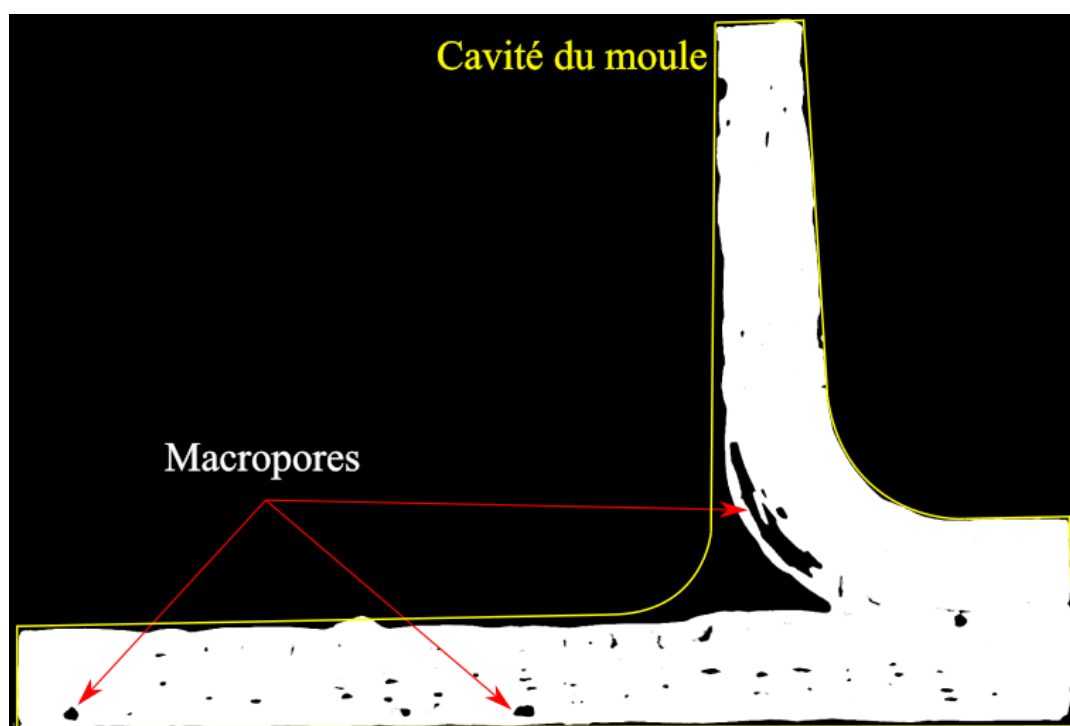


Figure 8-11 Coupe tomographique surexposée d'un demi-pi où l'infiltration a été réalisée selon la stratégie d'injection présentée sur la Figure 8-9

Ce résultat reflète à priori ce qui a été observé sur la simulation (à l'exception de l'artefact dans la baignoire dans la simulation qui n'apparaît pas dans la pièce). Le profil de croissance du cru dans la simulation est similaire au profil de la préforme elle-même. À $t = 100$ s dans la simulation, on peut d'ailleurs identifier un remplissage similaire de la préforme comme montré sur la Figure 8-11, ce qui est encourageant. Cependant, cette durée d'injection est beaucoup plus courte que l'essai expérimental. Dans ce cas-ci, l'injection a duré 20 minutes en laboratoire. Il n'est pas surprenant

que la cinétique de croissance du cru de la simulation soit beaucoup plus rapide que dans les pièces réelles, comme cela a été montré dans le 0. Ce même constat avait été observé sur les filtrations en 1D qui ont été discutées dans la section 7.1.

8.3.2 Pied d'aube en queue d'aronde (SiC/SiC)

La deuxième pièce est le pied d'aube dont la forme est similaire à une queue d'aronde. Elle est divisée en trois sections : la face fine, la face de jonction ainsi que la face épaisse. Ces sections sont présentées sur la Figure 8-12 avec les deux stratégies d'injection qui ont été testées. La pièce possède un axe de symétrie verticalement dans son centre. Un filtre repose sur le côté droit de la pièce alors que les surfaces d'injection sont sur le côté gauche. Pour toutes les stratégies d'injection, le côté droit est complètement couvert par le filtre alors que la position des surfaces d'injection est modifiée. Pour la première stratégie d'injection, l'injection de la suspension se fait sur les faces fine et épaisse. Pour la deuxième stratégie, l'injection se fait sur la face fine seulement.

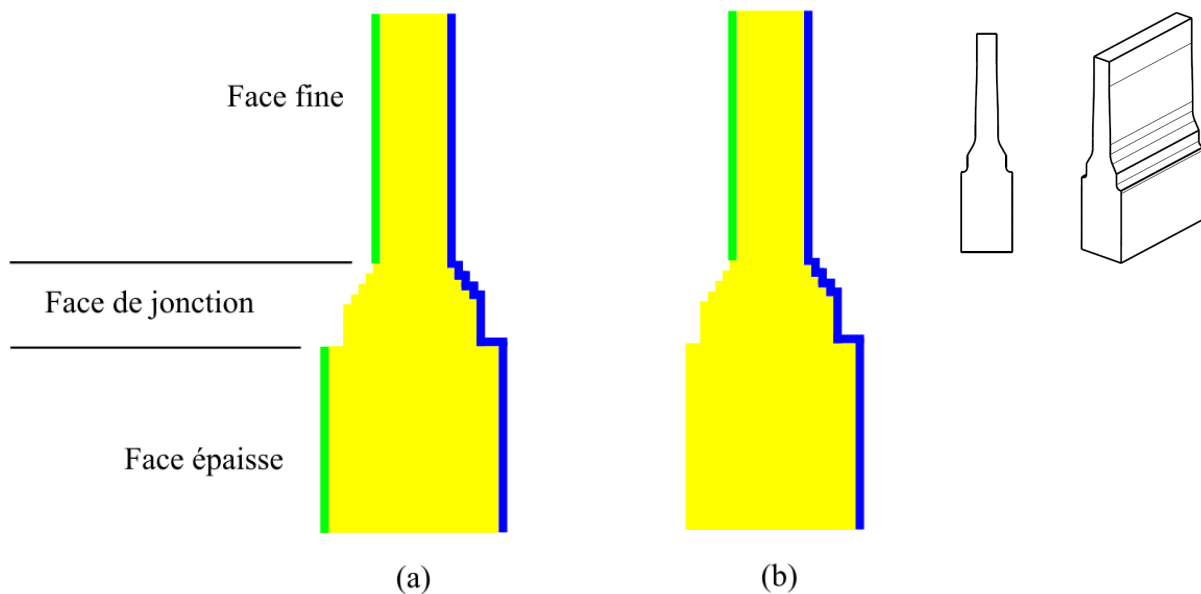


Figure 8-12 Stratégies d'injection du pied d'aube. Le filtre couvre toute la partie droite dans chaque stratégie alors que la position des surfaces d'injection varie : (a) faces fine et épaisse et (b) face fine. Les bandes vertes sont les surfaces d'injection et les bandes bleues sont les filtres

8.3.2.1 Injection par la face fine et la face épaisse

La simulation de la croissance du cru selon la première stratégie d'injection est présentée sur la Figure 8-13. Le front de croissance du cru est similaire au profil droit de la pièce où est positionné le filtre. Après près de 1100 secondes, la pièce est complètement remplie.

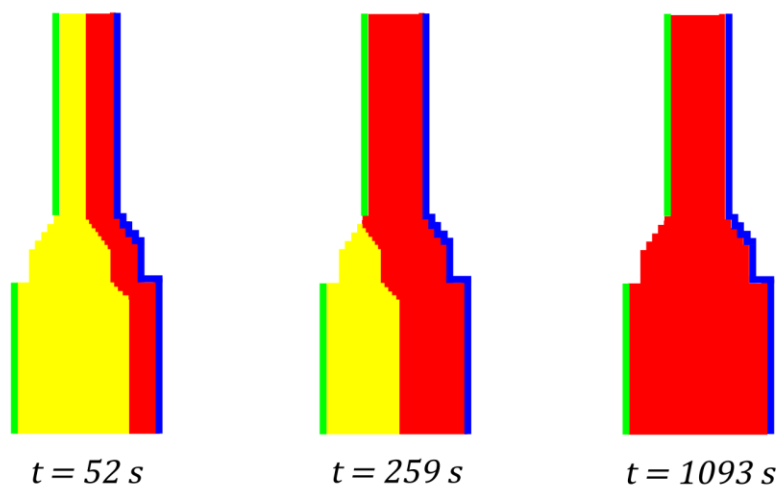


Figure 8-13 Simulation de l'infiltration du pied d'aube selon la première stratégie d'injection où les surfaces d'injection sont positionnées sur la face fine et la face épaisse

La coupe tomographique du pied fabriqué selon la première stratégie d'injection est présentée sur la Figure 8-14. À l'exception de quelques macropores visibles dans les espaces inter-torons, le remplissage global de la pièce est complet et sans zone sèche complètement dépourvue de matrice. On n'identifie donc pas de blocage lié à l'apport de la suspension.

Cependant, les macropores semblent être plutôt concentrés sur le côté de la surface d'injection (côté gauche) de la face épaisse. Aucun mécanisme d'infiltration spécifique n'a été identifié pour cet essai. Or, selon les résultats présentés dans le Chapitre 6, les effets de rétention pourraient être en cause. À cette échelle de taille (environ 42 μm par voxel), on ne peut pas bien caractériser la macroporosité. Aucune autre méthode de caractérisation n'a été employée pour analyser la porosité.

La durée exacte requise pour infiltrer expérimentalement cette pièce n'est pas connue. Pour être assuré que la texture fibreuse soit complètement densifiée, la filtration a été poursuivie pour une durée totale de 6000 secondes (100 minutes). Cette durée d'injection s'est avérée nettement supérieure à la durée requise. Cela a été noté par la présence d'un volume considérable de cru dans

les tuyaux d'alimentation de la suspension (les surfaces d'injection). Par conséquent, la comparaison avec la simulation n'est pas possible dans de telles conditions.



Figure 8-14 Coupe tomographique surexposée d'un pied d'aube où l'infiltration a été réalisée selon la première stratégie d'injection où les surfaces d'injection sont positionnées sur la face fine et la face épaisse

Pour mieux caractériser le profil de croissance du cru, une injection a été interrompue volontairement après 1400 secondes. Une coupe tomographique de la pièce ainsi que de la simulation sont montrées sur la Figure 8-15. Le côté gauche de la zone de jonction et de la zone épaisse est complètement dépourvu de matrice, montrant ainsi le front de croissance. La ligne rouge pointillée trace le profil approximatif du front de cru. Il est, en apparence, assez similaire à la simulation après plus de 450 secondes, ce qui est encourageant.

Or, la durée réelle de l'injection était significativement plus longue que celle prédite par la simulation. Comme discuté dans le 0, plusieurs éléments peuvent être en cause. Le premier est la dilution de la suspension qui génère une diminution directe de la masse de particules déposées par

volume de filtrat. De plus, la perméabilité du composite est inconnue. On ne peut pas la calculer puisque le cru possède un profil non linéaire. Dans la section 7.1, il avait également été montré que les valeurs de perméabilité des composites SiC/SiC pouvaient grandement varier.

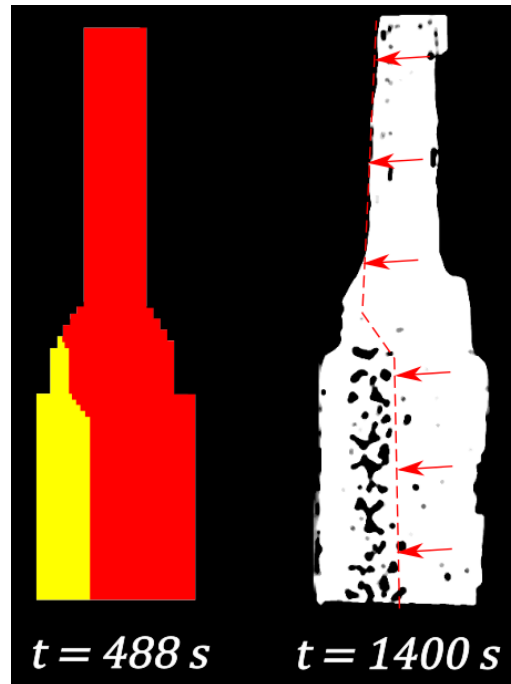


Figure 8-15 Simulation et coupe tomographique surexposée d'un pied d'aube où l'infiltration a été interrompue et réalisée selon la première stratégie d'injection où les surfaces d'injection sont positionnées sur la face fine et la face épaisse. Le front de croissance du cru est montré par la ligne pointillée et les flèches en rouge sur la coupe tomographique

8.3.2.2 Injection par la face fine

La simulation de la croissance du cru selon la deuxième stratégie d'injection est présentée sur la Figure 8-16. Le front de croissance du cru est identique à celui de la simulation précédente. Cela est tout à fait normal puisque le filtre est à la même position et les effets de rétention de particules par la texture fibreuse sont négligés. À $t = 176 \text{ s}$, toutes les surfaces d'injection sont bloquées par la construction du cru dans la face fine. La simulation est donc arrêtée et la prédiction d'infiltration est que la zone au niveau de la face de jonction ainsi que la face épaisse ne seront pas complètement densifiées de matrice.

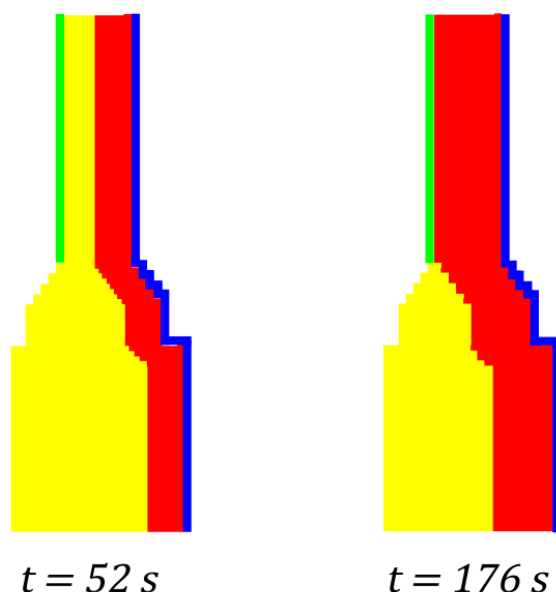


Figure 8-16 Simulation de l'infiltration du pied d'aube selon la deuxième stratégie d'injection où les surfaces d'injection sont positionnées sur la face fine seulement

La coupe tomographique du pied fabriqué selon la deuxième stratégie d'injection est présentée sur la Figure 8-14. Dans cette pièce, on n'observe pas de zone complètement dépourvue de matrice sur le côté éloigné du filtre dans la zone de jonction et la partie épaisse comme le prédit la simulation. Or, cette zone contient des macropores en concentration élevée. Cela pourrait soulever des effets de bord où la suspension est amenée à suivre des chemins préférentiels à l'interface entre la pièce et le moule. Dans ce cas-ci, une certaine portion de particules aurait pu coloniser le côté gauche de la zone épaisse avant que la surface d'injection sur la partie fine ne soit complètement bloquée par la croissance du cru. Il se pourrait également qu'une portion de la matrice observée dans cette zone riche en macroporosités ne soit que la suspension qui s'est asséchée après la filtration. On ne peut pas toutefois pas pousser plus loin l'analyse puisque cela nécessiterait des caractérisations supplémentaires qui n'ont pas été réalisées.

Tout comme pour la première stratégie d'injection, la durée exacte requise pour infiltrer expérimentalement cette pièce n'est pas connue. Les mêmes raisons sont en cause. Pour s'assurer qu'elle se déroule adéquatement, la filtration a été poursuivie pour une durée totale de 6000 secondes (100 minutes). Par conséquent, la comparaison avec la simulation n'est pas valable.

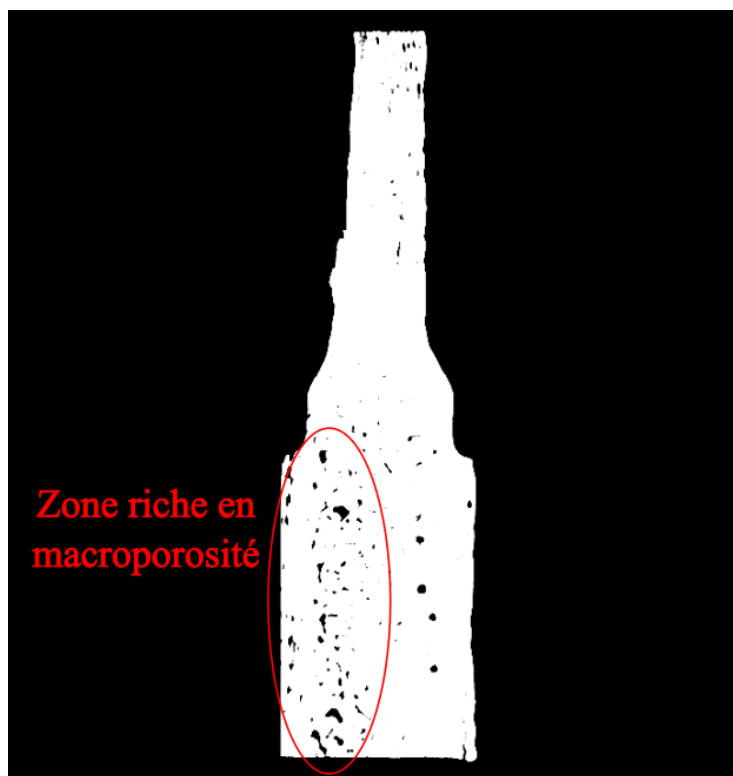


Figure 8-17 Coupe tomographique surexposée d'un pied d'aube où l'infiltration a été réalisée selon la deuxième stratégie d'injection où les surfaces d'injection sont positionnées sur la face fine seulement

8.3.3 Cornière en « L » ($\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$)

La troisième pièce est la cornière en « L ». Elle est divisée en trois sections : la partie verticale, la partie horizontale ainsi que la jonction courbée entre les deux parties. Ces sections sont présentées sur la Figure 8-18 avec les trois stratégies d'injection qui ont été testées. Le filtre est toujours positionné sur le côté concave de la cornière alors que les surfaces d'injection sont sur le côté convexe. Pour la première stratégie d'injection, les surfaces d'injection et le filtre sont positionnés sur tout le long de la pièce. En ce qui concerne la deuxième stratégie, les surfaces d'injection sont sur les parties verticale et horizontale alors que le filtre est sur tout le long de la pièce. Pour la troisième stratégie, les surfaces d'injection se trouvent sur tout le long de la pièce et le filtre est sur la partie horizontale et la jonction courbe.

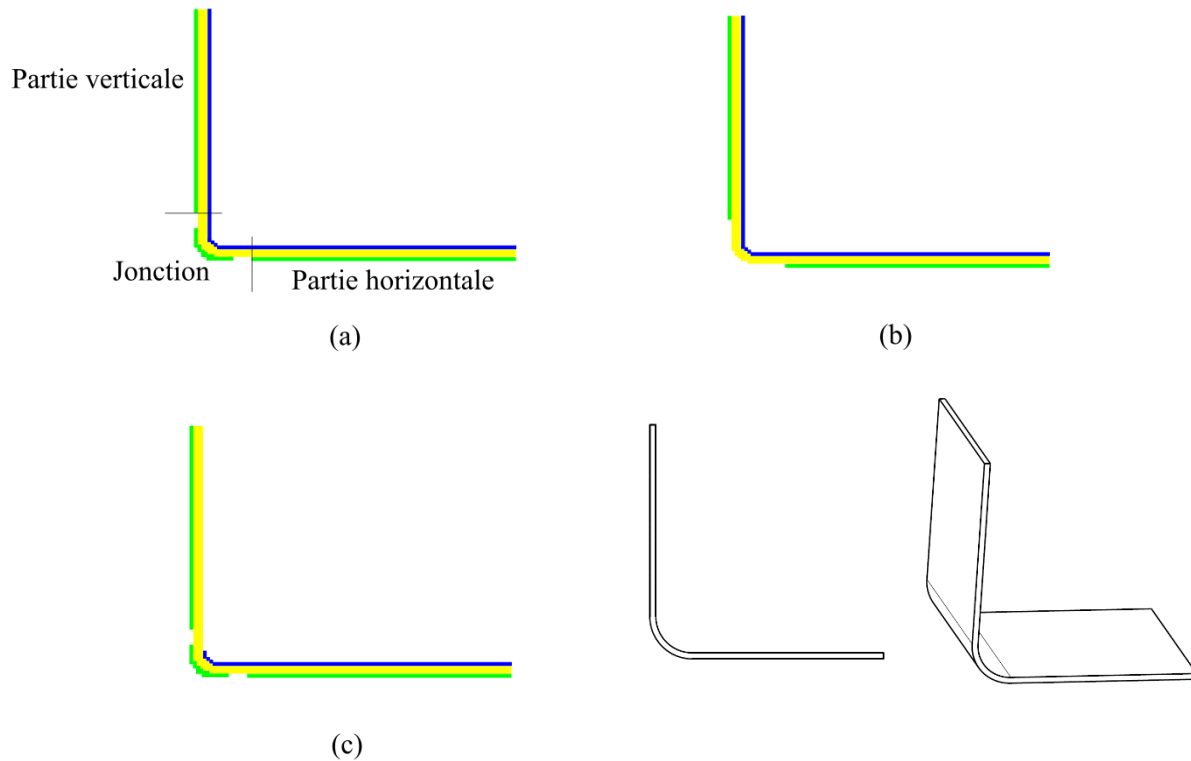


Figure 8-18 Stratégies d'injection de la cornière. Le filtre est positionné sur le côté concave de la pièce alors que les surfaces d'injection sont sur le côté convexe. (a) Surfaces d'injection et filtre sur tout le long de leur surface respective, (b) surfaces d'injection sur les parties verticale et horizontale et filtre tout le long de la pièce puis (c) surfaces d'injection tout le long de la pièce et filtre sur la partie horizontale et la jonction. Les bandes vertes sont les surfaces d'injection et les bandes bleues sont les filtres

8.3.3.1 Injection et filtration sur le long de la pièce

La simulation de la croissance du cru selon la première stratégie d'injection est présentée sur la Figure 8-19. Le front de croissance est plus lent dans la jonction courbe que sur les parties droites. La pièce est totalement remplie après plus de 115 minutes ($\sim 2h$), ce qui paraît plutôt excessif pour une plaque mince. Il est convenu que le positionnement des surfaces d'injection et du filtre est analogue à une filtration en 1D puisque l'épaisseur de la cornière est constante. Une durée d'une heure ou moins semblerait beaucoup plus raisonnable pour une filtration en 1D puisque c'est le temps qui est prédit par le modèle 1D présenté dans le 0. Dans cette stratégie d'injection, la simulation pour le remplissage des parties droites est essentiellement en 1D. La durée pour cette étape de remplissage est d'environ 42 minutes.

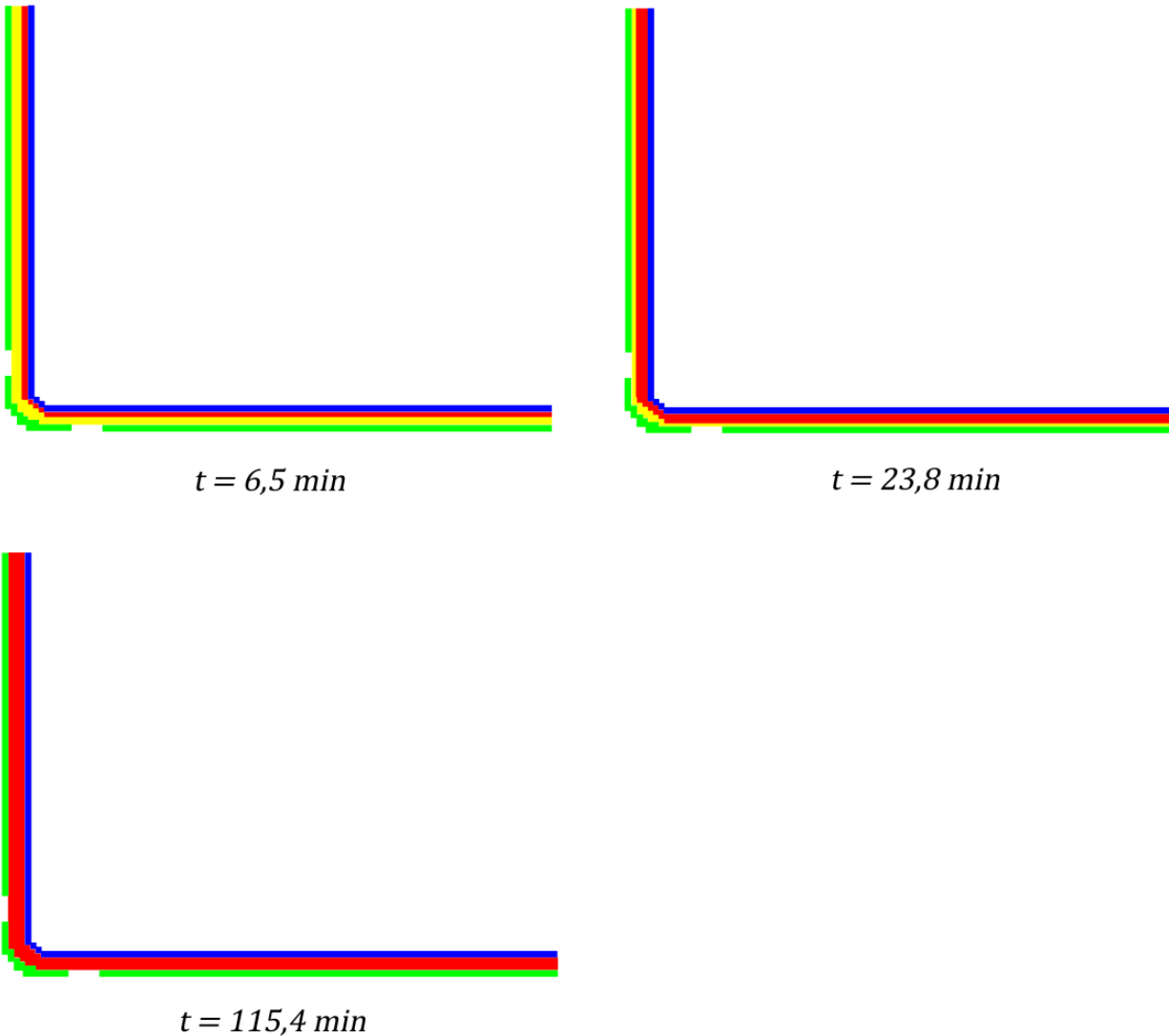


Figure 8-19 Simulation de l'infiltration de la cornière selon la première stratégie d'injection où les surfaces d'injection et le filtre sont positionnés sur toute la surface de la pièce

La coupe tomographique de la zone de jonction de la cornière fabriquée selon la première stratégie d'injection est présentée sur la Figure 8-20. La cornière possède un volume important. Pour cette raison, elle n'a pas été numérisée au complet. Seule la zone d'intérêt (jonction entre la partie verticale et la partie horizontale) a été observée. Pour cette stratégie d'injection, la jonction entre les deux parties droites est bien densifiée de matrice. De plus, la durée de la filtration pour remplir la pièce était de 35 minutes, ce qui est légèrement au-dessus de l'erreur du modèle 1D mentionnée dans la section 7.2 ($\pm 15\%$), mais relativement comparable au résultat de simulation pour la croissance du cru dans les parties droites.



Figure 8-20 Coupe tomographique de la zone de jonction de la cornière où l'infiltration a été réalisée selon la première stratégie d'injection. Les surfaces d'injection et le filtre sont positionnés sur toute la surface de la pièce

8.3.3.2 Injection sur les parties verticale, horizontale et filtration sur la face complète

La simulation de la croissance du cru selon la deuxième stratégie d'injection est présentée sur la Figure 8-21. Une fois de plus, le front de croissance est plus lent dans la jonction courbe que sur les parties droites. Ce constat est soulevé par le fait que cette jonction n'est pas complètement remplie de matrice à l'arrêt de la simulation à $t = 42$ min. La durée d'infiltration correspond à la durée de densification des parties droites mentionnées dans la sous-section précédente. L'arrêt a été provoqué lorsque les éléments adjacents aux surfaces d'injection se sont remplis.

La cinétique de croissance du cru dans la jonction courbe devrait logiquement se produire à une vitesse comparable à celle dans les parties droites. Selon ce résultat et celui de l'essai selon la première stratégie d'injection de cette pièce, il n'est tout simplement pas concevable que la durée de remplissage de la jonction soit près de trois fois plus longue que le remplissage des parties droites. On peut donc affirmer que la zone non remplie dans la jonction (ou la taille surestimée de la zone sèche) est un artefact de la simulation.

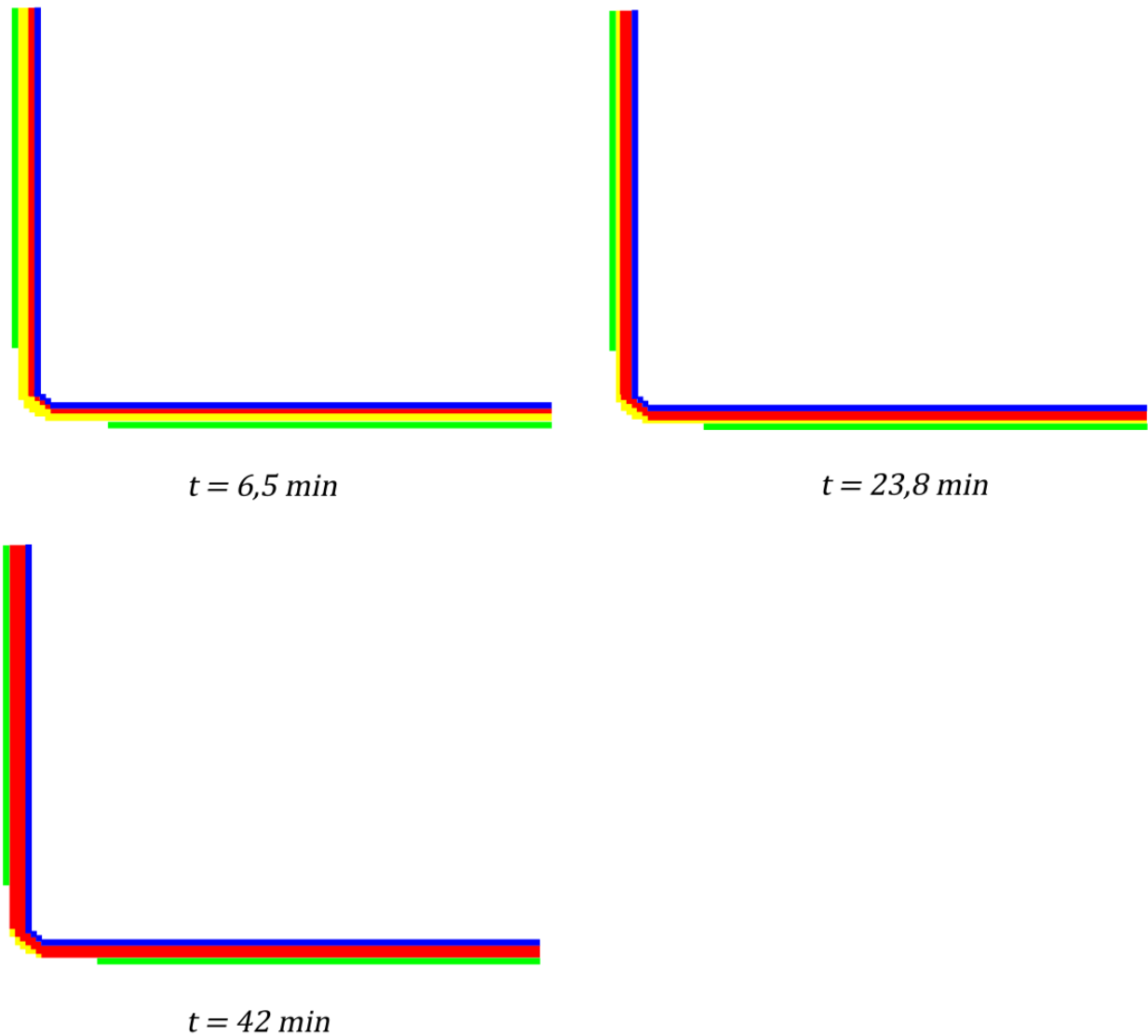


Figure 8-21 Simulation de l'infiltration de la cornière selon la deuxième stratégie d'injection où les surfaces d'injection sont positionnées sur les parties verticale et horizontale et le filtre est sur tout le long de la pièce

La coupe tomographique de la zone de jonction de la cornière fabriquée selon la deuxième stratégie d'injection est présentée sur la Figure 8-22. Contrairement à la simulation, la zone de jonction courbe est visiblement bien remplie. Cela viendrait souligner à priori l'hypothèse de l'artefact de simulation ou la présence de chemins de fuite dans le moule. Or, puisqu'il n'y a pas de surface d'injection positionnée à cet endroit, une zone sèche très fine aurait pu être observable dans des conditions parfaites. Il est possible que des effets de bord soient en cause pour les mêmes raisons que celles qui ont été discutées dans la sous-section 8.3.2.2. Des chemins préférentiels d'apport de

la suspension pourraient être présents à l'interface de la préforme et du moule. De plus, la durée de cette injection était également dans les environs de 35 minutes, comme pour le résultat précédent.

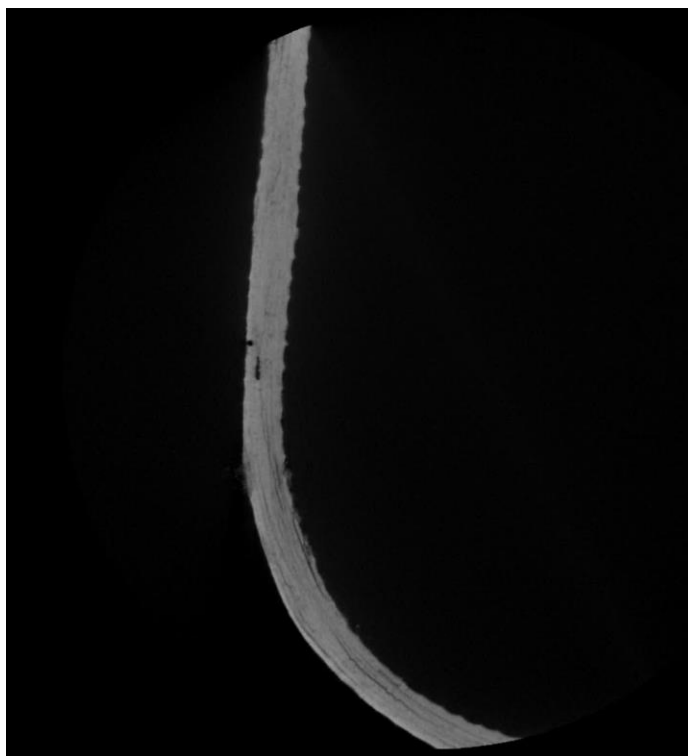


Figure 8-22 Coupe tomographique de la zone de jonction de la cornière où l'infiltration a été réalisée selon la deuxième stratégie d'injection. Les surfaces d'injection sont positionnées sur les parties verticale et horizontale et le filtre est sur tout le long de la pièce

8.3.3.3 Injection sur la face complète et filtration sur la partie horizontale et la jonction

La simulation de la croissance du cru selon la troisième stratégie d'injection est présentée sur la Figure 8-23. Pour cette configuration, le temps d'injection pour densifier toute la cornière est de 655 heures puisque la partie verticale n'a pas de filtre. C'est donc l'équivalent de produire un CMC de plusieurs centimètres d'épaisseur. On peut donc s'attendre à ce que l'essai soit long, mais cette durée d'injection n'est tout simplement pas réaliste. En effet, la suspension se sédimenterait après quelques dizaines d'heures, ce qui serait bien avant la fin de la densification complète de cette partie de la cornière. De plus, il est à noter qu'on ne choisirait jamais une telle stratégie d'injection pour ce type de pièce d'un point de vue pratique. Les deux configurations précédentes donnaient des résultats satisfaisants pour des durées d'injection raisonnables.

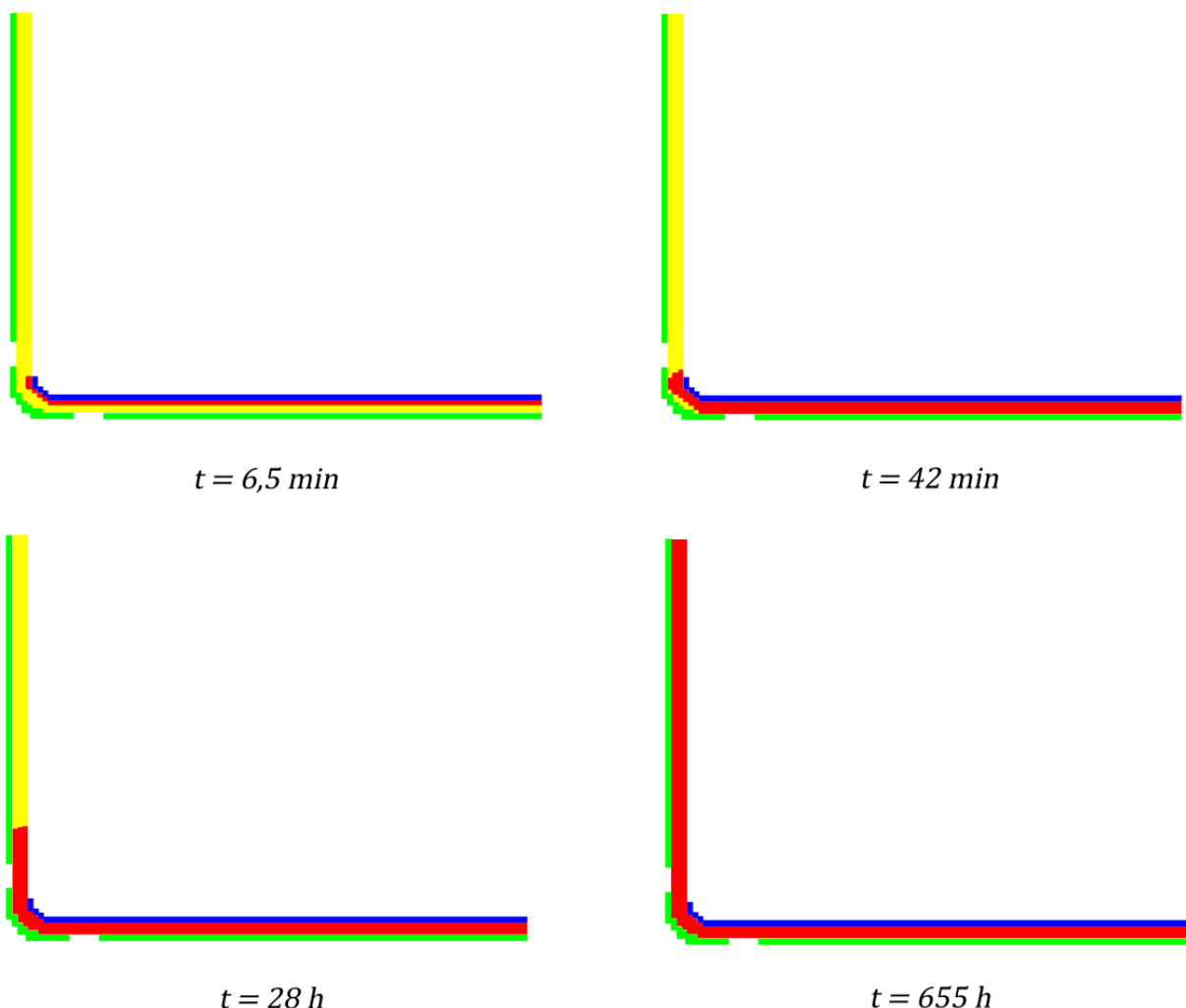


Figure 8-23 Simulation de l'infiltration de la cornière selon la troisième stratégie d'injection où les surfaces d'injection sont positionnées sur tout le long de la pièce et le filtre est sur la partie horizontale et la jonction uniquement

Les coupes tomographiques de la zone de jonction des cornières fabriquées selon la troisième stratégie d'injection sont présentées sur la Figure 8-24. Pour cette configuration, un essai a été arrêté après (a) 28 h d'injection alors qu'un autre essai a été interrompu après une durée de (b) 45 minutes. La Figure 8-25 (Leleu, 2022) montre les deux cornières où les fronts de croissance (dénnotés par les lignes bleues) sont comparés respectivement. Sur le premier essai, il est clair que le front de croissance du cru se trouve à une hauteur supérieure à celle du deuxième essai. Il est difficile de la mesurer précisément, mais la hauteur du front de croissance du cru s'élève à environ 15 à 19 mm par rapport au point le plus rapproché du filtre sur la zone de jonction pour la cornière

qui a été injectée pendant 28 h. En comparaison, la simulation prédit qu'on obtiendrait un front de cru s'élevant à environ 19 mm. Pour la cornière qui a été injectée pendant 45 minutes, la mesure n'est pas suffisamment précise pour que la comparaison soit faite avec la simulation.

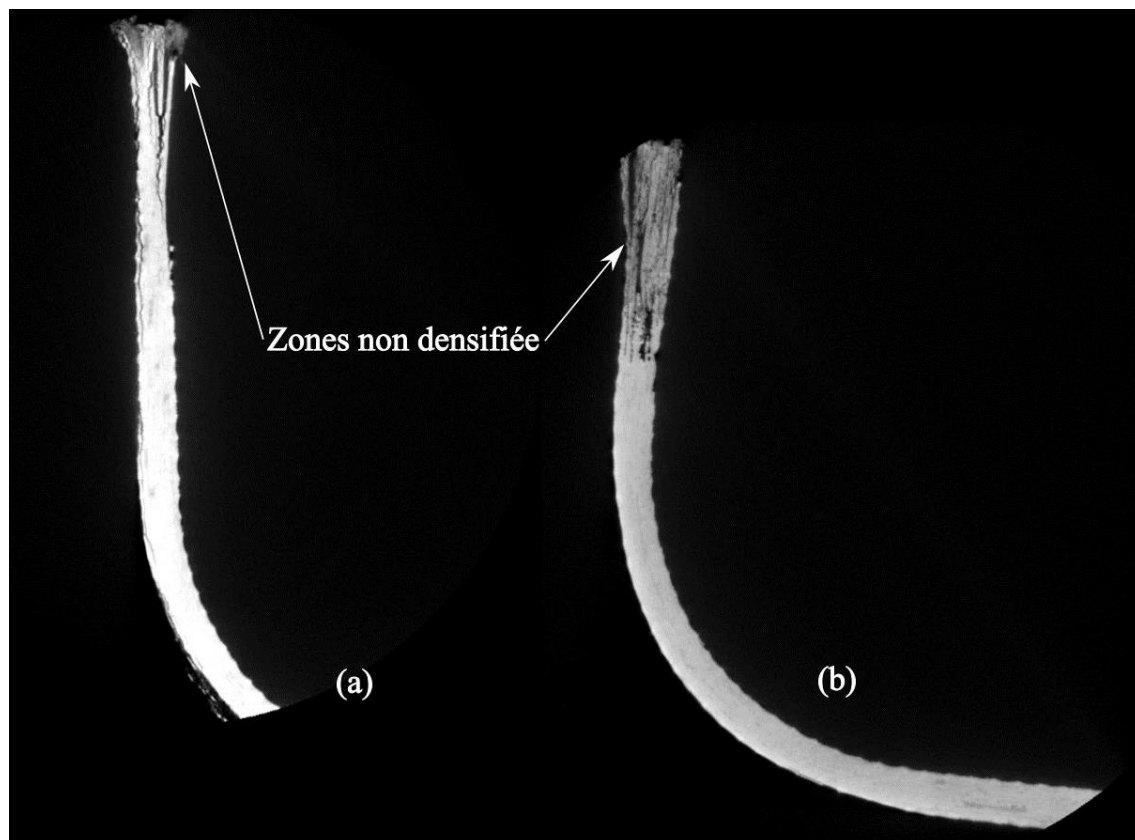


Figure 8-24 Coupes tomographiques de la zone de jonction de la cornière pour deux essais où l'infiltration a été réalisée selon la troisième stratégie d'injection. Les surfaces d'injection sont positionnées sur tout le long de la pièce et le filtre est sur la partie horizontale et la jonction uniquement. (a) Injection de 28 h et (b) injection de 45 minutes

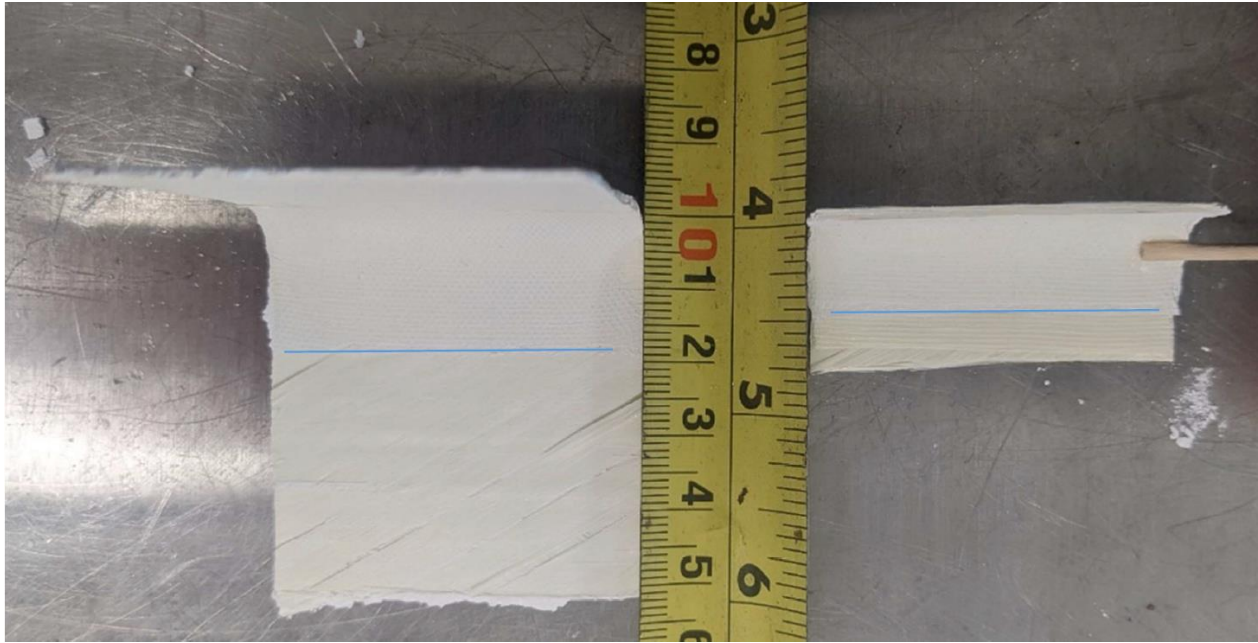


Figure 8-25 Comparaison du front de croissance du cru dans la partie verticale des deux cornières injectées à des temps de 28 h (à gauche) et de 45 minutes (à droite) (Leleu, 2022)

8.3.4 Dégressivité en épaisseur ($\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$)

La quatrième et dernière pièce présente une dégressivité en épaisseur. Elle est divisée en trois sections : la partie épaisse, la partie dégressive et la partie mince. Ces sections sont présentées sur la Figure 8-26 avec la seule stratégie d'injection qui a été testée. D'autres configurations avaient été initialement planifiées. Cependant, celle qui est présentée dans cette section est la seule qui a un sens pratique.

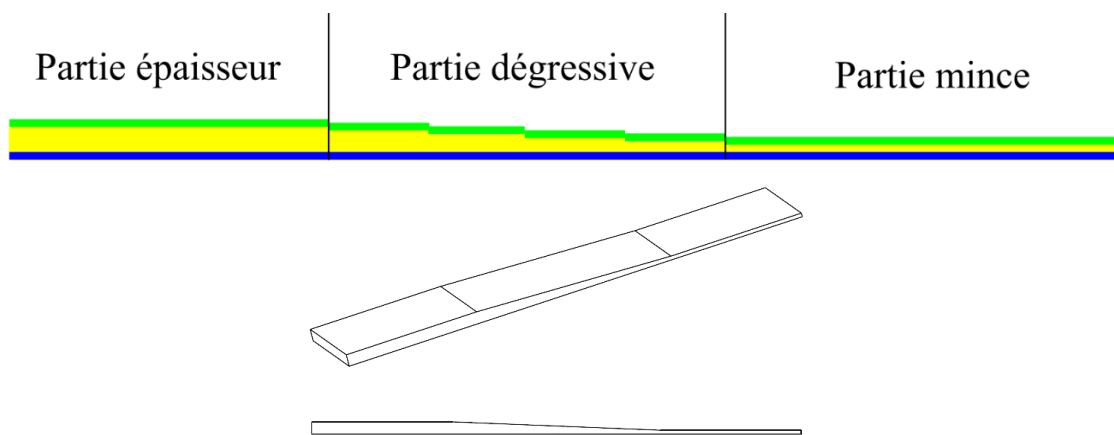


Figure 8-26 Stratégie d'injection de la pièce présentant une dégressivité en épaisseur. Les bandes vertes sont les surfaces d'injection et les bandes bleues sont les filtres

La simulation de l'injection de la pièce dégressive est présentée sur la Figure 8-27. Elle prédit un remplissage complet de la pièce en près de deux heures. La Figure 8-28 présente la pièce moulée expérimentalement. Comme elle possède une longueur et une largeur trop élevée pour être numérisée en tomographie, elle a été segmentée en morceaux pour qu'ils puissent être numérisés séparément. Sur les images, on peut remarquer que les parties mince et dégressive (dans le volume numérisé) sont complètement densifiées de matrice. Or, en ce qui concerne la partie épaisse, la portion supérieure de ce morceau représente une zone sèche sans densification. L'injection de cette pièce a duré près de deux heures et 30 minutes. Cela correspond à 30 minutes de plus comparativement à la prédiction de la simulation et la pièce n'est pas totalement remplie.

Dans ce cas particulier, on aurait pu s'attendre à ce que la cinétique de croissance du cru de la simulation soit à proximité de la durée expérimentale. Cette stratégie d'injection est très similaire à l'injection typique d'une plaque en 1D. La totalité de la partie supérieure et de la partie inférieure de cette pièce est une surface d'injection et un filtre respectivement. On peut se questionner si un effet de surface était en cause. L'aire des surfaces de filtration et d'injection de la pièce dégressive sont particulièrement élevées comparativement aux autres pièces qui ont été analysées dans les travaux de cette thèse. Cependant, dû à la quantité très limitée de ces pièces, aucune fabrication supplémentaire n'a été effectuée pour poursuivre l'étude de la cinétique de filtration.

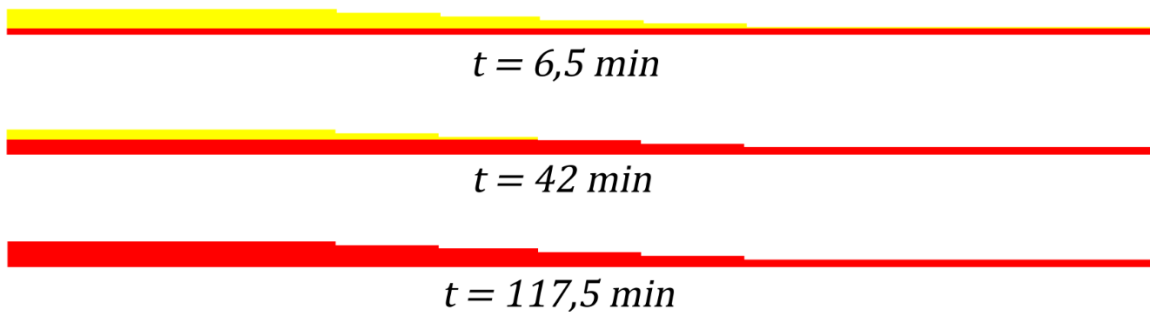


Figure 8-27 Simulation de l'infiltration de la pièce présentant une dégressivité en épaisseur

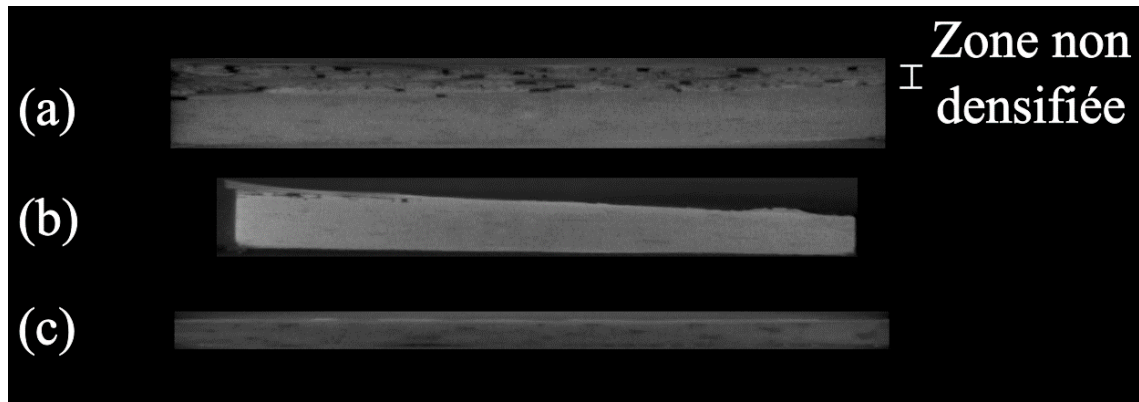


Figure 8-28 Coupes tomographiques de la pièce présentant une dégressivité en épaisseur. Les différentes sections de la pièce sont (a) partie épaisse, (b) partie dégressive et (c) partie mince. Les surfaces d'injection sont positionnées sur le dessus et le filtre est sur le dessous de chaque partie

8.4 Conclusion

L'objectif de ce chapitre était de présenter un premier modèle de simulation de la croissance d'un cru de céramique en 2D dans des préformes fibreuses. Cette première version a été élaborée sans étude préalable de la filtration en 2D ou en 3D. Les mécanismes d'infiltration macroscopiques n'étaient donc pas connus. Le principe de la simulation en 2D était donc d'émuler le modèle de cinétique de croissance en 1D et de l'appliquer dans toutes les directions sur de petits éléments. Puisque la vitesse de croissance du cru n'était pas tout à fait maîtrisée, le but du modèle était plutôt tourné vers l'anticipation de blocage de l'apport en suspension. Les hypothèses n'ont pas été vérifiées expérimentalement avant de produire la première version du script de simulation, mais elles ont servi de bases pour l'élaboration du concept. Il fallait tout de même rester prudent avec les résultats des simulations.

Le système de propagation du front de croissance du cru était facilement applicable à toute géométrie 2D. Quatre textures fibreuses de géométries différentes représentaient des singularités typiques de pièces de moteurs d'avion ont été étudiées. Ces pièces étaient caractérisées par un profil 2D extrudé, ce qui les rendait adéquates à l'application d'un script de simulation simple en 2D. À l'aide de moules modulaires, ces textures ont été infiltrées d'une suspension selon diverses stratégies d'injection (Leleu, 2022; Saada, 2022). Chaque pièce a ensuite été numérisée en tomographie afin de pouvoir localiser les zones qui présentaient une bonne densification par le cru

et surtout celles où la densification n'était pas suffisante. Ces numérisations ont ensuite été comparées aux simulations de l'infiltration.

Les deux premières pièces étudiées étaient le demi-pi et le pied d'aube en carbure de silicium. Dans les deux cas, la simulation permettait de prédire l'allure de front de croissance du cru dans la préforme lors de l'injection. Or, les filtrations expérimentales étaient de durées significativement plus longues que celles prédites par les simulations. Des effets de bord ont également pu être observés dans certaines configurations. Ceux-ci ont possiblement été causés par la présence de chemins préférentiels à l'interface du moule et de la texture fibreuse.

Les deux autres pièces étaient une cornière en « L » et une dégressivité en épaisseur. Leurs géométries simples limitaient les options d'injection logiquement acceptables. Dans le cas de la cornière, les prédictions par la simulation étaient plutôt adéquates au moins du point de vue de la progression du front du cru. Pour la pièce dégressive, on s'attendait à ce que la cinétique de croissance du cru dans le modèle se rapproche de l'expérimental, ce qui ne fût pas le cas. La vitesse de filtration expérimentale était significativement plus lente que la simulation. Or, puisqu'aucune autre fabrication de cette pièce n'a été effectuée, il est difficile de conclure.

Bien qu'il y ait des écarts entre les simulations et l'expérimental, la simulation permet de tracer approximativement la croissance du front du cru dans la préforme. Elle permet donc de remplir son but principal qui est d'aider à la conception d'outillages de fabrication, notamment pour la décision de l'emplacement des surfaces d'injection et des filtres. Cependant, pour que les simulations soient viables dans un contexte industriel, l'amélioration du script est indispensable. Parmi ces améliorations, on peut mentionner l'incorporation des phénomènes physiques tels que la cinétique de filtration des particules en 3D, les effets de dilution de la suspension par le fluide de présaturation, les effets de bord (chemins de fuite dûs au moule) et la rétention de particules par la texture fibreuse.

CHAPITRE 9 CONCLUSION ET PERSPECTIVES

Les composites à matrice céramique (CMC) connaissent présentement un essor important dans le domaine de l'aéronautique et de l'aérospatiale. Ce sont des matériaux qui présentent une excellente tenue à haute température ainsi que de bonnes propriétés mécaniques. Couplés à des masses volumiques faibles et des caractéristiques d'endommagement pseudo-ductiles en rupture, ils sont des matériaux de choix pour remplacer des composantes métalliques de moteurs d'avion qui sont typiquement mises en service à haute température. Le groupe Safran développe depuis plusieurs années une nouvelle génération de moteurs performants dans le but de réduire la consommation de carburant d'avions commerciaux et de limiter leurs émissions de substances nocives pour l'environnement. À cette fin, un effort considérable est apporté dans la recherche et le développement de mise en œuvre des CMC. Parmi ces matériaux, les composites SiC/SiC se démarquent par leur tenue thermique allant jusqu'à 1400°C. Cependant, leur domaine d'utilisation est limité par leur sensibilité à l'oxydation. Les composites oxyde/oxyde, comme les CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$, se distinguent des composites SiC/SiC par leur meilleure résistance à l'oxydation au détriment de propriétés mécaniques et d'une tenue thermique un peu plus modestes. Afin de produire des pièces dont l'excellente qualité est requise pour leur mise en service, la maîtrise de leur procédé de fabrication est indispensable.

Cette thèse s'est intéressée aux mécanismes d'infiltration des particules dans une texture fibreuse lors d'un procédé de fabrication des CMC par voie liquide. Ce procédé consistait à effectuer une filtration sur membrane en présence du renfort pour que les particules puissent se déposer entre les fibres. Le but était d'approfondir les connaissances sur la façon dont les défauts (la mésoporosité et la macroporosité) se forment lors de l'étape d'introduction de la matrice dans la préforme pour être en mesure de les réduire. L'atteinte de cet objectif est passé par plusieurs étapes.

La filtration sur membrane des particules céramiques a été étudiée sans la présence des fibres pour plusieurs raisons. Tout d'abord, elle a permis de caractériser les propriétés physiques des crus ainsi que leur cinétique de croissance en 1D. Pour les crus de carbure de silicium, le mode à pression constante a tout d'abord été expérimenté. La cinétique de filtration était rapide au point de produire des crus significativement plus épais que les textures fibreuses nominales de 3 mm d'épaisseur dans des temps très courts. Le mode à débit constant a donc fait l'objet de quelques filtrations. Il a alors été déterminé que ce dernier était plus adéquat que le mode à pression constante pour la

fabrication de composites minces. De plus, en analysant les courbes de filtration et en mesurant les taux de porosité des crus, la possibilité que des particules fines puissent migrer vers le filtre a été soulevée. Cet effet était plutôt non significatif d'un point de vue macroscopique, ce qui permettait de vérifier que le mécanisme dominant était bien la filtration sur membrane. En ce qui concerne la caractérisation des crus d'alumine, une partie des travaux avait été réalisée par Scola (Scola, 2018). Selon ses résultats, le mode à pression constante était adéquat pour réaliser toutes les injections. Pour cette raison, seulement quelques essais ont été nécessaires au cours des travaux de cette thèse pour valider les propriétés et la cinétique de croissance des crus d'alumine.

Avec les modes de filtration choisis, l'étude de l'infiltration des particules dans des renforts fibreux a été démarrée. Trois plans d'expériences (PEx) ont été élaborés, où plusieurs facteurs textiles, procédés et suspensions étaient variés afin d'observer leurs effets sur la formation de macropores. Le premier PEx portait sur la mise en œuvre de CMC SiC/SiC dont les facteurs considérés étaient la concentration en particules de la suspension, le débit d'injection, la double échelle de porosité des renforts, l'architecture textile, l'épaisseur de la préforme ainsi que de la peau de surface. Dû aux ressources en matériaux particulièrement limitées, la majorité des facteurs ont été évalués au premier ordre uniquement. Parmi tous ces facteurs, la concentration de la suspension était le facteur le plus significatif par une marge considérable. Les résultats semblent soutenir l'hypothèse que les effets visqueux seraient en cause. En effet, le passage de la suspension dans la texture fibreuse peut causer des effets de migration particulaire. Cette dernière serait fortement influencée par les chocs entre les particules qui sont à leur tour influencés par la viscosité de la suspension. La rhéofluidifiante de la suspension qui s'accroît avec son taux de charge provoquerait des changements brusques de sa viscosité et donc des effets migratoires des particules. Ce phénomène causerait un désordre dans l'écoulement des particules, ce qui formerait la macroporosité. Il a été suggéré que ces effets seraient toutefois mitigés par une architecture textile plus ouverte qui diminuerait les risques de blocages mécaniques des particules et des écarts de variation du taux de cisaillement exercé sur la suspension. Pour des travaux futurs, il faudrait considérer une étude plus poussée sur les caractéristiques des suspensions. Il faudrait notamment étudier finement les effets visqueux, de rhéofluidifiante et de taille de particules en les variant de façon contrôlée, tout en gardant le même taux de charge. Cela permettrait de mieux capter leurs effets sur l'infiltration.

Le second PEx portait sur la fabrication des CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$. Il a été élaboré comme un PEx conventionnel Box-Behnken afin d'étudier statistiquement l'effet des facteurs au premier ordre,

mais aussi leurs interactions. Les facteurs choisis étaient la concentration de la suspension, la pression d'injection, l'espace inter-torons, l'épaisseur du composite ainsi que le taux volumique de fibres (TVF). Tout comme pour le PEx SiC/SiC, la concentration de la suspension semble affecter la formation de macroporosité possiblement par les effets de la viscosité et de la rhéofluidifiante de la suspension. Ces effets seraient d'ailleurs accentués par l'augmentation du TVF puisque les torons deviennent plus compactés. Au premier ordre, la porosité des composites augmentait avec la diminution de leur épaisseur. Des observations tomographiques et microscopiques ont permis de constater que la compaction de la texture fibreuse pouvait être accentuée localement en raison de la souplesse du filtre et que cette compaction était plus importante proportionnellement sur les pièces minces. La pression d'injection ainsi que l'espace inter-torons n'ont pas présenté des effets particuliers. Toutefois, la caractérisation des composites fabriqués pour ce PEx a montré que la majorité de la macroporosité dans les CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ était liée à la présence de résidus de liant qui n'avaient pas été évacués avant l'injection. Pour cette raison, des préformes possédant un autre liant facilement retirable ont été produites pour la conception du troisième PEx. Ce dernier avait pour but principal de valider le déliantage adéquat, mais il a également servi à confirmer les résultats obtenus lors des PEx précédents.

Par la suite, les données de filtration qui ont servi à produire les composites des trois PEx ont alimenté une analyse de la cinétique de croissance du cru entre les fibres. Dans les travaux de Scola (Scola, 2018), une étude similaire avait été réalisée. Il avait déterminé que la présence des fibres n'influçait pas la cinétique de croissance du cru. Or, dans les travaux de cette thèse, une étape de présaturation de la texture fibreuse par un fluide sans particules était effectuée avant l'injection de la suspension pour limiter les effets de compétition capillaire. Puisque l'injection était effectuée dans le sens gravitaire, la suspension était diluée selon un gradient de concentration qui ralentissait grandement la cinétique de filtration, surtout lors des filtrations à débit d'injection constant. Comme la dilution elle-même n'a pas été caractérisée, il était difficile de traiter les courbes de filtration. De plus, la présence de défauts dans les composites affecte directement leur perméabilité. Cela était surtout le cas pour les CMC SiC/SiC dont les défauts de remplissage étaient fortement dépendants du taux de charge de la suspension. Pour ces composites, la cinétique de croissance n'a pas pu être validée. En revanche, pour les CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$, la cinétique de croissance macroscopique du cru a été validée avec des écarts faibles entre le modèle et les résultats expérimentaux.

En collaboration avec les travaux de Saada (Saada, 2022) et de Leleu (Leleu, 2022) sur l'évaluation des facteurs géométriques de l'infiltration, un script de simulation macroscopique de l'infiltration en 2D a été produit. Ce script consiste à discrétiser une géométrie en plusieurs petits éléments et d'appliquer le modèle de cinétique en 1D sur ces derniers. Les simulations ont ensuite été comparées à la fabrication expérimentale de quatre géométries distinctes : une pièce en demi-pi, un pied d'aube en queue d'aronde, une cornière en « L » ainsi qu'une plaque présentant une dégressivité en épaisseur. Globalement, les simulations permettent de prédire la tendance de l'allure du front de croissance du cru 2D dans une préforme. Or, puisque les effets de bords et la rétention des particules par la préforme ne sont pas considérés dans le script, le remplissage final d'une pièce fabriquée expérimentalement pouvait être différent de la prédiction. Dans certains cas, des artefacts de simulation faussaient également le résultat. Il faut également mentionner que le tissage complexe des préformes réelles n'est pas représenté dans le script de simulation. Certains mécanismes d'infiltration intervenant significativement dans la croissance du cru ne sont donc pas considérés.

En outre, les travaux de cette thèse ont permis de mieux comprendre les mécanismes de filtration selon différents types de facteurs typiquement modulés dans la mise en œuvre de CMC. Pour Safran Ceramics, ces travaux ont répondu à certains questionnements relatifs à la filtration, mais ils ont également soulevé d'autres questions. On peut notamment mentionner les facteurs touchant la viscosité de la suspension qui ont influencé significativement la formation de macroporosités. Toutefois, ces effets n'ont pas été étudiés sous toutes leurs facettes. Des travaux futurs plus poussés sur les effets de la viscosité, de la rhéofluidifiante et de la taille des particules des suspensions seraient nécessaires pour conclure sur le sujet. Concernant les CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$, lors de l'utilisation d'un TVF élevé (50%), il est également préférable d'utiliser une suspension à taux de charge moins élevé (18% volumique) pour limiter la viscosité (moins de 5 mPa·s) et la rétention des particules par la préforme. De plus, lors de la fabrication de pièces minces, il faut s'assurer que la compaction de la préforme soit bien homogène sur toute sa surface pour s'assurer que le TVF ne soit pas trop élevé localement (plus de 55%). Ces zones sont propices à la rétention et aux blocages mécaniques de particules.

Le script de simulation est présentement utilisable pour la conception de moules afin de fabriquer des pièces de géométrie complexe. Il permet de faire un choix plus éclairé en ce qui concerne le positionnement des surfaces d'injection et des filtres. Toutefois, il pourrait être grandement

amélioré. D'une part, il pourrait être adapté pour simuler une infiltration en 3D, mais il faudrait également y inclure une cinétique de croissance macroscopique 3D plus précise. De plus, des principes physiques de filtration aux échelles mésoscopique et microscopique sont indispensables pour qualifier réellement la déposition des particules. Parmi ceux-ci, on peut nommer la formation des mésoporosités à l'échelle des fibres et de macroporosités à l'échelle des torons puis la formation des fissures de retrait lors du séchage du cru et de sa consolidation par traitement thermique. On pourrait également inclure les effets de chemins préférentiels aux bords et la rétention particulière par la texture fibreuse. Néanmoins, ce premier script reste un concept qui pourrait être amélioré dans des travaux futurs.

RÉFÉRENCES

- AG, M. A. (2006). *Ceramic matrix composite* [CVI SiC/SiC Pullout]. https://en.wikipedia.org/wiki/Ceramic_matrix_composite
- Alvim, J. M. S., Sepehrnoori, K., Scheid, C. M., Calçada, L. A., & Meleiro, L. A. C. (2019). PARTICLE-SCALE SIMULATION OF THE SEDIMENTATION AND FILTRATION OF DRILLING FLUIDS USING THE DISCRETE ELEMENT METHOD. *Brazilian Journal of Petroleum and Gas*, 13(4), 283-300. <https://doi.org/10.5419/bjpg2019-0024>
- Arora, K. R. (1989). *Soil Mechanics and Foundation Engineering*. Standard Publishers Distributors.
- Bhatt, R. T., Hurst, J. B., & Gyekenyesi, J. Z. (2000). *Silicon Effects on Properties of Melt-Infiltrated SiC/SiC Composites* 24th Annual Conference on Composites, Advanced Ceramics, Materials, and Structures: A: Ceramic Engineering and Science Proceedings. <https://doi.org/10.1002/9780470294628.ch38>
- Billotte, C., Fotsing, E. R., & Ruiz, E. (2017). Optimization of Alumina Slurry for Oxide-Oxide Ceramic Composites Manufactured by Injection Molding. *Advances in Materials Science and Engineering*, 2017. <https://doi.org/10.1155/2017/2748070>
- Bloshanskaya, L., Ibragimov, A., Siddiqui, F., & Soliman, M. Y. (2017). Productivity index for Darcy and pre-/post-Darcy flow (analytical approach). *Journal of Porous Media*, 20(9), 769-786. <https://doi.org/10.1615/JPorMedia.v20.i9.10>
- Bornemisza, T., & Napier, J. (1988). *Comparison of Ceramic vs. Advanced Superalloy Options for a Small Gas Turbine Technology Demonstrator*. ASME 1988 International Gas Turbine and Aeroengine Congress and Exposition (vol. Volume 2: Aircraft Engine; Marine; Microturbines and Small Turbomachinery). <https://doi.org/10.1115/88-GT-228>
- Bourcier, D., Féraud, J. P., Colson, D., Mandrick, K., Ode, D., Brackx, E., & Puel, F. (2016). Influence of particle size and shape properties on cake resistance and compressibility during pressure filtration. *Chemical Engineering Science*, 144, 176-187. <https://doi.org/10.1016/j.ces.2016.01.023>
- Chauveteau, G., & Thirriot, C. (1967). Régimes d'écoulement en milieu poreux et limite de la loi de Darcy. *La Houille Blanche*(2), 141-148. <https://doi.org/10.1051/lhb/1967009>
- Chawla, K. K. (2012). Ceramic Matrix Composites. Dans *Composite Materials: Science and Engineering* (p. 249-292). Springer New York.
- Chohra, M., Advani, S. G., Gokce, A., & Yarlagaadda, S. (2006). Modeling of filtration through multiple layers of dual scale fibrous porous media. *Polymer Composites*, 27(5), 570-581. <https://doi.org/10.1002/pc.20228>
- Christin, F. (2008). CMC Materials for Space and Aeronautical Applications. Dans W. Krenkel (édit.), *Ceramic Matrix Composites: Fiber Reinforced Ceramics and their Applications*. Wiley-VCH.
- Çınar, S., & Akinc, M. (2014). Ascorbic acid as a dispersant for concentrated alumina nanopowder suspensions. *Journal of the European Ceramic Society*, 34(8), 1997-2004. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2014.01.014>

- Council, N. R. (1998). *Ceramic Fibers and Coatings: Advanced Materials for the Twenty-First Century* (vol. 494). National Academies Press.
- Darcy, H. P. G. (1856). *Les Fontaines publiques de la ville de Dijon*. Victon Dalamont.
- Dassios, K. G. (2007). A review of the pull-out mechanism in the fracture of brittle-matrix fibre-reinforced composites. *Advanced composites letters*, 16(1), 096369350701600102. <https://doi.org/10.1177/096369350701600102>
- Ding, D. (2014). Processing, properties and applications of ceramic matrix composites, SiCf/SiC: an overview. Dans I. M. Low (édit.), *Advances in ceramic matrix composites* (p. 9-25). Woodhead Publishing.
- Dong, K. J., Zou, R. P., Yang, R. Y., Yu, A. B., & Roach, G. (2009). DEM simulation of cake formation in sedimentation and filtration. *Minerals Engineering*, 22(11), 921-930. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2009.03.018>
- Dugois, K. v. (2017). *Simulation à l'échelle microscopique et analyse macroscopique de l'imprégnation d'un matériau composite par un fluide chargé en particules* [Thèse de doctorat, Université de Bordeaux].
- Eaton, H. E., & Linsey, G. D. (2002). Accelerated oxidation of SiC CMC's by water vapor and protection via environmental barrier coating approach. *Journal of the European Ceramic Society*, 22(14-15), 2741-2747. [https://doi.org/10.1016/S0955-2219\(02\)00141-3](https://doi.org/10.1016/S0955-2219(02)00141-3)
- Evans, A. G., Zok, F. W., & Davis, J. (1991). The role of interfaces in fiber-reinforced brittle matrix composites. *Composites Science and Technology*, 42(1-3), 3-24. [https://doi.org/10.1016/0266-3538\(91\)90010-M](https://doi.org/10.1016/0266-3538(91)90010-M)
- Haji, H., Saouab, A., & Nawab, Y. (2015). Simulation of coupling filtration and flow in a dual scale fibrous media. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 76, 272-280. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2015.06.004>
- Hampton, J. H. D., Savage, S. B., & Drew, R. A. L. (1992). Experimental Analysis of Fine-Particle Migration during Ceramic Filtration Processes. *Journal of the American Ceramic Society*, 75(10), 2726-2732. <https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1992.tb05496.x>
- Hampton, R., Mammoli, A., Graham, A., Tetlow, N., & Altobelli, S. (1997). Migration of particles undergoing pressure-driven flow in a circular conduit. *Journal of Rheology*, 41(3), 621-640. <https://doi.org/10.1122/1.550863>
- Haramkar, S. S., Thombre, G. N., Jadhav, S. V., & Thorat, B. N. (2021). The influence of particle (s) size, shape and distribution on cake filtration mechanics—a short review. *Comptes Rendus. Chimie*, 24(2), 255-265. <https://doi.org/10.5802/crchim.84>
- Hart, K. R., Chia, P. X. L., Sheridan, L. E., Wetzels, E. D., Sottos, N. R., & White, S. R. (2017). Comparison of Compression-After-Impact and Flexure-After-Impact protocols for 2D and 3D woven fiber-reinforced composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 101, 471-479. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2017.07.005>
- He, M.-Y., & Hutchinson, J. W. (1989). Kinking of a Crack Out of an Interface. *Journal of Applied Mechanics*, 56(2), 270-278. <https://doi.org/10.1115/1.3176078>

- Heathcote, J. A., Gong, X. Y., Yang, J. Y., Ramamurty, U., & Zok, F. W. (1999). In-Plane Mechanical Properties of an All-Oxide Ceramic Composite. *Journal of the American Ceramic Society*, 82(10), 2721-2730. <https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1999.tb02148.x>
- Heidenreich, B., Lützenberger, N., & Voggenreiter, H. (2009). Carbon Fibers Reinforced Composites. Dans *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry Electronic Release* (p. 78-111). Wiley-VCH.
- Hermans, P. H., & Berdée, H. L. (1936). Principles of the Mathematical Treatment of Constant-Pressure Filtration. *J. Soc. Chem. Ind.*, 55T, 1-11.
- Hermans, P. H., & Bredée, H. L. (1935). Zur Kenntnis der Filtrationsgesetze. *Recueil des Travaux Chimiques des Pays-Bas*, 54(9), 680-700. <https://doi.org/10.1002/recl.19350540902>
- Hermia, J. (1982). Constant pressure blocking filtration laws: application to power-law non-Newtonian fluids.
- Hwang, W. R., Advani, S. G., & Walsh, S. (2011). Direct simulations of particle deposition and filtration in dual-scale porous media. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 42(10), 1344-1352. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2011.05.017>
- Iritani, E., & Katagiri, N. (2016). Developments of Blocking Filtration Model in Membrane Filtration. *KONA Powder and Particle Journal*, 33, 179-202. <https://doi.org/10.14356/kona.2016024>
- Ishioka, Y., Kakisawa, H., Shimoda, K., Arai, Y., Inoue, R., Wada, M., & Kitaoka, S. (2022). Fabrication, microstructure, and mechanical properties of all-oxide ceramic matrix composites using high-yield precursors. *Journal of Materials Science*, 57(16), 7767-7777. <https://doi.org/10.1007/s10853-022-07144-5>
- Iveković, A., Novak, S., Dražić, G., Blagoeva, D., & de Vicente, S. G. (2013). Current status and prospects of SiCf/SiC for fusion structural applications. *Journal of the European Ceramic Society*, 33(10), 1577-1589. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2013.02.013>
- Jørgensen, M. K., Eriksen, K. B., & Christensen, M. L. (2020). Particle Track and Trace during Membrane Filtration by Direct Observation with a High Speed Camera. *Membranes*, 10(4), 68. <https://doi.org/10.3390/membranes10040068>
- Jurf, R. A., & Butner, S. C. (2000). Advances in oxide-oxide CMC. *J. Eng. Gas Turbines Power*, 122(2), 202-205. <https://doi.org/10.1115/1.483195>
- Karaki, M., Younes, R., Trochu, F., & Lafon, P. (2019). Progress in Experimental and Theoretical Evaluation Methods for Textile Permeability. *Journal of Composites Science*, 3(3), 73. <https://doi.org/10.3390/jcs3030073>
- Katoh, Y., Snead, L. L., Henager Jr, C. H., Nozawa, T., Hinoki, T., Iveković, A., . . . De Vicente, S. G. (2014). Current status and recent research achievements in SiC/SiC composites. *Journal of Nuclear Materials*, 455(1-3), 387-397. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2014.06.003>
- Kaya, H. (1999). The application of ceramic-matrix composites to the automotive ceramic gas turbine. *Composites Science and Technology*, 59(6), 861-872. [https://doi.org/10.1016/S0266-3538\(99\)00016-0](https://doi.org/10.1016/S0266-3538(99)00016-0)

- Keller, K. A., Jefferson, G., & Kerans, R. J. (2005). Oxide-oxide composites. Dans N. P. Bansal (édit.), *Handbook of Ceramic Composites* (p. 377-421). Springer.
- Kim, J. (2019). Tensile Fracture Behavior and Characterization of Ceramic Matrix Composites. *Materials*, 12(18), 2997. <https://doi.org/10.3390/ma12182997>
- Koch, D. (2008). Microstructural Modeling and Thermochemical Properties. Dans W. Krenkel (édit.), *Ceramic Matrix Composites: Fiber Reinforced Ceramics and their Applications* (p. 231-256). Wiley-VCH.
- Koch, D., Tushtev, K., Horvath, J., Knoche, R., & Grathwohl, G. (2006). Evaluation of Mechanical Properties and Comprehensive Modeling of CMC with Stiff and Weak Matrices. *Advances in Science and Technology*, 45, 1435-1443. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AST.45.1435>
- Kozeny, J. (1927). Über Kapillare Leitung der Wasser in Boden. *Royal Academy of Science, Vienna, Proc. Class I*, 136, 271-306.
- Krenkel, W. (2008). *Ceramic Matrix Composites: Fiber Reinforced Ceramics and their Applications*. Wiley-VCH.
- Lamon, J. (2005). Chemical vapor infiltrated SiC/SiC composites (CVI SIC/SIC). Dans N. P. Bansal (édit.), *Handbook of ceramic composites* (p. 55-76). Springer.
- Lamon, J. (2014). Influence of Interfaces and Interphases on the Mechanical Behavior of Fiber-Reinforced Ceramic Matrix Composites. *Ceramic Matrix Composites: Materials, Modeling and Technology*, 40-64. <https://doi.org/10.1002/9781118832998.ch3>
- Leclerc, D. (1997). Filtration sur support Aspects théoriques. *Techniques de l'ingénieur Opérations unitaires. Génie de la réaction chimique, base documentaire : TIP452WEB*(ref. article : j3501). Article de base documentaire. <https://doi.org/10.51257/a-v1-j3501>
- Lefèvre, D. (2007). *Étude expérimentale, modélisation et simulation de la filtration lors de l'écoulement d'une résine chargée de particules à travers un renfort fibreux dans les technologies LCM* [Thèse de doctorat, Université Lille 1].
- Lefevre, D., Comas-Cardona, S., Binétruy, C., & Krawczak, P. (2007). Modelling the flow of particle-filled resin through a fibrous preform in liquid composite molding technologies. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 38(10), 2154-2163. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2007.06.008>
- Leleu, G. (2022). *Fabrication de composites à matrice céramique par infiltration de barbotines* [Mémoire de maîtrise, Polytechnique Montréal].
- Leong, Y.-K. (2010). Role of Molecular Architecture of Citric and Related Polyacids on the Yield Stress of α -Alumina Slurries: Inter- and Intramolecular Forces. *Journal of the American Ceramic Society*, 93(9), 2598-2605. <https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2010.03777.x>
- Leuchs, M. (2008). Chemical Vapor Infiltration Processes for Ceramic Matrix Composites: Manufacturing, Properties, Applications. Dans W. Krenkel (édit.), *Ceramic Matrix Composites: Fiber Reinforced Ceramics and their Applications*. Wiley-VCH.
- Levi, C., Zok, F., Yang, J.-Y., Mattoni, M., & LÖFVANDER, J. A. (1999). Microstructural design of stable porous matrices for all-oxide ceramic composites. *Zeitschrift für Metallkunde*, 90(12), 1037-1047.

- Lewis III, D. (2000). *Future Opportunities and Critical Needs for Advanced Ceramics and Ceramic Matrix Composites in Aerospace Applications*. 24th Annual Conference on Composites, Advanced Ceramics, Materials, and Structures: A: Ceramic Engineering and Science Proceedings (p. 2-14).
- Li, L., & Xia, Z. (2018). Role of interfaces in mechanical properties of ceramic matrix composites. Dans I. M. Low (édit.), *Advances in Ceramic Matrix Composites (Second Edition)* (p. 355-374). Woodhead Publishing.
- Liang, Y., & Dutta, S. P. (2001). Application trend in advanced ceramic technologies. *Technovation*, 21(1), 61-65. [https://doi.org/10.1016/S0166-4972\(00\)00019-5](https://doi.org/10.1016/S0166-4972(00)00019-5)
- Lominé, F. (2007). *Écoulements de particules dans un milieu poreux* [Thèse de doctorat, Université Rennes 1].
- Louis, B. M., Maldonado, J., Klunker, F., & Ermanni, P. (2018). Particle distribution from in-plane resin flow in a resin transfer molding process. *Polymer Engineering & Science*, 59(1), 22-34. <https://doi.org/10.1002/pen.24860>
- Mattoni, M. A., Yang, J. Y., Levi, C. G., & Zok, F. W. (2001). Effects of matrix porosity on the mechanical properties of a porous-matrix, all-oxide ceramic composite. *Journal of the American Ceramic Society*, 84(11), 2594-2602. <https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.2001.tb01059.x>
- [#189 est un type de document non défini dans ce style].
- Moraes, K., Jacobs, J. M., Sherwood, W. J., & Interrante, L. V. (2000). *The effect of particulate fillers on the processing and properties of a fiber-reinforced polymer precursor derived sic-matrix composite*. 24th Annual Conference on Composites, Advanced Ceramics, Materials, and Structures-A, Cocoa Beach (vol. 21, p. 289-295).
- Motz, G., Schmidt, S., & Beyer, S. (2008). The PIP-process: precursor properties and applications. Dans W. Krenkel (édit.), *Ceramic Matrix Composites: Fiber Reinforced Ceramics and their Applications*. Wiley-VCH.
- Nadolski, M., Konopka, Z., Łagiewka, M., & Zyska, A. (2008). Examining of slurries and production of moulds by spraying method in lost wax technology. *Archives of Foundry Engineering*, 8(2), 107-110.
- Ni, L. A., Yu, A. B., Lu, G. Q., & Howes, T. (2006). Simulation of the cake formation and growth in cake filtration. *Minerals engineering*, 19(10), 1084-1097. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2006.03.012>
- Ohnabe, H., Masaki, S., Onozuka, M., Miyahara, K., & Sasa, T. (1999). Potential application of ceramic matrix composites to aero-engine components. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 30(4), 489-496. [https://doi.org/10.1016/S1359-835X\(98\)00139-0](https://doi.org/10.1016/S1359-835X(98)00139-0)
- Park, S.-J., & Seo, M.-K. (2011). *Interface science and composites* (vol. 18). Academic Press.
- Parlier, M., & Ritti, M. H. (2003). State of the art and perspectives for oxide/oxide composites. *Aerospace Science and Technology*, 7(3), 211-221. [https://doi.org/10.1016/S1270-9638\(02\)00015-9](https://doi.org/10.1016/S1270-9638(02)00015-9)

- Phillips, R. J., Armstrong, R. C., Brown, R. A., Graham, A. L., & Abbott, J. R. (1992). A constitutive equation for concentrated suspensions that accounts for shear-induced particle migration. *Physics of Fluids A: Fluid Dynamics*, 4(1), 30-40. <https://doi.org/10.1063/1.858498>
- Podgorski, M., CABRE, C. B., Dambrine, B. J. G., Molliex, L. E. C., Edu, R., & Turenne, S. (2016). *Method for manufacturing part made of composite material* (Brevet n° WO2016102842A1).
- Qian, F., Huang, N., Lu, J., & Han, Y. (2014). CFD–DEM simulation of the filtration performance for fibrous media based on the mimic structure. *Computers & chemical engineering*, 71, 478-488. <https://doi.org/10.1016/j.compchemeng.2014.09.018>
- Radhika, N., & Sathish, M. (2022). A Review on Si-Based Ceramic Matrix Composites and their Infiltration Based Techniques. *Silicon*. <https://doi.org/10.1007/s12633-022-01763-y>
- Ramachandra Rao, R., Roopa, H. N., & Kannan, T. S. (1999). Effect of pH on the dispersability of silicon carbide powders in aqueous media. *Ceramics International*, 25(3), 223-230. [https://doi.org/10.1016/S0272-8842\(98\)00027-3](https://doi.org/10.1016/S0272-8842(98)00027-3)
- Ramdane, C. B. (2014). *Étude et modélisation du comportement mécanique de CMC oxyde/oxyde* [Thèse de doctorat, Université de Bordeaux].
- Reed, R. C. (2008). *The Superalloys: Fundamentals and Applications*. Cambridge University Press.
- Ripperger, S., Gösele, W., Alt, C., & Loewe, T. (2013). Filtration, 1. Fundamentals. Dans *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry* (p. 1-38).
- Roy, J., Chandra, S., Das, S., & Maitra, S. (2014). Oxidation behaviour of silicon carbide-a review. *Rev. Adv. Mater. Sci*, 38(1), 29-39.
- Ruiz, E., & Trochu, F. (2011). *Manufacture of composites by a flexible injection process using a double or multiple cavity mold* (Brevet n° US7866969B2).
- Ruth, B. F. (1935a). Studies in filtration III. Derivation of general filtration equations. *Journal of Industrial & Engineering Chemistry*, 27(6), 708-723. <https://doi.org/10.1021/ie50306a024>
- Ruth, B. F. (1935b). Studies in Filtration... IV. Nature of Fluid Flow through filter septa and Its Importance in the Filtration Equation. *Journal of Industrial & Engineering Chemistry*, 27(7), 806-816. <https://doi.org/10.1021/ie50307a014>
- Ruth, B. F., Montillon, G. H., & Montonna, R. E. (1933a). Studies in filtration-I. Critical analysis of filtration theory. *Journal of Industrial & Engineering Chemistry*, 25(1), 76-82. <https://doi.org/10.1021/ie50277a018>
- Ruth, B. F., Montillon, G. H., & Montonna, R. E. (1933b). Studies in filtration. II. Fundamental axiom of constant-pressure filtration. *Journal of Industrial & Engineering Chemistry*, 25, 153-161. <https://doi.org/10.1021/ie50278a010>
- Saada, A. (2022). *Étude de la fabrication de géométries élémentaires de pièces de turboréacteur en composite SiC/SiC par injection/filtration de barbotine* [Mémoire de maîtrise, Polytechnique Montréal].

- Safran. (2015). *LEAP engine continues to deliver*. Safran Group. https://www.safran-group.com/media/20150615_leap-engine-continues-deliver
- Sato, K., Yilmaz, H., Ijuin, A., Hotta, Y., & Watari, K. (2012). Acetic acid mediated interactions between alumina surfaces. *Applied Surface Science*, 258(8), 4011-4015. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2011.12.091>
- Schmidt-Wimmer, S., Beyer, S., Wigger, F., Quering, K., Bubenheim, K., & Wilhelmi, C. (2012). *Evaluation of Ultra High Temperature Ceramics and Coating-Systems for their Application in Orbital and Air-Breathing Propulsion*. 18th AIAA/3AF International Space Planes and Hypersonic Systems and Technologies Conference, Tours (p. 5908). <https://doi.org/10.2514/6.2012-5908>
- Schmücker, M., & Mechnich, P. (2008). All-oxide ceramic matrix composites with porous matrices. Dans W. Krenkel (édit.), *Ceramic Matrix Composites: fiber reinforced ceramics and their applications* (p. 205-226). Wiley-VCH.
- Scola, A. (2018). *Étude du procédé d'injection flexible pour le moulage par voie liquide de composites à matrice céramique oxyde/oxyde* [Thèse de doctorat, École Polytechnique de Montréal]. <https://publications.polymtl.ca/3683/>
- 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(6), 3256-3268. <https://doi.org/10.1111/jace.16235>
- Scola, A., Podgorski, M., Eberling-Fux, N., Turenne, S., & Ruiz, E. (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(5), 2337-2352. <https://doi.org/10.1111/jace.16125>
- Sjilande. (2014). *Modified Chemical Vapour Infiltration*. https://en.wikipedia.org/wiki/Chemical_vapor_infiltration
- Sperry, D. R. (1916). The Principles of Filtration I. *Metallurgical and Chemical Engineering*, 15(4), 198-203.
- Sun, J., & Gao, L. (2001). Dispersing SiC Powder and Improve Its Rheological Behavior. *Journal of the European Ceramic Society*, 21, 2447-2451. [https://doi.org/10.1016/S0955-2219\(01\)00196-0](https://doi.org/10.1016/S0955-2219(01)00196-0)
- Taruta, S., Takusagawa, N., Okada, K., & Otsuka, N. (1996). Slip Casting of Alumina Powder Mixtures with Bimodal Size Distribution. *Journal of the Ceramic Society of Japan*, 104(1209), 447-450. <https://doi.org/10.2109/jcersj.104.447>
- Terzaghi, K., Peck, R. B., & Mesri, G. (1996). *Soil mechanics in engineering practice*. John Wiley & Sons.
- Theliander, H., & Fathi-Najafi, M. (1996). Simulation of the build-up of a filter cake. *Filtration & separation*, 33(5), 417-421. [https://doi.org/10.1016/S0015-1882\(97\)84302-9](https://doi.org/10.1016/S0015-1882(97)84302-9)
- Venkataraman, P., & Rao, P. R. M. (1998). Darcian, Transitional, and Turbulent Flow through Porous Media. *Journal of hydraulic engineering*, 124(8), 840-846. [https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)0733-9429\(1998\)124:8\(840\)](https://doi.org/10.1061/(ASCE)0733-9429(1998)124:8(840))

- Vernet, N., Ruiz, E., Advani, S., Alms, J. B., Aubert, M., Barburski, M., . . . Ziegmann, G. (2014). Experimental determination of the permeability of engineering textiles: Benchmark II. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 61, 172-184. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2014.02.010>
- Wakeman, R. (2007). The influence of particle properties on filtration. *Separation and Purification Technology*, 58(2), 234-241. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2007.03.018>
- Wakeman, R. J. (1981). The formation and properties of apparently incompressible filter cakes under vacuum on downward facing surfaces. *Transactions of the Institution of Chemical Engineers*, 59(4), 260-270.
- Warren, R. (1992). *Ceramic-matrix composites*. Blackie and Son.
- Weiß, R. (2008). Carbon/carbons and their industrial applications. Dans W. Krenkel (édit.), *Ceramic Matrix Composites: Fiber Reinforced Ceramics and Their Applications* (p. 69-112). Wiley-VCH.
- Wood, K. (2013). *Ceramic-matrix composites heat up*. <https://www.compositesworld.com/articles/ceramic-matrix-composites-heat-up>
- Wu, C.-M., Cheng, Y.-C., Lai, W.-Y., Chen, P.-H., & Way, T.-D. (2020). Friction and Wear Performance of Staple Carbon Fabric-Reinforced Composites: Effects of Surface Topography. *Polymers*, 12(1), 141. <https://doi.org/10.3390/polym12010141>
- Xu, M., Wu, M., Wang, S., & Guan, M. (2018). Study on Rheological Properties of SiC Slurry. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 394, 032133. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/394/3/032133>
- Yun, H. M., & Dicarolo, J. A. (1999). *Comparison of the Tensile, Creep, and Rupture Strength Properties of Stoichiometric SiC Fibers*. 23rd Annual Conference on Composites, Advanced Ceramics, Materials, and Structures: A: Ceramic Engineering and Science Proceedings (vol. 20, p. 259-272). <https://doi.org/10.1002/9780470294567.ch31>

Annexe A Essais d'injection pour la fabrication de crus de carbure de silicium

Trois séries d'expériences ont été réalisées pour l'étude de la croissance des crus de particules céramique SiC (cf. Chapitre 5). Chaque série a une matrice d'essais (aussi appelée matrice d'expériences) servant à les planifier selon les modalités des facteurs à l'étude. Elle est représentée à l'aide d'un tableau où l'on attribue des niveaux aux modalités. Dans les matrices présentées dans cette section, les niveaux des modalités sont présentés dans les dernières lignes des tableaux et sont représentés par 1 ou -1 puisqu'il y a deux modalités. Chaque ligne représente un essai, mais l'ordre dans les matrices ne correspond pas à l'ordre de leur réalisation (qui était faite de manière aléatoire). À la droite des modalités, les valeurs pertinentes (données de sortie) utilisées pour l'analyse sont également affichées.

La première série (dont la matrice est présentée dans le Tableau A-1) avait été planifiée initialement pour vérifier la cinétique de croissance des crus de carbure de silicium. Les trois facteurs influençant la cinétique sont la concentration volumique de la suspension, la pression de l'injection et la durée de la filtration. Chaque configuration de modalité a été effectuée trois fois à l'exception d'un point. Les injections avec les modalités maximales pour chaque facteur (essais 13, 14 et 15) n'ont pas pu être réalisées en raison des limites du montage comme il a été expliqué dans le Chapitre 5.

Suite à la première série d'essais, il a été constaté que l'épaisseur des crus était trop grande pour la mise en œuvre des CMC puisque la majorité des textures fibreuses en carbure de silicium utilisées pour les études de cette thèse ont une épaisseur d'environ 3 mm. La deuxième série d'essais avait donc pour but de vérifier la cinétique de croissance des crus à des durées plus courtes et plus près des durées prévues pour la fabrication des composites. Une très petite quantité d'essais a été planifiée puisqu'ils ne servaient qu'à valider le modèle déjà établi avec la première série. La matrice d'essais de la deuxième série est détaillée dans le Tableau A-2.

Pour la fabrication des CMC, il avait été prévu d'effectuer les filtrations à pression constante en employant un débit constant pour atteindre la pression cible. Or, selon les résultats des essais de la deuxième série, il a été convenu que la majorité (et même possiblement la totalité) de la durée de l'infiltration des particules dans la texture fibreuse se ferait à débit constant durant la montée en

pression. Pour cette raison, la troisième série (présentée dans le Tableau A-3) visait à valider le modèle à débit constant avec quelques essais.

Tableau A-1 Matrice d'essais de la première série d'expériences de filtrations SiC à pression constante

No d'essai	Concentration (% vol.)	Pression (bar)	Durée de la filtration (min)	Épaisseur (mm)	Porosité (-)	Perméabilité ($\times 10^{-16} \text{ m}^2$)
1	1	1	-1	13,80	0,476	1,41
2				14,85	0,489	1,58
3				14,38	0,484	1,44
4	-1	1	1	13,27	0,481	1,73
5				13,04	0,478	1,76
6				12,38	0,470	1,58
7	1	-1	1	16,97	0,494	1,41
8				17,20	0,498	1,41
9				18,26	0,511	1,61
10	-1	-1	-1	7,82	0,525	1,82
11				7,15	0,510	1,57
12				6,83	0,506	1,38
13	1	1	1	-	-	-
14				-	-	-
15				-	-	-
16	-1	1	-1	9,30	0,526	1,91
17				8,79	0,522	1,75
18				8,85	0,523	1,87
19	1	-1	-1	12,80	0,476	1,61
20				12,71	0,472	1,53
21				12,93	0,479	1,58
22	-1	-1	1	9,98	0,506	1,48
23				9,57	0,522	1,41
24				9,70	0,535	1,89
Niveau -1	10	4,5	30			
Niveau +1	20	6	60			

Tableau A-2 Matrice d'essais de la deuxième série d'expériences de filtrations SiC à pression constante et à courte durée

No d'essai	Concentration (% vol.)	Pression (bar)	Durée de la filtration (min)	Épaisseur (mm)	Porosité (-)	Perméabilité ($\times 10^{-16} \text{ m}^2$)
1	-1	-1	5	3,50	0,535	2,02
2	-1	1	5	3,84	0,534	2,13
3	1	-1	5	4,66	0,526	1,55
4	1	1	5	5,27	0,522	1,75
5	1	-1	10	6,49	0,522	1,35
6	-1	-1	10	4,44	0,528	1,61
Niveau -1	10	4,5	5			
Niveau +1	20	6	10			

Tableau A-3 Matrice d'essais de la troisième série d'expériences de filtrations SiC à débit constant

No d'essai	Concentration (% vol.)	Débit (mL/min)	Pression maximale (bar)	Épaisseur (mm)	Porosité (-)	Perméabilité ($\times 10^{-16} \text{ m}^2$)
1	1	-1	1	10,14	0,527	1,51
2	-1	-1	-1	5,02	0,534	1,36
3	1	1	1	4,01	0,533	1,94
4	-1	1	1	3,30	0,525	1,33
Niveau -1	10	1,4	3			
Niveau +1	20	4,3	6			

Annexe B Matrices d'essais des plans d'expériences

Trois plans d'expériences (PEx) ont été réalisés pour l'étude phénoménologique de l'infiltration des particules (cf. Chapitre 6) : un pour les CMC SiC/SiC et deux pour les CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$. Chaque PEx renferme également une matrice d'essais, que ce soit un plan factoriel complet où l'on teste toutes les combinaisons de facteurs et modalités ou des plans optimisés où l'on réduit le nombre d'essais tout en limitant la perte d'information que l'on peut en tirer. Les matrices d'essais pour un PEx sont organisées de la même façon que celles présentées dans l'Annexe A avec un système de codage pour les modalités des facteurs. Les niveaux des modalités sont présentés dans les dernières lignes des tableaux et sont représentés par 1 ou -1 dans le cas où il y a deux modalités et par 1, 0 ou -1 dans le cas où il y a trois modalités. Chaque ligne représente un essai, mais l'ordre dans les matrices ne correspond pas à l'ordre de leur réalisation (qui était effectuée de manière aléatoire). À la droite des modalités, les valeurs des résultats de porosité (données de sortie) utilisées pour l'analyse sont également affichées.

Le PEx de fabrication des CMC SiC/SiC est divisé en 4 blocs (à ne pas confondre avec la notion de blocage dans un plan d'expériences) et la matrice est présentée dans le Tableau B-1. Le premier bloc est essentiellement un plan factoriel complet avec la concentration de la suspension, le débit d'injection ainsi que l'ouverture du toron; on teste donc toutes les combinaisons. Le deuxième bloc correspond à l'effet de la peau de surface où l'on regarde également l'effet de la concentration de la suspension et du débit d'injection. Ces résultats peuvent être facilement analysés avec les données du premier bloc pour vérifier les interactions possibles. Les troisième et quatrième blocs représentent l'épaisseur de la préforme puis l'architecture textile respectivement. La concentration de la suspension ainsi que le débit d'injection ont été fixés à leurs modalités maximales pour ces deux derniers blocs. En ce qui concerne le troisième bloc, les données à forte épaisseur ont été comparées aux données des autres blocs. Les données de sortie sont la porosité matricielle par densité géométrique ainsi que le taux de macroporosité et de fissures qui ont été segmentées par DL avec les tomographies. Toutes les données de sortie sont exprimées en taux de porosité dans l'espace matriciel pour les normaliser.

La matrice du PEx de fabrication des CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ avec le liant A (laissant des résidus de liant après l'étape de déliantage) est présentée dans le Tableau B-2. Le PEx correspond à un plan Box-Behnken de 46 essais (5 facteurs et 3 modalités pour chaque facteur). Chaque facteur possède

une modalité maximale, une modalité minimale et une modalité centrale correspondant à la moyenne des deux autres. Dans ce type de plan Box-Behnken, chaque essai comprend 3 facteurs à leur modalité centrale et 2 facteurs à leur modalité minimale ou maximale. Il y a également 6 essais où les 5 facteurs sont à leur modalité centrale pour vérifier l'erreur expérimentale. Les données de sortie sont la porosité matricielle par densité géométrique et le taux de macroporosité segmentée par un seuillage simple. Contrairement au PEx de fabrication des CMC SiC/SiC, la macroporosité n'est pas exprimée en taux de porosité dans l'espace matriciel.

À l'issue des résultats du premier PEx de fabrication des CMC $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ où une quantité très importante de résidus de liant avaient été repérée dans les pièces amenant ainsi un biais, le liant A a été changé pour le liant B qui est retiré de manière plus efficace. Les facteurs qui ne semblaient pas présenter une influence significative sur l'infiltration des particules n'ont pas été réévalués dans ce second PEx; seulement 3 facteurs ont donc été retenus. Pour des raisons de temps et de disponibilité des ressources, deux modalités ont été évaluées à défaut des trois modalités initiales. Ces modalités ont été choisies en fonction de leur pertinence. Ce PEx complémentaire correspond à un plan factoriel complet, donc toutes les combinaisons sont testées. La seule donnée de sortie est la porosité matricielle par densité géométrique. La matrice d'essais est présentée dans le Tableau B-3.

Tableau B-1 Plan d'expériences d'infiltration de préformes SiC

No d'essai	Concen. (%vol.)	Débit (mL/min)	Ouv. du toron	Armure	Épaisseur (mm)	Peau	Porosité matricielle (-)	Macroporosité (-)	Fissures (-)
Bloc 1 : Concentration de la suspension, débit d'injection, ouverture du toron									
1	1	1	1	1	-1	1	0,755	-	-
2							0,891	-	-
3	1	-1	-1	1	-1	1	0,533	0,096	0,089
4							0,483	0,033	0,111
5	-1	1	1	1	-1	1	0,641	-	-
6							0,636	-	-
7	-1	-1	-1	1	-1	1	0,462	0,028	0,095
8							0,451	0,003	0,153
9	-1	-1	1	1	-1	1	0,694	-	-
10	-1	1	-1	1	-1	1	0,613	0,215	0,062
11	1	-1	1	1	-1	1	0,736	-	-
12	1	1	-1	1	-1	1	0,532	0,058	0,067
Bloc 2 : Peau de surface									
13	-1	1	-1	1	-1	-1	0,521	0,031	0,096
14	1	-1	-1	1	-1	-1	0,622	0,178	0,070
15	-1	-1	-1	1	-1	-1	0,507	0,020	0,110
16	1	1	-1	1	-1	-1	0,671	0,459	0,049
Bloc 2 : Épaisseur									
17	1	1	-1	1	1	1	0,471	0,003	0,136
18							0,450	0,007	0,089
Bloc 3 : Architecture textile									
19	1	1	-1	-1	-1	-1	0,694	0,015	0,072
20							0,667	0,013	0,092
21	1	1	-1	1	-1	-1	0,783	0,456	0,028
22							0,664	0,168	0,052
Niveau -1	10	0,5	Non	Sergé 2×2	2,8	Non			
Niveau +1	20	1,5	Oui	Interlock	7,2	Oui			

Tableau B-2 Plan d'expériences Box-Behnken d'infiltration de préformes Al_2O_3 avec le liant A

No d'essai	Concentration de la suspension (% vol.)	Pression (bar)	Espace inter-torons (mm)	Épaisseur (mm)	Taux volumique de fibre (%)	Porosité matricielle (-)	Macroporosité (-)
1	0	-1	0	-1	0	0,487	0,048
2	0	1	0	-1	0	0,458	0,021
3	0	0	0	-1	-1	0,453	0,014
4	0	0	0	-1	1	0,465	0,033
5	0	0	-1	-1	0	0,474	0,040
6	0	0	1	-1	0	0,529	0,015
7	-1	0	0	-1	0	0,453	0,008
8	1	0	0	-1	0	0,454	0,027
9	0	-1	0	1	0	0,412	0,019
10	0	1	0	1	0	0,401	0,016
11	0	0	0	1	-1	0,401	0,013
12	0	0	0	1	1	0,429	0,016
13	0	0	-1	1	0	0,414	0,012
14	0	0	1	1	0	0,378	0,008
15	-1	0	0	1	0	0,420	0,010
16	1	0	0	1	0	0,402	0,019
17	-1	0	-1	0	0	0,407	0,033
18	1	0	-1	0	0	0,487	0,034
19	-1	0	1	0	0	0,421	0,012
20	1	0	1	0	0	0,431	0,011
21	-1	0	0	0	-1	0,399	0,013
22	-1	0	0	0	1	0,461	0,017
23	1	0	0	0	-1	0,451	0,023
24	1	0	0	0	1	0,447	0,015
25	0	-1	-1	0	0	0,428	0,037
26	0	1	-1	0	0	0,424	0,042

27	0	-1	1	0	0	0,442	0,019
28	0	1	1	0	0	0,388	0,007
29	-1	-1	0	0	0	0,393	0,016
30	-1	1	0	0	0	0,399	0,017
31	1	-1	0	0	0	0,448	0,028
32	1	1	0	0	0	0,438	0,038
33	0	-1	0	0	-1	0,405	0,028
34	0	1	0	0	-1	0,397	0,013
35	0	-1	0	0	1	0,415	0,031
36	0	1	0	0	1	0,462	0,018
37	0	0	-1	0	-1	0,411	0,017
38	0	0	1	0	-1	0,407	0,024
39	0	0	-1	0	1	0,451	0,042
40	0	0	1	0	1	0,392	0,019
41	0	0	0	0	0	0,424	0,012
42						0,469	0,009
43						0,422	0,012
44						0,419	0,016
45						0,415	0,012
46						0,448	0,013
Niveau -1	3	3,0	0,2	1,10	30		
Niveau 0	18	4,5	0,6	2,65	40		
Niveau +1	33	6,0	1,0	4,20	50		

Tableau B-3 Plan d'expériences complémentaire d'infiltration de préformes Al_2O_3 avec le liant B

No d'essai	Concentration de la suspension (%vol.)	Épaisseur (mm)	Taux volumique de fibre (%)	Porosité matricielle (-)
1	1	1	-1	0,392
2	1	-1	1	0,894
3				0,779
4	-1	1	1	0,473
5	-1	-1	-1	0,449
6				0,536
7	-1	1	-1	0,388
8	-1	-1	1	0,511
9				0,531
10	1	1	1	0,606
11	1	-1	-1	0,457
12				0,422
Niveau -1	18	1,10	30	
Niveau +1	33	4,20	50	