

PROPOSITION DE SUJET DE THESE

Intitulé : Développement de matériaux composites pour des applications ultra-haute température en atmosphère oxydante

Référence : **MAS-DMAS-2024-14**
(à rappeler dans toute correspondance)

Début de la thèse : 01/10/2024

Date limite de candidature : 31/05/2024

Mots clés : Composites à Matrice Céramique, Ultraréfractaires, Oxydation, UHTCMC

Profil et compétences recherchées

Master Recherche Matériaux, Procédés, Thermomécanique (profil universitaire ou école d'ingénieurs)

Présentation du projet doctoral, contexte et objectif

L'augmentation des performances des applications aérospatiales implique le développement de matériaux résistants à des températures toujours plus élevées. Dans les travaux proposés, nous envisageons d'obtenir au moins une solution matériau pour des applications à des températures supérieures à 2000°C en atmosphère oxydante. Les céramiques ultraréfractaires ont des points de fusion parmi les plus élevés tout en possédant de bonnes propriétés thermiques (conductivité thermique élevée) et mécaniques (rigidité et contrainte à rupture). Cependant, la fragilité intrinsèque des céramiques ainsi que la densité élevée de ces compositions sont des freins à leur introduction dans des applications réelles (éléments pour la propulsion ou l'aérodynamique de véhicules hypervéloces par exemple). De nombreux travaux ont donc pour objectif d'utiliser ces matériaux comme matrice dans des composites. Il en résulte alors un matériau combinant les avantages des céramiques ultraréfractaires avec ceux d'un composite en introduisant un comportement endommageable permettant de prévoir la rupture mais aussi en diminuant la masse des pièces élaborées. Les composites à matrice ultraréfractaires sont donc les principaux candidats pour ces applications très exigeantes.

L'ONERA travaille depuis plusieurs années sur l'élaboration et la caractérisation de céramiques ultraréfractaires (propriétés mécaniques, thermiques, tenue à l'oxydation) [1], [2]. Certaines compositions prometteuses ont été sélectionnées plus récemment pour être introduites dans des composites par l'intermédiaire d'un procédé hybride développé à l'ONERA associant une infiltration de poudre suivi d'infiltrations de polymère précurseur de céramique [3]. L'intérêt de ces matériaux composites a été démontré par des caractérisations mécaniques et une évaluation de leur résistance à l'oxydation à haute température mais la compréhension des mécanismes de dégradation reste incomplète. Dans le cadre de ces travaux, l'ONERA s'associe à MBDA pour travailler sur la compréhension des paramètres du procédé ainsi que son optimisation.

Cette thèse a pour ambition d'étudier l'élaboration de ces matériaux composites à matrice ultraréfractaire. Concernant l'optimisation du procédé, un premier axe de travail concerne la formulation des suspensions utilisées pour infiltrer les renforts fibreux. La réduction de la taille des poudres, leur dispersion lors de la mise en suspension ainsi que les caractéristiques rhéologiques des suspensions réalisées seront à étudier et adapter en fonction de la nature chimique des poudres. Le deuxième axe concernera le dépôt d'une interphase sur les fibres en carbone du renfort. Cette fine couche est nécessaire notamment pour permettre de pallier le comportement fragile des céramiques mais une meilleure compréhension des mécanismes mis en œuvre au sein des composites à matrice ultraréfractaire est importante. Le doctorant sera en outre en charge de mener des calculs de conception sur l'épaisseur et la nature des interphases à déposer. Cette étape de développement passera par la réalisation, la caractérisation microstructurale (MEB) et la mesure de contraintes résiduelles (DRX) d'échantillons modèles.

Une fois ces deux axes de travail achevés, cela devrait permettre d'aboutir à l'élaboration de matériaux composites plus performants. Pour le vérifier, ceux-ci seront caractérisés mécaniquement en flexion quatre

points et des observations microstructurales seront réalisées afin de discriminer des paramètres procédés. Le comportement mécanique de l'interphase après élaboration sera aussi étudié notamment par des essais de push-in.

Pour aller encore un peu plus loin dans l'optimisation de ces matériaux, la phase d'infiltration et de pyrolyse du polymère précurseur de céramique pourrait éventuellement faire l'objet d'investigation complémentaires pour améliorer son rendement, traiter des pièces d'épaisseur plus importante etc...

Enfin le doctorant sera en charge de définir et de réaliser des campagnes d'essai en température permettant de caractériser le matériau dans des conditions proches de celles rencontrées lors de l'application. Le comportement mécanique en flexion 4 point à haute température sera notamment étudié. De plus, sa tenue à l'oxydation sera également évaluée. Ces derniers essais seront réalisés avec le Banc Laser d'Oxydation (BLOX) de l'ONERA permettant de chauffer, grâce à un laser, des échantillons jusqu'à 2500 °C dans des atmosphères contrôlées. Des caractérisations microstructurales permettront une observation des mécanismes de dégradation des matériaux.

- [1] J.-F. Justin, A. Julian-Jankowiak, 'Ultra High Temperature Ceramics: Densification, Properties and Thermal Stability', *AerospaceLab Journal*, issue 3, AL03-08, Nov. 2011.
- [2] V. Guérineau, 'Mécanismes et cinétiques d'oxydation de matériaux ultraréfractaires sous conditions extrêmes', Thèse de l'Université Pierre et Marie Curie, 2017.
- [3] J.-F. Justin, A. Julian-Jankowiak, V. Guérineau, V. Mathivet, and A. Debarre, 'Ultra-high temperature ceramics developments for hypersonic applications', *CEAS Aeronaut J*, vol. 11, no. 3, pp. 651–664, Sep. 2020, doi: 10.1007/s13272-020-00445-y.

Collaborations envisagées

Co-financement MBDA

Laboratoire d'accueil à l'ONERA

Département : Matériaux et Structures

Lieu (centre ONERA) : Châtillon

Contact : Antoine Débarre

Tél. : 0146734637 Email : antoine.debarre@onera.fr

Directeur de thèse

Nom : Johan Petit

Laboratoire : ONERA/DMAS/EPIC

Tél. : 0146734572

Email : johan.petit@onera.fr

Pour plus d'informations : <https://www.onera.fr/rejoindre-onera/la-formation-par-la-recherche>