

PROPOSITION DE SUJET DE THESE

Intitulé : Influence de la composition de la matrice sur l'imprégnation de mèche en continu pour le développement de composites oxyde/oxyde

Référence : **MAS-DMAS-2025-24**
(à rappeler dans toute correspondance)

Début de la thèse : 01/10/2025

Date limite de candidature : 07/2025

Mots clés

Composite à Matrice Céramique, Oxyde/Oxyde, Mèche, imprégnation en continu

Profil et compétences recherchées

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

Présentation du projet doctoral, contexte et objectif

Les contraintes économiques et environnementales croissantes imposent de recourir à de nouveaux matériaux pour augmenter les performances des moteurs et des systèmes de propulsion (augmentation du rendement, diminution des émissions polluantes). Dans ce contexte, les composites thermostructuraux oxyde/oxyde, constitués d'une matrice céramique de type oxyde renforcée par des fibres de même nature, ont atteint un degré de maturité technologique suffisant pour qu'il soit envisagé de les introduire dans la conception des moteurs de nouvelle génération. La particularité de ces composites est qu'ils ne possèdent pas d'interphase conventionnelle et que la dissipation d'énergie s'effectue grâce à l'introduction d'une porosité contrôlée dans la matrice.

L'Onera étudie ce type de composites depuis plusieurs années et s'intéresse particulièrement aux relations entre la nature des fibres, la microstructure, la nature de la matrice, leur procédé d'élaboration ?, et leurs propriétés mécaniques, principalement sur des tissus 2D. Depuis quelques années, dans le cadre du GDR CMC², l'IRT Saint Exupéry, l'Institut Clément Ader (ICA) et l'Onera étudient l'élaboration de composites oxyde/oxyde par autoclavage et frittage de mèches pré-imprégnées (tow-preg). L'objectif est de diminuer le taux de macropores observés sur les 2D en automatisant le procédé, afin de le rendre plus reproductible mais aussi, de réduire les coûts en éliminant le tissage des fibres. Notamment, la thèse de Z. Borius a porté sur la mise au point de suspensions d'alumine pour l'imprégnation de mèche en continu, en utilisant la ligne disponible à l'IRT. Différents ajouts organiques, mais aussi des précurseurs précéramiques, ont été évalués pour améliorer la qualité de la mèche et la mise en œuvre par drapage. Une deuxième partie des travaux a porté sur l'optimisation de l'étape de pressage en autoclave par une modélisation de la dégradation thermique des ajouts organiques et enfin, la troisième partie, s'est intéressée au comportement mécanique de composites oxyde/oxyde élaborés. Des résultats intéressants ont ainsi été obtenus tant du point de vue de la microstructure que des propriétés mécaniques et les tow-pregs réalisés peuvent désormais servir de base pour des études plus approfondies sur la nature de la matrice et son influence sur les comportements mécanique et thermomécanique des composites. Des travaux initiés précédemment ont mis en évidence l'intérêt de nanoparticules sur le comportement mécanique des composites à renfort 2D (capacité de déformation), cependant, leur introduction dans la suspension mène à une déstabilisation de la suspension puis à une imprégnation moins homogène dans le cas des mèches pré-imprégnées. Ainsi, des études restent à mener sur l'influence sur le comportement mécanique de divers ajouts comme des poudres de granulométrie ou de nature différentes.

Les travaux de recherche porteront dans un premier temps sur l'étude de suspensions d'alumine chargées à divers taux, avec des poudres d'alumine de granulométrie plus fine ou avec des poudres de natures différentes (silice, zircon) et qui seront mises en œuvre pour l'imprégnation des mèches. Il a été vu précédemment que l'ajout de nanoparticules ou d'une poudre d'une autre nature pouvait déstabiliser la suspension, le doctorant sera donc amené à étudier la stabilité des suspensions (vitesse de sédimentation, potentiel zéta, ...) ainsi que leur rhéologie. Un travail sur

la formulation sera nécessaire afin de contrôler le pH, les interactions entre les différents ajouts et ainsi garantir la stabilité de la suspension le temps de l'imprégnation. Des analyses thermogravimétriques et par spectroscopie Infra Rouge pourront être menées pour étudier les interactions entre les ajouts. De plus, l'effet du denier de la mèche sera également évalué.

Une fois les mèches imprégnées, des composites oxyde/oxyde seront réalisés par pressage en autoclave à l'Onera, puis frittés. Le cycle d'autoclavage devra être adapté aux nouvelles formulations par une modélisation de la dégradation thermique des organiques, mais aussi par une étude paramétrique. Une étude du frittage de la matrice devra être menée afin de déterminer les contraintes résiduelles au sein des composites après élaboration. La cohésion fibre/matrice, en fonction de la matrice, pourra être quantifiée par des essais de push in/push out. De plus, une analyse microstructurale poussée (tomographie des rayons X, intrusion de mercure, observations au microscope électronique à balayage (MEB), ...) sera effectuée afin de contrôler la qualité de l'imprégnation.

Les différents types de composites oxyde/oxyde élaborés par ce procédé seront ensuite caractérisés en termes de comportement mécanique à température ambiante, mais également à haute température, avec des essais de traction. L'objectif sera alors d'étudier l'influence des différents ajouts proposés et de différents deniers de mèche, sur le comportement mécanique et les températures d'utilisation. Les essais mécaniques seront instrumentés (émission acoustique, corrélation d'image numérique, observation de la tranche par voie optique) afin de mieux comprendre les mécanismes menant à la ruine des matériaux et ainsi quantifier l'effet des différents ajouts. Des essais micromécaniques *in situ* sous MEB permettront également d'identifier plus finement les mécanismes d'endommagement. Enfin, une caractérisation mécanique de la matrice seule sera également nécessaire pour quantifier les effets des ajouts sur les propriétés finales des matériaux.

Tous ces éléments permettront d'établir la relation entre la formulation de la suspension, la microstructure des composites et les propriétés mécaniques.

Les travaux se dérouleront principalement à l'Onera avec des déplacements prévus à l'IRT St Exupéry et à l'ICA (site Albi).

Nous attendons de l'étudiant qu'il soit force de proposition, de formation pluridisciplinaire et qu'il soit motivé par la science expérimentale.

Collaborations envisagées

Laboratoire d'accueil à l'ONERA

Département : Matériaux et Structures

Lieu (centre ONERA) : Châtillon

Contact : Aurélie Jankowiak

Tél. : 01 46 73 44 59

aurelie.jankowiak@onera.fr

Email :

Directeur de thèse

Nom : Thierry Cutard

Laboratoire : ICA – UMR CNRS5312

Tél. : 05 63 49 31 61

Email : thierry.cutard@mines-albi.fr

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