N°d'ordre NNT : 2026ISAL0021

THESE de DOCTORAT DE L'UNIVERSITE DE LYON
opérée au sein de
l'INSA Lyon

Ecole Doctorale N° 34
Matériaux de Lyon

Spécialité/discipline de doctorat : Matériaux

Soutenue publiquement le 20/03/2026, par :

Ulysse LEGALLOIS

Développement et Caractérisation de Composites à Matrice Céramique à Fibres Courtes

---

Devant le jury composé de :

Mme. Florence ANSART, Professeure, CIRIMAT-Université de Toulouse	Rapporteur
M. Gérard VIGNOLES, Professeur, LCTS-Université de Bordeaux	Rapporteur
M. Thierry CUTARD, Professeur, IMT-Mines d'Albi	Président
M. Pascal REYNAUD, Chargé de recherche, MATEIS-INSA Lyon	Examinateur
M. Pierrick VESPA, Ingénieur de recherche, Saint-Gobain Cavaillon	Examinateur (invité)
M. Jean-François GERARD, Professeur, IMP-INSA Lyon	Directeur de thèse
Mme. Sophie BEAUDET-SAVIGNAT, Ingénieure de recherche, CEA Le Ripault	Encadrante (invité)
M. Patrick HOURQUEBIE, Directeur de recherche, CEA Le Ripault	Encadrant (invité)
M. Damien BRANDT, Ingénieur de recherche, CEA Le Ripault	Encadrant (invité)

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Département FEDORA – INSA Lyon - Ecoles Doctorales

SIGLE	ECOLE DOCTORALE	NOM ET COORDONNEES DU RESPONSABLE
ED 206 CHIMIE	CHIMIE DE LYON https://edchimie.universite-lyon.fr Sec. : Renée EL MELHEM Bâtiment Blaise Pascal, UCB Lyon 1 Tél : 04.72.43.80.46 secretariat@edchimie-lyon.fr	M. Bruno ANDRIOLETTI Université Claude Bernard Lyon 1 Bâtiment F308, BP 2077 43 Boulevard du 11 novembre 1918 69616 Villeurbanne directeur@edchimie-lyon.fr
ED 341 E2M2	ÉVOLUTION, ÉCOSYSTÈME, MICROBIOLOGIE, MODÉLISATION https://e2m2.universite-lyon.fr Sec. : Bénédicte LANZA Bâtiment Atrium, UCB Lyon 1 Tél : 04.72.44.83.62 secretariat.e2m2@univ-lyon1.fr	M. Marc LEMAIRE Université Claude Bernard Lyon 1 Laboratoire MAP – Bâtiment LWOFF 10 rue Dubois 69622 Villeurbanne CEDEX e2m2.codir@listes.univ-lyon1.fr
ED 205 EDISS	INTERDISCIPLINAIRE SCIENCES-SANTÉ https://ediss.universite-lyon.fr Sec. : Bénédicte LANZA Bâtiment Atrium, UCB Lyon 1 Tél : 04.72.44.83.62 secretariat.ediss@univ-lyon1.fr	M. Jérôme LAMARTINE LBTI - UMR5305 CNRS – Université Claude Bernard Lyon 1 Equipe Intégrité Fonctionnelle du Tissu Cutané IBCP - 7 passage du Vercors 69367 Lyon Cedex 07 Tél : 04.72.72.26.66 jerome.lamartine@univ-lyon1.fr
ED 34 EDML	MATÉRIAUX DE LYON https://ed34.universite-lyon.fr Sec. : Yann DE ORDENANA Tél : 04.72.18.62.51 yann.de-ordenana@ec-lyon.fr	M. Stéphane BENAYOUN Ecole Centrale de Lyon Laboratoire LTDS – 36 avenue Guy de Collongue 69134 Ecully CEDEX Tél : 04.72.18.64.37 stephane.benayoun@ec-lyon.fr
ED 160 EEA	ÉLECTRONIQUE, ÉLECTROTECHNIQUE, AUTOMATIQUE https://edeea.universite-lyon.fr Sec. : Philomène TRECOURT Bâtiment Charlotte Perriand, INSA Lyon Tél : 04.72.43.71.70 secretariat.edeea@insa-lyon.fr	M. Philippe DELACHARTRE INSA LYON Laboratoire CREATIS Bâtiment Blaise Pascal, 7 avenue Jean Capelle 69621 Villeurbanne CEDEX Tél : 04.72.43.88.63 philippe.delachartre@insa-lyon.fr
ED 512 INFOMATHS	INFORMATIQUE ET MATHÉMATIQUES http://edinfomaths.universite-lyon.fr Sec. : Renée EL MELHEM Bâtiment Blaise Pascal, UCB Lyon 1 Tél : 04.72.43.80.46 infomaths@univ-lyon1.fr	M. Dragos IFTIMIE Université Claude Bernard Lyon 1 Bâtiment Braconnier, Bureau 232 21 Avenue Claude Bernard 69622 Villeurbanne Cedex Tél : 04.72.44.79.58 direction.infomaths@listes.univ-lyon1.fr
ED 162 MEGA	MÉCANIQUE, ÉNERGÉTIQUE, GÉNIE CIVIL, ACOUSTIQUE https://edmega.universite-lyon.fr Sec. : Philomène TRECOURT Bâtiment Charlotte Perriand, INSA Lyon Tél : 04.72.43.71.70 mega@insa-lyon.fr	M. Etienne PARIZET INSA Lyon Laboratoire LVA Bâtiment St. Exupéry, 25 bis avenue Jean Capelle 69621 Villeurbanne CEDEX etienne.parizet@insa-lyon.fr
ED 483 ScSo	ScSo[1] https://edsciencessociales.universite-lyon.fr Sec. : Mélina FAVETON Tél : 04.78.69.77.79 melina.faveton@univ-lyon2.fr	M. Bruno MILLY Université Lyon 2 Campus Berges du Rhône 18, quai Claude Bernard Bureau BEL 204 69365 LYON CEDEX 07 bruno.milly@univ-lyon2.fr

[1] ScSo : Architecture, Ergonomie, Géographie-Aménagement-Urbanisme, Histoire-Histoire de l'art, Mondes anciens, Science politique, Sociologie- Anthropologie

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Remerciements

Ce manuscrit représente la concrétisation de trois années de travail passées auprès d'un grand nombre de personnes que je souhaite sincèrement remercier. Ce furent trois années dont je me souviendrai sans aucun doute, rythmées par des journées au labo, au bureau, en réunion, en déplacement, en congrès, etc.… ; une première expérience professionnelle complète et dense, riche en apprentissages, en défis et en rebondissements.

Je remercie tout d'abord le Commissariat à l'énergie atomique et aux énergies alternatives de m'avoir permis de réaliser cette thèse ainsi que le chef de laboratoire de m'avoir accueillie.

Je tiens à remercier chaleureusement Mme Florence Ansart et M. Gérard Vignoles d'avoir accepté la charge de rapporteurs de cette thèse. Je leur suis particulièrement reconnaissant pour le temps qu'ils ont consacré à l'évaluation de ce travail, pour la qualité de leurs rapports ainsi que pour leurs remarques et suggestions pertinentes qui ont contribué à enrichir et à approfondir cette étude.

J'adresse également mes sincères remerciements à M. Thierry Cutard, M. Pascal Reynaud et M. Pierrick Vespa pour avoir accepté d'examiner ce travail. Je leur suis reconnaissant pour l'intérêt qu'ils ont porté à ces recherches ainsi que pour les échanges scientifiques constructifs auxquels ils ont donné lieu. Je souhaite adresser une mention particulière à M. Pascal Reynaud, qui a également participé à mon comité de suivi de thèse et dont les conseils avisés ont accompagné l'avancement de ces travaux.

Enfin, je remercie l'ensemble des membres du jury d'avoir consacré de leur temps à l'évaluation de cette thèse et d'avoir fait le déplacement jusqu'à Tours pour participer à ma soutenance.

Parmi les personnes ayant contribué à l'aboutissement de ces travaux, je remercie mon directeur de thèse Jean-François, qui a su m'accompagner tout au long du processus et dont l'expérience fut un réel atout, notamment pour la finalisation « administrative » de la soumission du manuscrit et l'organisation de la soutenance. Je te remercie de t'être déplacé à de nombreuses reprises au CEA pour nos réunions d'avancement, parfois (souvent) un peu trop longues passé midi...

Je tiens à remercier l'ensemble des membres de l'équipe encadrante du CEA, Sophie, Patrick et Damien, avec lesquels j'ai passé de très bons moments. Ils ont su me transmettre, chacun à leur façon, leur expérience et leur point de vue sur le sujet, de manière très complémentaire. La rigueur rédactionnelle de la céramiste, la précision du chimiste (comme il aime le rappeler) et l'expérience du premier doctorant du Ripault (comme il aime aussi le rappeler), je ne pouvais que m'en sortir avec une telle équipe. Merci pour votre soutien dans les bons comme dans les moments difficiles.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Ensuite viennent les collègues de bureau Clément et Maxime (phoque n°1 et 3) et Flavie sans qui certaines journées auraient été beaucoup plus longues (et peut-être plus productives, qui sait ?). Un grand merci la team EHT, Laura, Bouga, Clara et Vanessa, pour les coups de main au laboratoire et pour les moments partagés à se plaindre du carénage. Merci à Elen et Joëlle pour votre aide, vos conseils et tous ces petits coups de main qui ont rendu la vie au laboratoire plus facile. Merci également à l'équipe vélo, Giles, Jean-Max, Jean-Michel, Yves de m'avoir motivé à me lever plus tôt le matin pour rouler après le boulot (et surtout prendre l'apéro). Je te remercie aussi Alexandre pour avoir fait face à mes nombreuses requêtes de délais d'usinage sur les six derniers mois de manip'. Une mention spéciale aux truffes, Coralie, Léopold, Laurent, Thomas, Anthony et Pierre avec qui j'ai partagé de super moments. Merci à Pierre, Thierry, Pascal et Agnès pour leur aide et conseils aux manips. Merci à mes deux stagiaires, Arthur et Hugo, pour leur contribution aux travaux et de m'avoir accompagné pendant ces six mois. Enfin, je terminerai par le binôme de choc, Steck et Christophe, pour ces pauses café de haute voltige, défiant allègrement toute bienséance.

Ce projet de thèse n'aurait pas pu être aussi complet sans bon nombre de collaborations scientifiques avec différents laboratoires aux CEA, mais aussi extérieurs. Je pense notamment à Samuel et Jean-Louis, sans qui je n'aurais pas pu avoir d'aussi belles images, et à Rémi, Niels, Guillaume et Alexandre, à qui j'ai emprunté bon nombre de journées pour casser mes petits barreaux composites. Merci pour votre temps et votre expertise, toujours dans la bonne humeur à chacun de mes passages dans vos couloirs. Je remercie également très chaleureusement Nicolas pour l'ensemble des manips SPS, ainsi que pour ta grande réactivité face à mes délais parfois (souvent) pour le moins « exigeants ». Au CEA de Saclay, je remercie également Christophe pour avoir accueilli mes manips au LTMEX, ainsi que Stéphane pour les mesures du module en température de mes matériaux.

Par son expertise sur les matériaux composites, le LCTS a aussi permis un grand nombre de caractérisations qui ont fortement contribué à l'étude de mon matériau. Je tiens donc à remercier Didier et James pour m'avoir introduit au laboratoire ainsi que pour les images FEG, Laurine pour l'ensemble des caractérisations de porosimétrie et Stéphane pour les essais de micro-indentation. J'ai aussi pu profiter des moyens mis à disposition à l'IMP (INSA Lyon) par Mohamed et Valérie pour la caractérisation rhéologique de mes mélanges. Enfin, je remercie chaleureusement Pascal, Sandrine et Christian du laboratoire MATEIS pour leurs précieux conseils et contributions à la caractérisation mécanique de mon matériau.

Enfin, je garde un très bon souvenir de ces trois années grâce à un environnement professionnel stimulant et chaleureux, mais aussi et surtout grâce à mes proches, qui m'ont soutenu et accompagné tout au long de cette expérience. Je remercie ma copine (et Maurice), qui a toujours été à mes côtés et qui m'a soutenu quelles que soient les circonstances. Je remercie ma mère qui a toujours eu le mot juste pour me remotiver et me rassurer dans les moments un peu plus difficiles. J'ai également une pensée pour mon frère et ma sœur, avec qui nous avons eu l'occasion de nous retrouver en famille certains week-ends, m'offrant ainsi de

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

précieuses parenthèses et me permettant de souffler face au rythme intense de la deuxième moitié de la thèse. De la même manière, je remercie les copaings, avec qui les week-ends auraient pu être un peu plus reposants mais cela en valait la peine (quitte à faire sauter un lundi ou deux…). Je tiens à remercier très sincèrement l'ensemble de mes proches et amis qui ont fait le déplacement pour me soutenir lors de ma défense de thèse, ainsi que ceux qui ont pu suivre par visio. C'était un moment encore plus savoureux grâce à votre présence, merci à tous !

Je terminerai par une pensée pour mon papa, qui accordait tant d'importance aux études et à leur accomplissement. J'espère que tu aurais été fier de me voir arriver au terme de ce parcours.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

« La science progresse d'évidences sommaires et provisoires en évidences sommaires et provisoires »
Ferdinand Gonseth

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Résumé

Les composites à matrice céramique (CMC) font l'objet de nombreuses études depuis les années 1990 et sont utilisés pour de nombreuses applications thermostructurales. En effet, la nature de ces matériaux permet de leur conférer une excellente stabilité thermique garantissant des performances mécaniques élevées en température. Le coût des procédés de mise en œuvre de ce type de pièces reste toutefois élevé et les propriétés anisotropes du CMC induites par l'orientation des fibres souvent tissées peuvent représenter des limites pour ces matériaux. De plus, la réalisation de pièces complexes de petites tailles est incompatible avec l'utilisation de telles fibres longues. C'est dans ce contexte que la conception d'un matériau composé d'une matrice céramique associée à des renforts fibreux discontinus se présente comme une solution d'intérêt. L'orientation aléatoire des fibres courtes ouvre la porte à l'obtention de matériaux aux propriétés isotropes et à une simplification des procédés de mise en œuvre comme c'est le cas pour les composites à fibres courtes et matrice organique. Ces travaux de thèse proposent alors d'étudier un matériau CMC Al_2O_3/ Al_2O_3 à fibres courtes, de sa mise en œuvre jusqu'à la caractérisation de ses propriétés thermomécaniques. Ainsi, à partir d'un protocole de mise en œuvre optimisé, les relations entre les paramètres d'élaboration, les propriétés microstructurales et les mécanismes d'endommagement ont pu être établies. Un premier comportement de tolérance à l'endommagement a été obtenu par frittage naturel à 1200 °C mais à des contraintes à la rupture inférieures à 25 MPa. Le frittage flash à plus basse température a permis de conserver les mécanismes de déviation de fissures, consommateur d'énergie et donc efficient pour augmenter la ténacité, tout en augmentant la résistance mécanique. Le composite élaboré présente une stabilité en température pouvant atteindre 1100 °C et le maintien de 80 % de ses propriétés à 1000 °C. Enfin, le passage de fibres de longueurs millimétriques à des fibres de l'ordre de 150 µm de longueur montre qu'il est possible d'activer les mécanismes de déviation de fissure par mise en œuvre des CMC à l'aide d'un frittage naturel à des niveaux de contraintes supérieures à 50 MPa. Ces résultats remettent notamment en question les ordres de grandeur des longueurs critiques des fibres CMC oxyde/oxyde à interface faible présentés dans la littérature.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Abstract

Ceramic matrix composites (CMCs) have been the subject of numerous studies since the 1990s and are used in many thermostructural applications. The nature of these materials gives them excellent thermal stability, ensuring high mechanical performances at high temperatures. However, the cost of manufacturing this type of part remains high, and the anisotropic properties of CMC, which are caused by the weave orientation of the fibers, can often limit the use of these materials. In addition, the use of such long fibers is incompatible with the production of small and complex parts. It is therefore interesting to turn to composites with so-called short fibers. It is in this context that the design of a material composed of a ceramic matrix combined with discontinuous fiber reinforcements presents itself as an interesting solution. The random orientation of short fibers opens the door to obtaining materials with isotropic properties and simplifying manufacturing processes, as is the case for short-fiber composites with an organic matrix. This thesis proposes to study a short-fiber CMC Al_2O_3/Al_2O_3 material, from its implementation to the characterization of its thermomechanical properties. Thus, based on an optimized implementation protocol, the relationships between the manufacturing parameters, microstructural properties, and damage mechanisms were established. Initial damage tolerance behavior was obtained by natural sintering at 1,200°C, but at tensile strengths below 25 MPa. Flash sintering at a lower temperature made it possible to maintain the crack deviation mechanisms, which consume energy and are therefore efficient in increasing toughness, while also increasing mechanical strength. The composite developed has a temperature stability of up to 1,100°C and retains 80% of its properties at 1,000°C. Finally, the transition from millimeter-long fibers to fibers of about 150 µm in length shows that it is possible to activate crack deflection mechanisms by using CMCs with natural sintering at stress levels above 50 MPa. These results call into question the orders of magnitude of the critical lengths of oxide/oxide CMC fibers with weak interfaces presented in the literature.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Table des matières

Remerciements 5
Résumé 9
Abstract 10
Table des matières 11
Liste des abréviations 15
Liste des tableaux et figures 18
Introduction générale 28

Chapitre 1 - Composites à Matrice Céramique (CMC) et Etat de l'Art des CMC à Fibres Courtes (FC-CMC) 31

1. Matériaux Composites à Matrice Céramique (CMC) 33
1.1. Présentation générale 33
1.2. CMC oxydes et les non-oxydes 35
2. CMC oxyde/oxyde (O-CMC) 37
2.1. Fibres oxydes 37
2.2. Mécanismes d'endommagement 39
2.2.1. Introduction au concept d'interface faible 39
2.2.2. Conclusions sur les mécanismes d'endommagement des O-CMC 50
2.3. Voies d'élaboration des O-CMC 52
2.3.1. Mise en œuvre par pré-imprégnés 52
2.3.2. Mise en œuvre par enroulement filamentaire 54
2.3.3. Mise en œuvre par injection (RTM, LRI, FIP) 55
2.3.4. Conclusions sur les voies de mise en œuvre 57
2.4. Limitation de l'utilisation des fibres longues 58
3. CMC à fibres courtes (FC-CMC) 60
3.1. Mécanismes d'endommagement des composites à fibres courtes 60
3.2. Voies de mise en œuvre et applications des FC-CMC 64
4. Conclusions de l'étude bibliographique 71

Chapitre 2 - Matériels et Méthodes 73

1. Procédé d'élaboration 75
1.1. Préparation des mélanges 75
1.1.1. Matières premières 76

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

1.1.2. Mise en suspension ... **85**
1.1.3. Mélangeur SpeedMixer™ ... **86**
1.1.4. Ball Measuring System (BMS) ... **86**
1.2. Mise en forme du cru ... *87*
1.3. Traitement thermique ... *89*
1.3.1. Déliantage ... **89**
1.3.2. Procédés de frittage ... **89**
2. Caractérisations physico-chimiques ... **94**
2.1. Analyses élémentaires ... *94*
2.2. Analyse ThermoGravimétrique (ATG) ... *95*
2.3. Dilatométrie ... *95*
2.4. Mesure de la masse volumique apparente (géométrique) ... *96*
2.5. Pesée hydrostatique ... *96*
2.6. Porosimétrie par intrusion de mercure (Hg) ... *97*
3. Caractérisations microstructurales et structurales ... **98**
3.1. Microscopie optique ... *98*
3.2. Microscopies Electroniques ... *98*
3.2.1. Microscopie Electronique à Balayage (MEB) à émission thermoélectronique (filament W) ... **98**
3.2.2. Microscopie Electronique à Balayage (MEB) à émission de champ (FEG) ... **99**
3.2.3. Chimie de surface ... **100**
3.3. Analyses d'image ... *100*
3.3.1. Facteur de forme de la section des fibres N610™ ... **100**
3.3.2. Distribution de la longueur des fibres ... **101**
3.3.3. Mesure de la taille des grains par interception linéaire ... **102**
3.4. Diffraction des rayons X ... *103*
4. Caractérisations mécaniques ... **103**
4.1. Essais de flexion ... *103*
4.2. Propriétés élastiques ... *107*
4.3. Ténacité ... *110*
4.4. Caractérisations post-mortem ... *112*

Chapitre 3 - Méthode d'Elaboration du Composite à Matrice Céramique à Fibres Courtes (FC-CMC) ... **113**
1. Sélection du liant d'alumines monolithiques ... **114**
1.1. Liant thermodurcissable (réactif) ... *114*
1.1.1. Détermination de la fraction volumique optimale d'alumine ... **115**
1.1.2. Mise en forme ... **116**

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

1.1.3. Traitement thermique 117
1.2. Liant thermoplastique 120
1.2.1. Détermination du taux de charge volumique optimal en alumine 120
1.2.2. Mise en forme 121
1.2.3. Traitement thermique 122
1.2.4. Utilisation de la poudre AKP-53 125
1.3. Liant précurseur de silice 126
1.3.1. Détermination du taux de charge des constituants 129
1.3.2. Mise en forme 131
1.3.3. Traitement thermique 131
1.4. Conclusions 136
2. Adaptation du protocole de mise en œuvre pour l'élaboration de composites 137
2.1. Liant PVA 138
2.1.1. Optimisation du protocole et caractérisation du mélange composite 138
2.1.2. Traitement thermique 143
2.2. Liant silicone 146
2.2.1. Optimisation du protocole et caractérisation du mélange composite 146
2.2.2. Traitement thermique 148
2.3. Conclusion 152
3. Conclusion du chapitre 153

Chapitre 4 - Etude des Matériaux FC-CMC Elaborés à 1200 °C 155
1. Elaboration des matériaux FC-CMC à 1200 °C 156
1.1. Traitement thermique 156
1.2. Morphologie des FC-CMC 158
1.2.1. Porosimétrie mercure 158
1.2.2. Caractérisations microstructurales 161
1.3. Caractérisations de l'interface Fibre/Matrice (F/M) 166
1.4. Conclusions 171
2. Caractérisation mécanique par flexion 4 points 172
2.1. Conclusions 178
3. Conclusions du chapitre 179

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Chapitre 5 - Etude de l'Influence des Paramètres de Frittage SPS et des Paramètres de Mise en Forme 181

1. Influence de la température de frittage par SPS 183

1.1. Traitement thermique 183

1.2. Porosimétrie mercure 185

1.3. Caractérisations microstructurales 186

1.4. Caractérisations à l'interface Fibre/Matrice (F/M) 191

1.5. Caractérisations mécaniques par essais de flexion 4 points 194

1.6. Conclusions 201

2. Caractérisations mécaniques complémentaires 201

2.1. Préparation des matériaux 202

2.2. Essais de flexion 4 points sur éprouvettes entaillées 204

2.3. Comportement mécanique en température 207

2.3.1. Mesure du module élastique en température par impulsion ultrasonore 207

2.3.2. Essais de flexion 4 points en température 211

2.4. Conclusions 214

3. Effet de la longueur des fibres 215

3.1. Préparation des matériaux 215

3.2. Comportement mécanique en flexion 4 points 219

3.3. Conclusions 225

4. Conclusions du chapitre 227

Conclusion générale et perspectives 230

Annexes 233

1. Calcul des ajouts en masse pour la formulation des mélanges monolithiques et composites 235

Références bibliographiques 239

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Liste des abréviations

%m	:	Pourcentage massique
%vol	:	Pourcentage volumique
°C	:	Degré Celsius
µ	:	Micro
μ	:	Coefficient de Poisson
a	:	Pronfondeur de l'étaille de préfissure (SENB)
ATG	:	Analyse thermogravimétrique
b	:	Largeur de l'éprouvette
BMS	:	Ball Measuring System
c	:	Charge (poudre et fibres)
cm	:	Centimètre
CMC	:	Composite à Matrice Céramique
CMO	:	Composite à Matrice Organique
CVD	:	Dépôt par voie gazeuse (« Chemical Vapor Deposition »)
CVI	:	Infiltration par voie gazeuse (« Chemical Vapor Infiltration »)
D	:	Diamètre d'une fibre
$D_{f(eq)}$	:	Diamètre équivalent d'une fibre
DRX	:	Diffraction des Rayons X
E	:	Module d'Young
EBSD	:	Diffraction électronique rétrodiffusée (« Electron BackScatter Diffraction »)
EDS	:	Analyse dispersive en énergie (« Energy-dispersive spectroscopy »)
F/M	:	Fibre/Matrice
f_1	:	Fréquence de résonnance fondamentale de l'éprouvette en flexion
f_a	:	Déplacement de la traverse
FC-CMC	:	Composite à Matrice Céramique à Fibres Courtes
FC-CMO	:	Composite à Matrice Organique à Fibres Courtes
FEG	:	Canon à Emission de champs (« Field Emission Gun »)
FIP	:	Procédé d'injection avec une membrane flexible (« Flexible Injection Process »)
g	:	Gramme
G	:	Giga
GDMS	:	Glow Discharge Mass Spectrometry
h	:	Heure
HP	:	Hot Pressing
ICP-OES	:	Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectroscopy
IS	:	Intervalle entre les cylindres internes d'un montage de flexion 4 points
J	:	Joule
kg	:	Kilogramme
K_I	:	Ténacité en Mode I
l	:	Liant
L	:	Longueur de l'éprouvette
l_c	:	Longueur critique (d'une fibre)
L_{fmax}	:	Plus grande longueur parcourant la section d'une fibre

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

L_{fmin}	:	Plus petite longueur parcourant la section d'une fibre
L_p	:	Longueur d'extraction ou de décohésion d'une fibre (« Pull-out »)
LRI	:	Infiltration assistée par une bâche à vide (« Liquid Resin Infusion »)
LSI	:	Infiltration de silicium liquide (« Liquid Silicon Infiltration »)
LVDT	:	Transducteur différentiel variable linéaire (« Linear Variable Differential Transformer »)
m	:	Mètre
M	:	Mega
M	:	Masse totale
m	:	Module de Weibull
MEB	:	Microscop(i)e Electronique à Balayage
MET	:	Microscop(i)e Electronique à Transmission
mL	:	Millilitre
mm	:	Millimètre
mol	:	Mole
N	:	Nextel™
NO-CMC	:	Composite à Matrice Céramique Non-Oxyde
O-CMC	:	Composite à Matrice Céramique Oxyde
OS	:	Intervalle entre les appuis externes d'un montage de flexion 4 points
P	:	Fraction volumique de porosité
Pa	:	Pascal
PDMS	:	Polydiméthylsiloxane
PEG	:	Polyéthylène glycol
p_f	:	Porosité fermée
pH	:	Potentiel hydrogène
PIP	:	Infiltration par voie polymères précéramiques (« Polymer Infiltration and Pyrolysis »)
p_o	:	Porosité ouverte
ppm	:	Parties par million
PS	:	Pressureless Sintering (Frittage Naturel)
p_t	:	Porosité totale
PVA	:	Polyvinylalcool
PyC	:	PyroCarbone
RMN	:	Résonance Magnétique Nucléaire
RTM	:	Moulage par injection de résine (« Resin Transfer Moulding »)
s	:	Seconde
s	:	Solvant
SENB	:	Essai de flexion sur une éprouvette entaillée (« Single Edge Notched Beam »)
SPS	:	Spark Plasma Sintering (Frittage Flash)
t	:	Epaisseur de l'éprouvette
T_l	:	Facteur de correction du mode fondamentale de flexion
T_{amb}	:	Température ambiante
T_g	:	Température de transition vitreuse
T_{palier}	:	Température de palier
V	:	Volume
W	:	Watt
WDS	:	Spectroscopie de rayons X à dispersion de longueur d'onde (« Wavelength Dispersive spectroscopy »)
α	:	Paramètre d'inadéquation élastique (« Elastic mismatch »)
ρ	:	Masse volumique

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Liste des tableaux et figures

Liste des tableaux

Tableau 1 : Caractéristiques distinctives entre les NO-CMC et les O-CMC (matériaux, propriétés et applications) [30]. 36
Tableau 2 : Propriétés des fibres de la famille Nextel^{TM}(gamme N610 et N720) [35], [36]. .. 39
Tableau 3 : Tableau récapitulatif des concepts d'interface pour les CMC 51
Tableau 4 : Récapitulatif des voies de mise en œuvre des O-CMC 58
Tableau 5 : Analyses chimiques des fibres N610^{TM} avec et sans ensimage 77
Tableau 6 : Morphologies des sections des fibres N610^{TM} 10 000 deniers par analyse d'image. 79
Tableau 7 : Analyse statistique de la longueur des fibres discontinues N610^{TM} des gammes 3,2 et 6,4 mm. 80
Tableau 8 : Granulométries associées aux poudres ALTEO et AKP-53. Comparatif entre les données fournisseurs et mesurées 82
Tableau 9 : Analyses chimiques des poudres d'alumine ALTEO et AKP-53 83
Tableau 10 : Qualification d'une barbotine à base du liant époxy selon le taux de charge volumique de la poudre d'alumine (ALTEO). 116
Tableau 11 : Composition optimale de la barbotine à base du liant époxy pour mise en œuvre d'une alumine (ALTEO). 116
Tableau 12 : Masses volumiques, densités relatives et retrait volumique d'une pastille d'alumine (ALTEO) monolithique obtenue à partir du liant époxy et après un traitement thermique de 1200 °C/1 h ; (1) Mesures géométriques ; (2) Mesures par pesée hydrostatique. 119
Tableau 13 : Caractéristiques d'une barbotine à base du liant PVA (5% massique par rapport à la masse totale de la suspension) selon le taux de charge volumique de la poudre d'alumine (ALTEO). 121
Tableau 14 : Composition de la barbotine monolithique optimale à base du liant PVA (5% massique par rapport à la masse totale de la suspension) 121
Tableau 15 : Masses volumiques, densités relatives et retrait volumique d'une pastille d'alumine (ALTEO) monolithique obtenue à partir du liant PVA et après un traitement thermique de 1200 °C/1 h ; (1) Mesures géométriques ; (2) Mesures par pesée hydrostatique. 124
Tableau 16 : Masses volumiques, densités relatives et retrait volumique d'une pastille d'alumine (AKP-53) monolithique obtenue à partir du liant PVA et après un traitement thermique de 1200 °C/1 h ; (1) Mesures géométriques ; (2) Mesures par pesée hydrostatique. 125
Tableau 17 : Taux de charges des émulsions silicone A et B (*données fournisseurs ; ** données issues des extraits secs après 140 h à l'étuve à 120 °C sous air) 128
Tableau 18 : Composition des barbotines (AKP-53) à base des émulsions silicone A et B .. 131

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Tableau 19 : Proportion massique de silice (SiO_2) issue de la transformation du liant PDMS dans 3 pastilles monolithiques après traitement thermique sous air : comparaison des émulsions silicone A et B et rendement de céramisation en SiO_2 associé. 133
Tableau 20 : Masses volumiques, densités relatives et retrait volumique de pastilles d'alumine (AKP-53) monolithique obtenue à partir des silicones A et B, après un traitement thermique 1200 °C/1 h ; (1) Mesures géométriques ; (2) Mesures par pesée hydrostatique..... 133
Tableau 21 : Composition des mélanges composites à base du liant PVA, de la poudre d'alumine (AKP-53) et de fibres courtes 3,2 mm N610^{TM} 139
Tableau 22 : Masses volumiques, densités relatives et retrait volumique d'une pastille composite obtenue à partir du liant PVA, après un traitement thermique de 1200 °C/1 h ; (1) Mesures géométriques ; (2) Mesures par pesée hydrostatique. 144
Tableau 23 : Fraction volumique des constituants (matrice et fibres) d'une pastille composite obtenue à partir du liant PVA, après un traitement thermique de 1200 °C/1 h..... 144
Tableau 24 : Composition du mélange composite à base de l'émulsion silicone B, de la poudre d'alumine (AKP-53) et de fibres courtes 3,2 mm N610^{TM} 146
Tableau 25 : Composition des mélanges composites à base de l'émulsion silicone B, du liant PVA, de la poudre d'alumine (AKP-53) et de fibres courtes 3,2 mm N610^{TM} 147
Tableau 26 : Masses volumiques, densités relatives et retrait volumique d'une pastille composite obtenue à partir des liants silicone et PVA, après un traitement thermique de 1200 °C/1 h ; (1) Mesures géométriques ; (2) Mesures par pesée hydrostatique..... 149
Tableau 27 : Fraction volumique des constituants (matrice et fibres) d'une pastille composite obtenue à partir des liants silicone et PVA, après un traitement thermique de 1200 °C/1 h. 149
Tableau 28 : Masses volumiques, densités relatives et retrait volumique des pastilles composites selon plusieurs méthodes de frittage à 1200 °C ; (1) Mesures géométriques ; (2) Mesures par pesée hydrostatique. 157
Tableau 29 : Fraction volumiques des constituants (matrice et fibres) des composites obtenus selon plusieurs méthodes de frittage à 1200 °C. Les volumes de porosité ouverte et fermée sont issus des résultats de mesure par pesée hydrostatique. 158
Tableau 30 : Masses volumiques, densités relatives et retrait volumique des pastilles composites frittées par SPS à basses températures ; (1) Mesures géométriques ; (2) Mesures par pesée hydrostatique. 184
Tableau 31 : Fraction volumiques des constituants (matrice et fibres) des composites obtenus par SPS à basses températures. Les volumes de porosité ouverte et fermée sont issus des résultats de mesure par pesée hydrostatique. 185
Tableau 32 : Masses volumiques, densités relatives et retrait volumique des pastilles composites de références ; (1) Mesures géométriques ; (2) Mesures par pesée hydrostatique..... 202
Tableau 33 : Fractions volumiques des constituants (matrice et fibres) des pastilles composites de référence. Les volumes de porosité ouverte et fermée sont issus des résultats de mesure par pesée hydrostatique. 203

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Tableau 34 : Masses volumiques, densités relatives et retrait volumique de la pastille SPS_1200_10 A ; (1) Mesures géométriques ; (2) Mesures par pesée hydrostatique. 203
Tableau 35 : Fractions volumiques des constituants (matrice et fibres) de la pastille SPS_1200_10 A. Les volumes de porosité ouverte et fermée sont issus des résultats de mesure par pesée hydrostatique. 204
Tableau 36 : Masses volumiques et densités relatives des pastilles monolithiques ; (1) Mesures géométriques ; (2) Mesures par pesée hydrostatique. 204
Tableau 37 : Analyse statistique de la longueur des fibres discontinues N610™ du lot 6,4 mm après l'étape de mélange et de pressage. 216
Tableau 38 : Analyse statistique de la longueur des fibres discontinues N610™ du lot 3,2 mm après l'étape de pressage à 100 MPa. 217
Tableau 39 : Masses volumiques, densités relatives et retrait volumique des pastilles composites obtenues à partir de longueurs de fibres différentes et selon deux méthodes de frittage ; (1) Mesures géométriques ; (2) Mesures par pesée hydrostatique. 218
Tableau 40 : Fractions volumiques des constituants (matrice et fibres) des composites obtenus à partir de longueurs de fibres différentes et selon deux méthodes de frittage. Les volumes de porosité ouverte et fermée sont issus des résultats de mesure par pesée hydrostatique. 219

Liste des figures

Figure 1 : Schéma du comportement type d'un CMC 1D en traction [2]. 34
Figure 2 : Rapport résistance/masse en fonction de la température des différentes classes de matériaux [9]. 35
Figure 3 : (a) Microstructure de fibres Nextel™ 610 dans une matrice alumine pure par EBSD ; Observation de la croissance granulaire en fonction du traitement thermique appliqué [28] ; (b) Image MEB du CMC N610™/Alumine après un traitement à 1400 °C/2h (en haut) avec la cartographie de la silice obtenue par microsonde de Castaing [33]. 38
Figure 4 : Schéma illustrant les mécanismes de propagation des fissures dans un composite renforcé uniaxialement soumis à un chargement en (a) traction et (b) flexion [37]. 40
Figure 5 : Diagramme définissant le critère de décohésion selon les propriétés de deux matériaux (adapté de Naslain [35]). La différence élastique α est définie par $\boldsymbol{\alpha = (E'2 - E'1)/(E'2 + E'1)}$ pour une fissure se propageant du matériaux 1 (la matrice) vers le matériau 2 (fibre) où $\boldsymbol{E'1}$ et $\boldsymbol{E'2}$ correspondent aux modules d'Young de déformation des 2 matériaux. 41
Figure 6 : Module élastique normalisé **E** en fonction de l'état de densification de deux alumines ayant des densités relatives de cru différentes [46]. 42
Figure 7 : Module élastique normalisé **E** calculé à partir de l'Équation 3 et des données expérimentales de *Green et al*. [46], [47]. 43

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Figure 8 : Diagramme de décohésion F/M intégrant le domaine des CMC à matrice poreuse (rouge) [49]. 44
Figure 9 : Schéma illustrant le concept de tolérance à l'endommagement pour un CMC à matrice dense et à interfaces faibles (a) et pour un CMC à matrice poreuse sans revêtement sur les fibres (b) [49]. 45
Figure 10 : Différents types d'interphases pour les CMC avec les différents mécanismes de déviation de fissure : interphase fibre/matrice faible (a) ; interphase sous la forme de feuillets cristallins (b) ; interphase multicouche (c) ; interphase poreuse (d) [38]. 46
Figure 11 : Faciès de rupture d'un CMC alumine/alumine observés au MEB après 5 h à 1200 °C : (a) à gauche, sans revêtement et (b) à droite, avec un revêtement de monazite ($LaPO_4$) [51]. 47
Figure 12 : Contraintes de traction en température d'un CMC N610^{TM}/$LaPO_4$/Alumine • et d'un CMC N610TM/Alumine sans revêtement □ [24]. 47
Figure 13 : Illustration du concept de transfert de charge dans un composite à l'interface fibre/matrice pour lequel un revêtement fugitif a été appliqué créant un gap entre les constituants [52]. 49
Figure 14 : Traction sur éprouvettes entaillées de CMC avec différents types de revêtements et faciès de rupture correspondants : (A) interphase fugitive type C ; (B) interphase fugitive type C + revêtement $LaPO_4$; (C) naturel sans revêtement [53]. 50
Figure 15 : Différents concepts autorisant la déviation de fissure à l'interface F/M pour les CMC à fibres longues [27]. 51
Figure 16 : Description schématique des étapes de mise en forme par la voie prépreg (hand lay-up) [60]. 53
Figure 17 : Illustration schématique des étapes de fabrication d'un CMC oxyde/oxyde par enroulement filamentaire [64]. 54
Figure 18 : Exemple de pièce de forme WHIPOX® mis en œuvre via le procédé d'enroulement filamentaire (source DLR) [45]. 55
Figure 19 : Schéma décrivant les étapes du procédé RTM (A) et du procédé FIP (B) [19]. ... 56
Figure 20 : Schéma des étapes du procédé d'injection FIP. Création d'une zone perméable dans le moule sous la forme d'une cavité entre la préforme fibreuse et la membrane flexible (A). Etape d'injection de la barbotine dans cette cavité (B). Introduction d'un liquide en partie haute : la barbotine pénètre dans la préforme (C) [19]. 57
Figure 21 : Comparaison de l'anisotropie sur le comportement en traction d'un CMC SiC/SiC (a) et d'un CMC oxyde/oxyde (b) [69]. 59
Figure 22 : Modèle d'endommagement d'un CMO à fibres courtes de verre dispersées aléatoirement dans une matrice polymère thermoplastique [76]. 61
Figure 23 : Chargement de la contrainte sur la longueur d'une fibre selon sa longueur **l** par rapport à la longueur critique **lc** [75]. 62

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Figure 24 : Conductivité thermique transverse d'un CMC C/C-SiC à fibres courtes en fonction de la fraction volumique de fibres [86]. 66
Figure 25 : (a) Procédé de mise en œuvre d'une préforme C/C par pressage ; (b) Moule en acier pour la mise en forme de disques de frein ventilés en C/C-SiC ; (c) Prototype d'un disque de frein en C/C-SiC sur la base d'une préforme FC-CMC C/C d'une seule pièce [81]. 67
Figure 26 : Illustration du moyen de mise en œuvre de FC-CMC par projection [99]. 69
Figure 27 : Analyse de la distribution de l'orientation des fibres de 14 mm projetées sur un support transparent [99]. 69
Figure 28 : Courbes de flexion 3 points de FC-CMC N610^{TM}/Al_2O_3-ZrO_2 obtenus par le procédé hand lay-up selon le longueur des fibres [99]. 70
Figure 29 : Comparaison des contraintes à la rupture obtenues à partir de plusieurs procédés de mise en œuvre et selon plusieurs orientations et longueurs de fibres [99]. 71
Figure 30 : Diffractogramme des fibres d'alumine N610^{TM} 76
Figure 31 : Fibres Nextel610^{TM} brutes observées par MEB à faible (a) et fort grandissement (b) 78
Figure 32 : Micrographies MEB de sections de fibres N610^{TM} ; (a) fibres 1 500 deniers ; (b) fibres 10 000 deniers, utilisées pour ces recherches 79
Figure 33 : Histogrammes des longueurs des fibres N610^{TM} des gammes 3,2 mm (en violet) et 6,4 mm (en vert) obtenus par analyse d'image. 81
Figure 34 : Diffractogrammes X des poudres d'alumine ALTEO (a) et AKP-53 (b) 82
Figure 35 : Micrographies MEB des poudres d'alumine ALTEO (a) et AKP-53 (b) 84
Figure 36 : Analyses dilatométriques des poudres ALTEO (a) et AKP-53 (b). 84
Figure 37 : Principe de double rotation asymétrique employé par l'appareil Hauschild SpeedMixer^{TM} 86
Figure 38 : Dispositif BMS 87
Figure 39 : Profil de température en fonction du temps de séchage selon la taille de matrice utilisée ($\boldsymbol{\phi}$32 ou $\boldsymbol{\phi}$50 mm) 88
Figure 40 : Analyse DSC du liant PVA (10 °C.min^{-1} sous air) 88
Figure 41 : Cycle thermique par frittage naturel (PS) à 1200 °C/1 h 90
Figure 42 : Schéma de fonctionnement du procédé de frittage HP (Hot-Pressing) 91
Figure 43 : Cycle de traitement thermique pour le frittage HP (Hot-Pressing) 91
Figure 44 : Schéma de fonctionnement du procédé de frittage SPS (frittage flash) 92
Figure 45 : Dispositif SPS du CEA de Saclay (LTMEx) 93
Figure 46 : Cycle de traitement thermique par frittage SPS (frittage flash) 94
Figure 47 : Zone d'observation pour MEB FEG après polissage ionique 100
Figure 48 : Mesure des longueurs caractéristiques $\boldsymbol{Lfmin}$ et $\boldsymbol{Lfmax}$ sur une section d'une fibre N610^{TM} 10 000 deniers observée au MEB 101

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Figure 49 : Observation optique des fibres courtes 3,2 mm N610^{TM} issues du lot fournisseur 3M. (a) Image reconstituée en mode cartographie et (b) un exemple de zone de mesure de la longueur des fibres. 102
Figure 50 : Méthode de mesure de la taille des grains par interception linéaire (a) et résultats des mesures associées (b). 103
Figure 51 : Essais de flexion 3 points (a) et 4 points (b) [NF EN ISO-17138][110] 104
Figure 52 : Prélèvement des barreaux de flexion dans les pastilles frittées 104
Figure 53 : Montage expérimental des essais de flexion 4 points (T_{amb}) 105
Figure 54 : Montage expérimental des essais de flexion 4 points en température (700 et 1000 °C) 107
Figure 55 : Cycles thermiques appliqués lors des essais de flexion en température : 700 et 1000 °C 107
Figure 56 : Dispositif expérimental de mesure du module d'Young par résonance acoustique 108
Figure 57 : Illustration de la détermination du module d'Young de flexion par régression linéaire de la zone élastique. 109
Figure 58 : Cycle thermique appliqué lors des essais de mesure du module d'Young par résonance acoustique 110
Figure 59 : Dispositif d'entaille à scie droite pour les essais SENB 111
Figure 60 : Mesure de la largeur et de la profondeur d'entaille de préfissure pour les essais SENB 111
Figure 61 : Structures chimiques des co-monomères du liant thermodurcissable 115
Figure 62 : Volume de la pastille après réticulation du liant époxy 117
Figure 63 : Thermogramme s (perte de masse et dérivée en fonction de la température) du liant réactif époxy cycloaliphatique réalisée sous air à 10 °C.min^{-1} jusqu'à 800 °C 118
Figure 64 : Cycle thermique adopté pour le frittage naturel (PS) à 1200 °C/1 h pour une pastille d'alumine (ALTEO) élaborée à partir du liant réactif époxy 118
Figure 65 : Micrographies MEB d'un monolithique d'alumine (ALTEO) enrobé-poli élaboré à base du liant époxy. À gauche, observation à faible grandissement ; à droite, observation à fort grandissement. 120
Figure 66 : Structure chimique du-polyvinylalcool (PVA) 120
Figure 67 : Thermogrammes ATG (perte de masse et sa dérivée) du liant PVA seul réalisée sous air à 10 °C.min^{-1}. 123
Figure 68 : Cycle thermique par frittage naturel (PS) à 1200 °C/1 h pour une pastille monolithique élaborée à partir du liant PVA. 123
Figure 69 : Micrographies MEB d'un monolithique d'alumine (ALTEO) enrobé-poli élaboré à base du liant PVA. À gauche, observation à faible grandissement ; à droite, observation à fort grandissement. 124

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Figure 70 : Micrographies MEB d'un monolithique d'alumine (AKP-53) enrobé-poli élaboré à base du liant PVA. À gauche, observation à faible grandissement ; à droite, observation à fort grandissement. 126
Figure 71 : Structure du poly(diméthylsiloxane) (PDMS) [121] 127
Figure 72 : Terminologie employée des éléments d'une émulsion silicone. 127
Figure 73 : Évolution en fonction du temps de la masse des émulsions silicone A et B lors du séchage à 120 °C sous air en vue de l'obtention des extraits secs 128
Figure 74 : Thermogrammes ATG des émulsions silicone A (en haut) et B (en bas) réalisés sous air pour une vitesse de chauffage de 10 °C.min^{-1} 129
Figure 75 : Mécanismes de décomposition du PDMS en température [123] 130
Figure 76 : Cycle thermique par frittage naturel (PS) à 1200 °C/1 h pour une pastille d'alumine (AKP-53) élaborée à partir d'un liant silicone. 132
Figure 77 : Micrographies MEB d'un monolithique alumine (AKP-53) enrobé-poli élaboré à base des liants silicone A (haut) et B (bas). À gauche, observation à faible grandissement ; à droite, observation à fort grandissement. 135
Figure 78 : Courbes de vitesse de retrait obtenues pour différentes concentrations de dopant silice (SiO_2) et issues d'essais de dilatométrie sous air statique à 10 °C.min^{-1} [124]. 136
Figure 79 : Photographies des mélanges composites obtenus avec 30 % (a), 40 % (b), et 50 % (c) de taux volumique de charges (poudre et fibre). 139
Figure 80 : Photographie d'un mélange optimisé composite (30 %vol de charge ; 5 %m de PVA) obtenu par le protocole de dispersion développé en interne. 140
Figure 81 : Contrainte de cisaillement (traits pleins) et viscosité (pointillés) en régime permanent de différents mélanges composites mesurées sur dispositif BMS en fonction du gradient de cisaillement. 141
Figure 82 : Distribution des longueurs de fibres N610^{TM} (lot 3,2 mm) après l'étape de mélange optimisée 142
Figure 83 : Distribution des longueurs de fibres N610^{TM} (lot 3,2 mm) après pressage à chaud 143
Figure 84 : Micrographies MEB d'un composite enrobé-poli élaboré à base du liant PVA. En haut, observation à faible grandissement de la distribution de la matrice, des fibres et de la porosité à l'échelle macroscopique ; en bas, observation à fort grandissement d'une fibre imprégnée dans la matrice alumine. 145
Figure 85 : (a) Mélange composite à base de 5 %m de charge silicone B et 30 %vol de charge (F/P = 1/2). (b) Pastille composite (Ø32 mm) mise en forme à partir du mélange ci-contre. 147
Figure 86 : (a) Mélange composite à base de 5 %m de silicone B, de 5 %m de liant PVA et 30 %vol de charge (F/P = 1/2). (b) Pastille composite (Ø32 mm) mise en forme à partir du mélange ci-contre. 148
Figure 87 : Micrographies MEB d'un composite enrobé-poli élaboré à base des liants silicone et PVA En haut, observation à faible grandissement de la distribution de la matrice, des fibres

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

et de la porosité à l'échelle macroscopique ; en bas, observation à fort grandissement d'une fibre imprégnée dans la matrice alumine. 150
Figure 88 : Cartographies d'analyse EDS répertoriant les éléments Al (haut droite), O (bas gauche) et Si (bas droite) à partir de la microstructure (haut gauche) d'une pastille composite obtenue à partir des liants silicone et PVA. 152
Figure 89 : Mesures de porosimétrie mercure des matériaux PS_1200_60 (bleu), HP_1200_60 (rouge), et SPS_1200_10 (vert), frittées à 1200 °C. (a) Les courbes en traits pleins représentent la distribution de la taille de pores, tandis que les courbes en pointillés représentent le cumul du volume d'intrusion, correspondant au volume cumulé de porosité dans le composite ; (b) quantification de la macro et microporosité. 160
Figure 90 : Micrographies MEB représentatives à faible grandissement des matériaux composites obtenus à 1200 °C ; (a) PS_1200_60 ; (b) HP_1200_60 ; (c) SPS_1200_10. 162
Figure 91 : Micrographies MEB d'une zone de fibres imprégnées dans la matrice alumine des matériaux composites obtenus à 1200 °C ; (a) PS_1200_60 ; (b) HP_1200_60 ; (c) SPS_1200_10. 165
Figure 92 : Micrographies MEB FEG à l'interface F/M après polissage ionique. Les images à faible grandissement (a), (c), et (e) et à fort grandissement (b), (d), et (f) correspondent aux matériaux PS_1200_60, HP_1200_60, et SPS_1200_10, respectivement..... 167
Figure 93 : Exemple de micrographies MEB FEG utilisés pour l'analyse de taille de grain par interception linéaire au voisinage des fibres. Les images a, b, et c correspondent aux matériaux PS_1200_60, HP_1200_60, et SPS_1200_10, respectivement..... 169
Figure 94 : Mesure de taille de grains par interception linéaire. (a) Taille de grains de la matrice en fonction de la distance qui les sépare de la fibre ; (b) Taille moyenne des grains et écart-type selon le procédé de frittage..... 170
Figure 95 : Représentation du plan d'usinage des barreaux de flexion dans la pastille PS_1200_60 (a) et dans les pastilles HP_1200_60 et SPS_1200_10 (b). 172
Figure 96 : Module élastique obtenu par mesure d'impulsion ultrasonore (GrindoSonic) des barreaux de flexion issus des pastilles PS_1200_60 (vert), HP_1200_60 (rouge) et SPS_1200_10 (bleu)..... 173
Figure 97 : (a) Courbes contrainte-déformation des essais de flexion 4 points à température ambiante des matériaux FC-CMC frittés à 1200 °C à l'aide de différentes méthodes de frittage. (b) Propriétés mécaniques moyennes par matériaux (PS_1200_60, HP_1200_60 et SPS_1200_10). 175
Figure 98 : Observations *post-mortem* des éprouvettes après flexion 4 points des matériaux PS_1200_60, SPS_1200_10, et HP_1200_60. A gauche, images optiques du profil des faciès de rupture de la face en traction (a, c, et e, respectivement). A droite, observations MEB de la surface des faciès (b, d, et f, respectivement)..... 177
Figure 99 : Mesures par porosimétrie mercure des matériaux SPS_1150_10 (noir), SPS_1100_10 (violet) et SPS_1100_02 (jaune). (a) Les courbes en trait plein représentent la

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

distribution de la taille de pores alors que celles en pointillé représentent le cumul du volume d'intrusion, correspondant au volume cumulé de porosité dans le matériau ; (b) quantification de la macro et microporosité. 186
Figure 100 : Micrographies MEB représentatives à faible grandissement des matériaux composites obtenus par SPS à basses températures : (a) SPS_1150_10, (b) SPS_1100_10 et (c) SPS_1100_02 188
Figure 101 : Micrographies MEB d'une fibre imprégnée dans la matrice alumine des matériaux composites obtenus par SPS à basses températures : (a) SPS_1150_10, (b) SPS_1100_10 et (c) SPS_1100_02. 190
Figure 102 : Micrographies MEB FEG à l'interface F/M après polissage ionique. Les images à faible grandissement (a), (c) et (e) et à fort grandissement (b), (d) et (f) correspondent aux matériaux SPS_1150_10, SPS_1100_10 et SPS_1100_02, respectivement. 193
Figure 103 : Représentation du plan d'usinage des barreaux de flexion dans les pastilles SPS basses températures. 195
Figure 104 : Module élastique obtenu par mesure d'impulsion ultrasonore (GrindoSonic) des barreaux de flexion issus des pastilles SPS_1150_10 (jaune), SPS_1100_10 (violet) et SPS_1100_02 (noir). 196
Figure 105 : (a) Courbes contrainte-déformation enregistrées lors d'essais de flexion 4 points à température ambiante des matériaux FC-CMC frittés par SPS à basses températures. (b) Propriétés mécaniques moyennes par matériaux (SPS_1150_10, SPS_1100_10 et SPS_1100_02). 198
Figure 106 : Observations *post-mortem* des éprouvettes après flexion 4 points des composites SPS_1150_10, SPS_1100_10 et SPS_1100_02. A gauche, images optiques du profil des faciès de rupture de la face en traction (a, c et e, respectivement). A droite, images MEB de la surface des faciès (b, d et f, respectivement). 200
Figure 107 : Essais de flexion 4 points sur éprouvettes entaillées représenté par les valeurs de ténacité de chaque éprouvette en fonction de leur densité relative. 206
Figure 108 : (a) Mesures du module élastique par impulsion ultrasonore à température ambiante avant (notés 1 et 2) et après traitement (notés 1' et 2') thermique à 1300 °C/2 h. (b) Evolution des propriétés mesurées avant et après traitement thermique. 208
Figure 109 : Evolution du module élastique en fonction de la température lors de la chauffe 209
Figure 110 : Evolution du module élastique en fonction du temps au-delà de 1150 °C 210
Figure 111 : Eprouvettes après le cycle thermique de l'essai de mesure du module élastique en température (1300 °C/2 h). 211
Figure 112 : Courbes contrainte-déformation des essais de flexion 4 points réalisés à température ambiante (a), à 700 °C (b), et à 1000 °C (c). Propriétés mécaniques moyennes du FC-CMC de référence en fonction de la température (d). 213

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Figure 113 : Distribution des longueurs de fibres N610^{TM} (lot 6,4 mm) après l'étape de mélange (a) et après l'étape de pressage à 25 MPa (b)..... 216
Figure 114 : Distribution des longueurs de fibres N610^{TM} (lot 3,2 mm) après l'étape de pressage à 100 MPa..... 217
Figure 115 : Module élastique obtenu par mesure d'impulsion ultrasonore (GrindoSonic) des barreaux de flexion issus des pastilles PS_[1200µm], SPS_[1200µm], PS_[150µm] et SPS_[150µm]. Les points avec une croix en rouge ne sont pas pris en compte pour la régression linéaire en raison de la présence de défauts dans les éprouvettes concernées. 220
Figure 116 : Courbes contrainte-déformation des essais de flexion 4 points à température ambiante des matériaux FC-CMC obtenus à partir de fibres discontinues plus longues (a) et plus courtes (b), par frittage naturel (bleu) et par SPS (jaune). (c) Propriétés mécaniques moyennes de chaque matériau..... 222
Figure 117 : Profils des faciès *post-mortem* des éprouvettes après flexion 4 points des composites PS_[1200µm], PS_[150µm], SPS_[1200µm] et SPS_[150µm] (a, b, c, et d, respectivement). 223
Figure 118 : Micrographies MEB des surfaces des faciès *post-mortem* des éprouvettes après flexion 4 points des composites PS_[1200µm], PS_[150µm], SPS_[1200µm] et SPS_[150µm] (a, b, c et d, respectivement)..... 224

Listes des tableaux annexes

Tableau A 1 : Masses volumiques théoriques des constituants utilisés pour le calcul des ajouts en masse pour l'élaboration des mélanges 235

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Introduction générale

Les exigences des domaines aéronautiques et aérospatiaux sont en constante évolution et nécessitent le développement continu de matériaux de plus en plus performants. Dans l'optique de répondre à des sollicitations thermomécaniques sévères et contraignantes, ce sont les alliages métalliques qui se sont historiquement présentés comme une solution intéressante pour la plupart des applications concernées. Cependant, leur utilisation au-delà de 1000 °C demeure limitée, notamment dans le cas d'un environnement sous atmosphère oxydante. Les matériaux céramiques se caractérisent, quant à eux, par une excellente résistance thermique et une stabilité chimique améliorée, leur permettant de conserver leurs propriétés physiques au-delà de 2000 °C. Néanmoins, le caractère fragile des céramiques représente un verrou technologique intrinsèque à ces matériaux pour des applications sous de fortes sollicitations mécaniques.

C'est dans ce contexte que les composites à matrice céramique (CMC) apparaissent comme une solution adaptée. L'ajout de renforts fibreux associé à une matrice céramique permet d'augmenter la ténacité du matériau et son mode de rupture fragile tout en conservant une stabilité en température supérieure aux superalliages. C'est pourquoi de nombreux industriels se sont intéressés au développement de ce type de composites depuis les années 90. Néanmoins, les procédés d'élaboration de CMC à fibres longues représentent des coûts de mise en œuvre très importants et nécessitent un savoir-faire difficile à acquérir. De plus, l'utilisation de renfort sous la forme de tissus impose des propriétés thermomécaniques anisotropes et ne permet pas la fabrication de pièces à géométrie complexe de petites dimensions. Ces limitations suggèrent le développement de nouveaux matériaux s'affranchissant de méthodes d'élaboration coûteuses et proposant des propriétés thermomécaniques isotropes.

C'est pourquoi l'utilisation de renforts discontinus peut s'avérer être une alternative prometteuse face à ces contraintes. L'orientation aléatoire des fibres courtes donne la possibilité d'atteindre des propriétés identiques dans toutes les directions de sollicitations. En outre, leur utilisation facilite l'élaboration de pièce à géométrie variée grâce à des procédés simplifiés par rapport à ceux utilisés pour les CMC à fibres longues. Ce type de matériau, peu étudié dans la littérature, présente un compromis pertinent entre les performances thermomécaniques d'un CMC à renfort continu et la simplicité de mise en œuvre des céramiques monolithiques.

Ces travaux de thèse concernent l'étude d'un CMC Al_2O_3/Al_2O_3 à fibres courtes (FC-CMC) *via* une approche expérimentale visant à comprendre l'influence des paramètres d'élaboration sur ses propriétés microstructurales et thermomécaniques. L'objectif principal est de mettre au point un procédé de mise en œuvre simple d'un CMC à fibres courtes millimétriques. Le matériau élaboré devra résister à des sollicitations mécaniques de l'ordre 40 MPa et assurera le maintien de ses propriétés en température pour des applications jusqu'à 1000 °C sous air. La compréhension des mécanismes d'endommagement du composite constituera un élément clef pour obtenir un matériau performant.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Afin de répondre à ces problématiques, ce manuscrit de thèse s'organisera en cinq parties. Une étude bibliographique initiale s'articulera autour de la présentation générale des matériaux CMC avant de se focaliser sur l'état de l'art des mécanismes d'endommagement des CMC oxyde/oxyde et à leurs différentes voies d'élaboration. Ensuite, la présentation des limitations de l'utilisation de fibres longues conduira à l'étude approfondie des FC-CMC. La description des mécanismes de déviation de fissures par des renforts fibreux discontinus, particulièrement étudiés pour les composites à matrice organique (CMO), mais aussi les mécanismes associés à la microstructure de la matrice permettront d'envisager une approche adaptée pour les FC-CMC. Enfin, les voies de mise en œuvre existantes pour les FC-CMC seront étudiées afin de définir les paramètres essentiels à l'obtention de performances thermomécaniques d'intérêt.

Une seconde partie sera consacrée à la présentation des différents constituants sélectionnés pour cette thèse et la définition des méthodes employées, de la mise en œuvre jusqu'à la caractérisation du matériau après traitement thermique.

La troisième partie aura pour objectif de présenter le procédé d'élaboration du FC-CMC. Les résultats d'une première étude sur la composante matricielle seront transposés à la mise en forme de pièces composites, permettant de sélectionner la fraction volumique de charge optimale et la nature de liant la plus adaptée.

La quatrième partie détaillera l'étude de l'influence du procédé de frittage à 1200 °C sur les propriétés du FC-CMC. L'objectif sera d'établir le lien entre les propriétés microstructurales et le comportement mécanique des matériaux obtenus.

Une dernière partie tentera d'établir les paramètres de frittage de référence à partir du procédé de frittage SPS à basse température. Le matériau de référence sera caractérisé en température afin de caractériser sa stabilité en température jusqu'à 1000 °C. L'effet de la longueur du renfort discontinu sera aussi analysé dans un dernier temps afin de donner des éléments de réponse concernant la longueur critique des fibres dans ce type de matériau FC-CMC.

Enfin, une conclusion générale permettra de rendre compte des résultats obtenus à travers l'ensemble de ces travaux. L'analyse complète de l'influence de paramètres d'élaboration et de traitement thermique sur les propriétés thermomécaniques du matériau fournira les premiers éléments de réponse concernant la fabrication d'une pièce FC-CMC Al_2O_3/Al_2O_3. Des perspectives seront proposées pour dégager les axes de recherches les plus prometteurs sur la base des résultats exposés et discutés.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Chapitre 1 - Composites à Matrice Céramique (CMC) et Etat de l'Art des CMC à Fibres Courtes (FC-CMC)

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

1. Matériaux Composites à Matrice Céramique (CMC)

1.1. Présentation générale

Le monde industriel développe de manière continue de nouveaux matériaux de plus en plus performants. Cette constante évolution concerne particulièrement le domaine aérospatial et aéronautique, tant militaire que civil. Dans le contexte d'appareils de plus en plus sophistiqués, la nécessité de développer des matériaux plus résistants à des environnements sévères est devenue une priorité pour les industriels [1]–[3].

Afin de répondre à des sollicitations thermomécaniques importantes, ce sont les alliages métalliques qui ont d'abord été étudiés et produits dans la majorité des cas. Néanmoins, hors les superalliages, l'utilisation de ce type de matériaux pour des applications en température au-delà de 1000 °C reste limitée [1], [4]–[6]. Les matériaux céramiques, capables de conserver leurs propriétés physiques au-delà de 2000 °C pour certains d'entre eux et pour un temps donné, se distinguent par leur excellente résistance thermique et chimique, malgré une fragilité due à l'absence de plasticité et un allongement à la rupture bien inférieur à celui des alliages. Leur rupture catastrophique limite leur utilisation pour application sous de fortes sollicitations mécaniques. C'est dans ce contexte que les Composites à Matrice Céramique (CMC) représentent une solution pertinente. En tirant parti de la synergie des comportements mécaniques de la fibre de renforcement et de la matrice, les CMC sont spécifiquement développés afin d'offrir des performances supérieures à celles de leurs constituants pris seuls et ainsi répondre aux exigences d'applications thermomécaniques sévères.

L'ajout d'un renfort fibreux au sein d'une matrice céramique permet d'améliorer structurellement le matériau et sa ténacité, ce qui garantit une tolérance à l'endommagement [7]. Ce comportement, caractéristique d'un matériau composite, permet d'atteindre une élongation à la rupture plus importante et limite le comportement fragile par rapport au monolithe céramique (Figure 1). Le caractère non-fragile et réfractaire des CMC permet ainsi leur utilisation pour des applications sous sollicitation mécanique à des températures plus élevées que les autres classes de matériaux usuellement utilisées (Figure 2).

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

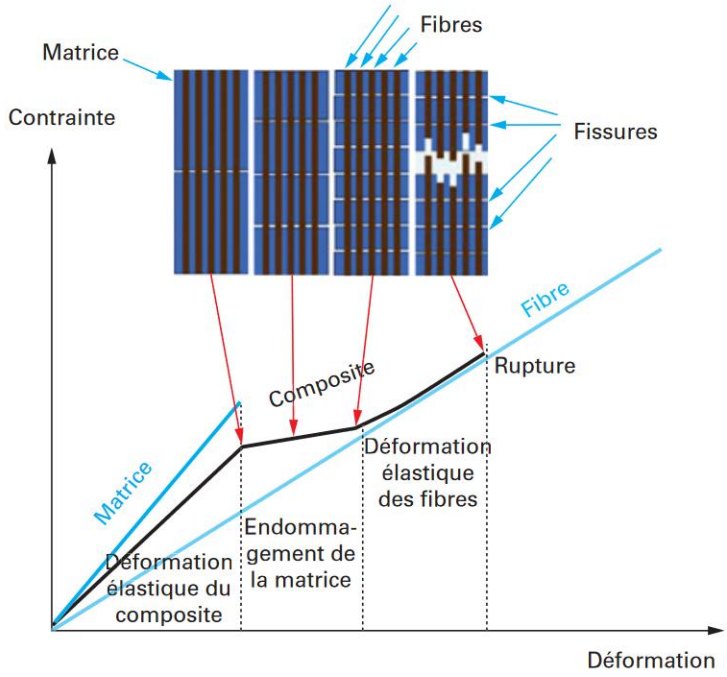


Figure 1 : Schéma du comportement type d'un CMC 1D en traction [2].

Le caractère réfractaire des CMC par rapport aux alliages métalliques permettrait ainsi d'augmenter la température de fonctionnement des blocs moteur de la propulsion civile, améliorant leur rendement [8],[9]. Les CMC présentent l'intérêt d'être moins denses que les alliages métalliques réduisant ainsi l'impact carbone des aéronefs civils tout en maintenant, voire en améliorant, leurs performances. Dans le domaine spatial, des CMC sont principalement utilisés pour les cols et les divergents de tuyère d'étage de propulsion [2], [9], [10]. Enfin, de nombreuses applications sont aussi envisagées dans le domaine militaire pour la propulsion de missiles tactiques, les corps de rentrée et les systèmes de défense supersoniques ou hypersoniques (jusqu'à Mach 5) [11], [12].

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

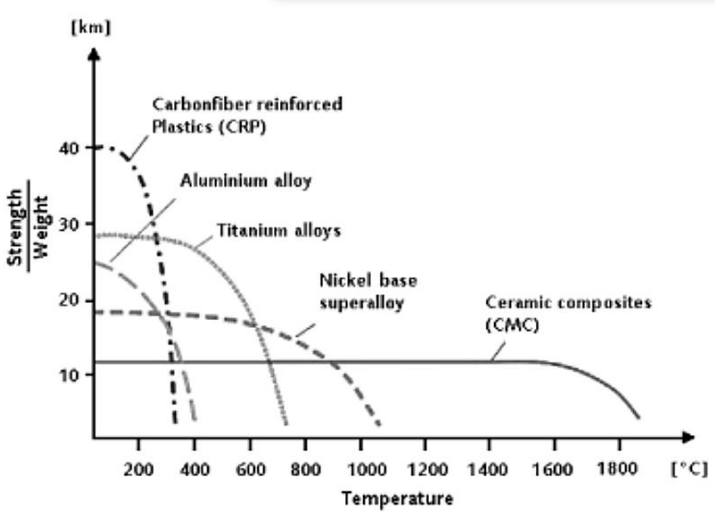


Figure 2 : Rapport résistance/masse en fonction de la température des différentes classes de matériaux [9].

1.2. CMC oxydes et les non-oxydes

Il existe un grand nombre de types de matériaux CMC mais deux grandes familles se distinguent : les CMC non-oxydes (NO-CMC) et les CMC oxydes (O-CMC). Les NO-CMC et les O-CMC se différencient selon la classe de matériaux utilisée (matrice et renfort mécanique), offrant des propriétés thermomécaniques propres à chacune de ces deux familles de CMC (Tableau 1). Ce sont les NO-CMC qui sont les plus décrits dans la littérature et les plus utilisés dans l'industrie aéronautique et aérospatiale. En effet, un grand nombre de références et de brevets mettent en évidence leurs avantages par rapport aux alliages dans ces secteurs [13], [14]. La matrice peut être sous la forme de carbure, de nitrure ou bien de carbone uniquement. L'architecture fibreuse est le plus communément composée de fibres de carbone ou de carbure de silicium [2], [15]. Il existe aussi un grand nombre de méthodes de mise en œuvre des NO-CMC comme l'infiltration par voie gazeuse CVI/CVD (*Chemical Vapor Infiltration/Deposition)*, l'infiltration réactive RMI (*Reactive Melt Infiltration*) ou non MI (*Melt Infiltration*) de préforme ou bien le procédé d'infiltration par voie polymères précéramiques PIP (*Polymer Infiltration and Pyrolysis*) [16].

Les O-CMC sont quant à eux préférés pour des applications spécifiques par rapport aux NO-CMC, notamment sous atmosphères oxydantes (< 1100 °C) et pour leur capacité de transparence aux ondes électromagnétiques [4], [11]. Les principaux matériaux utilisés pour la composante matricielle des CMC oxydes sont l'alumine [17]–[19], la silice ou la zircone ou bien des combinaisons d'oxydes [6], [14], [20]. Les fibres céramiques sont généralement des fibres d'alumine [18], [21], [22], de mullite [23] ou de silice [14], [24]. Les méthodes d'élaboration de ce type de CMC consistent le plus souvent à infiltrer des tissus ou des préformes fibreuses par une suspension chargée en poudre céramique et en liant polymère. Un

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

travail particulièrement important est porté sur la formulation et la rhéologie de la barbotine pour l'imprégnation de la structure fibreuse [20], [25].

L'utilisation des O-CMC permet de s'affranchir de l'oxydation en température du matériau contrairement aux NO-CMC [8], [17], [26], [27]. En effet, ces derniers nécessitent l'ajout d'un revêtement auto-cicatrisant ou anticorrosion [2] afin d'éviter leur dégradation dès 300 °C dans le cas des C/C ou C/SiC. Cependant, la température d'utilisation des O-CMC reste plus faible à cause de la diminution des propriétés mécaniques des fibres oxydes céramiques au-delà de 1200 °C, notamment leur tenue au fluage (Tableau 1) [2], [5], [21], [28]. Les propriétés diélectriques, la stabilité chimique et la tenue mécanique à une température intermédiaire (800-1200 °C) des O-CMC sont des propriétés d'intérêt pour une application type radôme. [11], [12], [29]. C'est pour cette capacité à être transparents aux ondes électromagnétiques que les O-CMC ont été sélectionnés pour ce sujet. L'étude des O-CMC ainsi sera approfondie dans la partie suivante.

Tableau 1 : Caractéristiques distinctives entre les NO-CMC et les O-CMC (matériaux, propriétés et applications) [30].

Caractéristiques	CMC non oxydes	CMC oxydes
Matrice	SiC, B_4C ou C	Al_2O_3, ZrO_2, Mullite
Fibres	Fibres C, SiC, BN, Si_3N_4	Al_2O_3, SiO_2, Mullite, ZrO_2
Stabilité thermique	Bonne stabilité thermique > 1200 °C et supérieure à 2000 °C sous atmosphère neutre	Plus faible stabilité thermique < 1200 °C
Résistance à l'oxydation	Faible si fibres non revêtues	Bonne résistance à l'oxydation
Propriétés mécaniques	Résistance, rigidité et ténacité à la rupture élevée, notamment à haute température	Bonne résistance aux chocs thermiques, mais réduction de la ténacité et de la résistance à la rupture en température
Coût du composite	Elevé à cause des matières premières (SiC notamment) et des procédés de mise en œuvre	Généralement moins coûteux que les non-oxydes
Résistance environnementale	Faible résistance en atmosphère humique et oxydante	Bonne résistance en atmosphère humide et corrosive
Applications	Aérospatiale, automobile et énergie	Aérospatiale (protection thermique) et industrie lourde

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

2. CMC oxyde/oxyde (O-CMC)

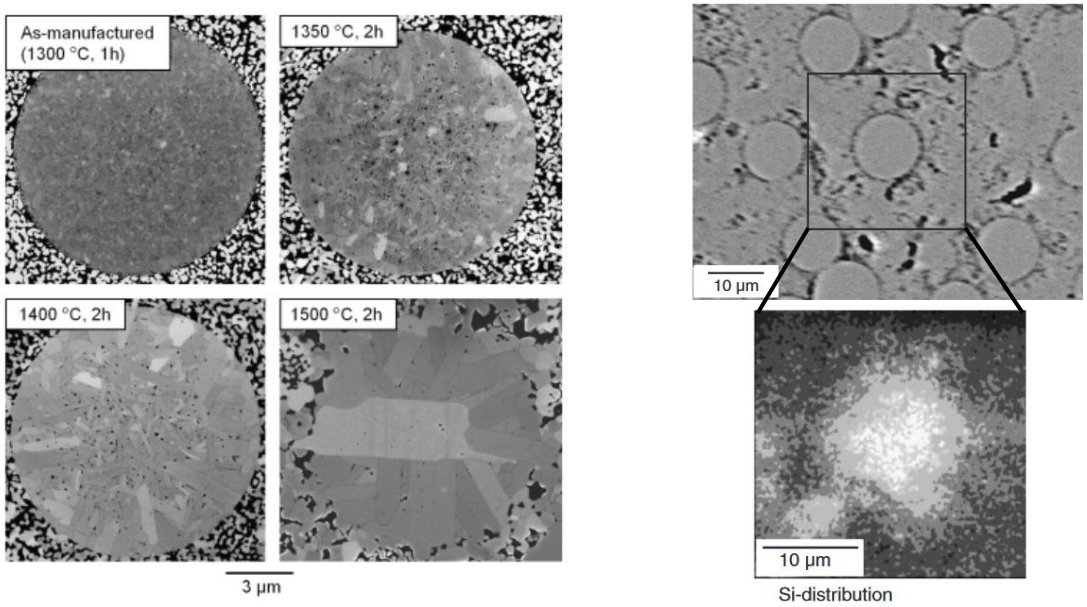
2.1. Fibres oxydes

Le développement des fibres oxydes a débuté dans les années 1970 avec comme composante principale l'alumine. En effet, la contrainte à la rupture et le module élevé par rapport à leur faible densité font des fibres à base d'alumine un matériau de choix pour des applications sous air jusqu'à 1100 °C [2], [31]. Le procédé d'élaboration, moins coûteux que celui des fibres C ou SiC, est le plus souvent issu d'un procédé sol-gel. Les fibres oxydes sont obtenues à partir d'un mélange de précurseurs d'oxyde et souvent associé à un polymère organique. Cette suspension, adaptée pour le procédé de filage, permet d'obtenir une fibre crue qui est ensuite traitée thermiquement pour éliminer la partie organique. A l'issue de cette étape, la fibre céramique est obtenue.

Les fibres à base d'alumine de dernière génération et les plus répandues sont celles de la famille Nextel^{TM} commercialisées par *3M*. La gamme Nextel^{TM} 610 est obtenue à partir d'un sel basique d'aluminium mélangé à un polymère précurseur d'oxyde de fer (brevet n°US5185299A [32]). Cet ajout de frittage permet d'obtenir une fibre d'alumine alpha dense après un frittage à 1300 °C (contre 1500 °C sans ajout) pendant 5 à 10 minutes. Un précurseur de silice est aussi ajouté à hauteur de 0,3 – 0,2 % massique permettant de stabiliser et de ralentir la transformation de phase $\gamma \rightarrow \alpha$ qui intervient entre 900 et 1025 °C. Cela permet d'obtenir des grains fins d'α-Al_2O_3 de 0,15 µm de diamètre moyen.

Cependant, la stabilité en température de la gamme N610^{TM} reste limitée. En effet, Schmücker et Mechnich [28] mettent en évidence la croissance granulaire de la fibre dans une matrice alumine à partir de 1300-1350 °C (Figure 3 a) par EBSD (« *Electron BackScatter Diffraction* »). En température, la silice va diffuser de la fibre vers la matrice d'alumine, déstabilisant la microstructure fine de l'alumine (Figure 3 b) [33]. La silice ne jouant plus son rôle d'inhibiteur de frittage, les grains fins d'alumine α-Al_2O_3 deviennent très réactifs et vont croître en température, conduisant à une microstructure sous la forme de grains allongés de plusieurs centaines de nanomètres à 1400 °C. Au-delà de 1300 °C, les fibres deviennent plus rigides et commencent à fritter avec la matrice, modifiant l'interface. Cela a pour effet de réduire drastiquement les propriétés mécaniques du CMC en température et/ou après traitement thermique.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés



(a) (b)

Figure 3 : (a) Microstructure de fibres Nextel^{TM} 610 dans une matrice alumine pure par EBSD ; Observation de la croissance granulaire en fonction du traitement thermique appliqué [28] ; (b) Image MEB du CMC N610^{TM}/Alumine après un traitement à 1400 °C/2h (en haut) avec la cartographie de la silice obtenue par microsonde de Castaing [33].

Cependant, les auteurs démontrent qu'il est possible d'améliorer la stabilité en température d'un CMC N610^{TM}/Al_2O_3 en ajoutant une faible proportion de silice dans la matrice (~ 1 %m [28]). En effet, la création d'un film mince de SiO_2 à la surface des grains de poudre matricielle, joue le rôle de barrière de diffusion entre la fibre et la matrice au niveau des joints de grains lors du frittage. Les auteurs montrent que la croissance granulaire des grains dans les fibres à 1400 °C est largement réduite avec une matrice alumine-silice plutôt qu'une matrice alumine pure. Ces résultats montrent qu'il est possible de stabiliser en température un CMC N610^{TM}/Al_2O_3 en homogénéisant la composition entre la fibre et la matrice, ce qui réduit la diffusion de silice de la fibre vers la matrice.

Les fibres Nextel^{TM} 720 sont quant à elles composées de 15 % massique de SiO_2 et 85 % massique d'alumine. La totalité de la silice se retrouve donc sous la forme de mullite ($3Al_2O_3.2SiO_2$) à l'issue du traitement thermique à 1127 °C [34]. La formation de cette phase permet d'améliorer la résistance mécanique en température, notamment le fluage, par rapport à la gamme N610 [35]. L'ajout important de silice entraîne cependant une diminution du module d'Young et de la contrainte à la rupture à température ambiante (Tableau 2).

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Tableau 2 : Propriétés des fibres de la famille Nextel™(gamme N610 et N720) [35], [36].

Propriétés	Nextel™ 610	Nextel™ 720
Composition chimique (% masse)	> 99 α-Al2O3 0,2 – 0,3 SiO2 [35] 0,4 – 0,7 Fe2O3 [35]	85 Al2O3 15 SiO2
Point de fusion (°C)	2000	1800
Température d'utilisation (°C)	1000	1150
Densité (g.cm^{-3})	3,9	3,4
Contrainte à la rupture (MPa)	2800	1940
Module d'Young (GPa)	373	260

2.2. Mécanismes d'endommagement

2.2.1. Introduction au concept d'interface faible

Les CMC ont été développés pour s'affranchir du caractère fragile d'une céramique tout en conservant leurs propriétés d'intérêt (Module d'Young et contrainte à la rupture élevés, résistance chimique, haute réfractivité, etc.). L'amélioration de la ténacité du matériau monolithe est possible grâce à l'intégration d'un renfort sous la forme de fibres longues tissées. Ce renfort va permettre la déviation de la fissure à l'interface Fibre/Matrice (F/M) ralentissant sa propagation et évitant la rupture catastrophique du matériau.

La Figure 4 illustre la propagation supposée d'une fissure dans un composite unidirectionnel (UD) selon le mode d'application de la contrainte. Dans le cas d'un chargement en traction (Figure 4 a), la fissure est déviée le long d'une fibre créant des délaminations avant de rompre directement la matrice et les fibres. Il s'agit du ***mode I*** de propagation de fissure qui se caractérise par la propagation d'une fissure unique dans la matrice brisant les fibres sur son passage avec peu de résistance [37]. En revanche, en ce qui concerne l'application d'une contrainte en flexion pour un composite unidirectionnel, plusieurs modes de propagation sont observables (Figure 4 b). Les essais de flexion révèlent un mécanisme d'endommagement par cisaillement du matériau initiant la microfissuration de la matrice aux abords de la fissure initiale (***mode II***). La microfissuration de la matrice permet de créer une zone de pseudo-plasticité dans le matériau. A la poursuite du chargement, ces microfissures se propagent le long des fibres (délamination) avant de localement briser les fibres en plusieurs points et rompre la matrice (***mode I***). La microfissuration de la matrice ne se fait pas seulement à proximité de la fissure initiale, mais aussi dans les zones où le cisaillement est le plus important.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

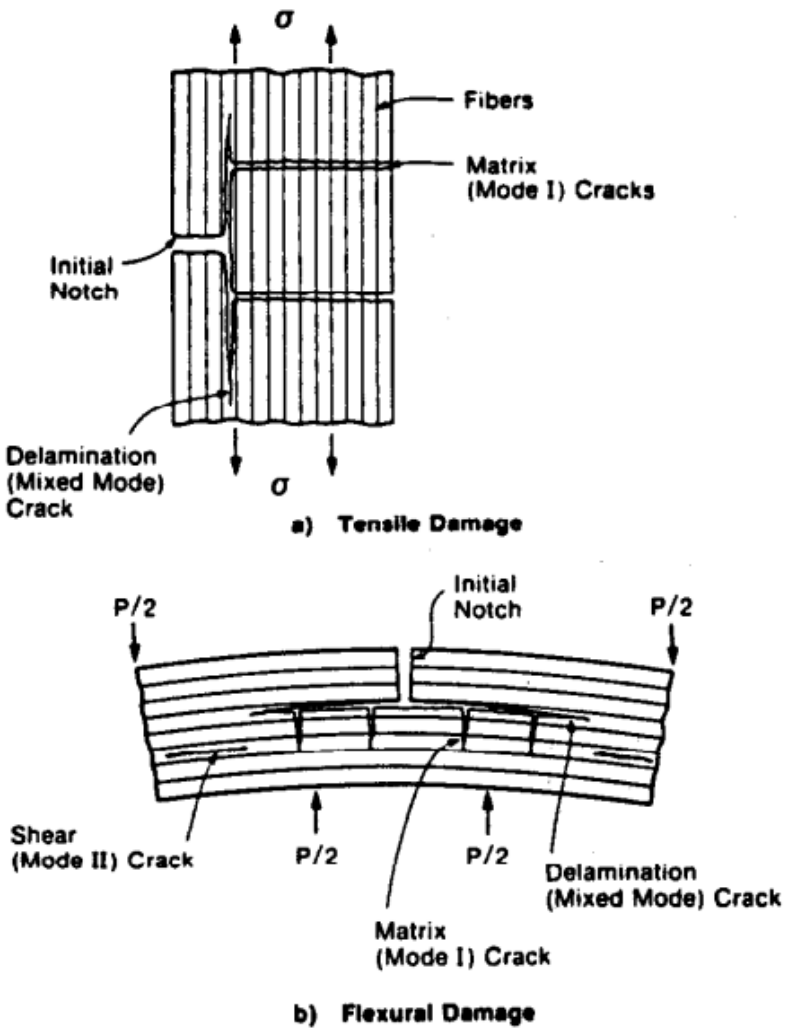


Figure 4 : Schéma illustrant les mécanismes de propagation des fissures dans un composite renforcé uniaxialement soumis à un chargement en (a) traction et (b) flexion [37].

Ces mécanismes ne sont possibles que si la décohésion entre la fibre et la matrice est possible afin d'obtenir un CMC tenace et tolérant à l'endommagement. Par conséquent, la liaison F/M doit rester faible ce qui est un prérequis bien établi pour les CMC. Elle permet la microfissuration de la matrice sur la section transversale du composite sans rompre les fibres [38]. Le modèle développé par *He et Hutchinson* établit un critère de propagation de fissure basé sur les énergies d'interface et les modules d'Young des deux matériaux en cas de déformation simple. Les auteurs prennent en compte la compétition entre la déviation et la pénétration de la fissure à l'interface, dans le cas où les deux matériaux adjacents sont élastiques et isotropes [39]. *Evans et al*. ont étendu ce concept au cas des matériaux composites permettant de définir un critère de décohésion fondé sur les modules d'élasticité des deux constituants ainsi que sur la ténacité de l'interface fibre/matrice (Γ_i,) et de la fibre (Γ_f) [37]. La Figure 5 illustre les conditions dans lesquelles la fissure se propage à travers ou le long des fibres.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

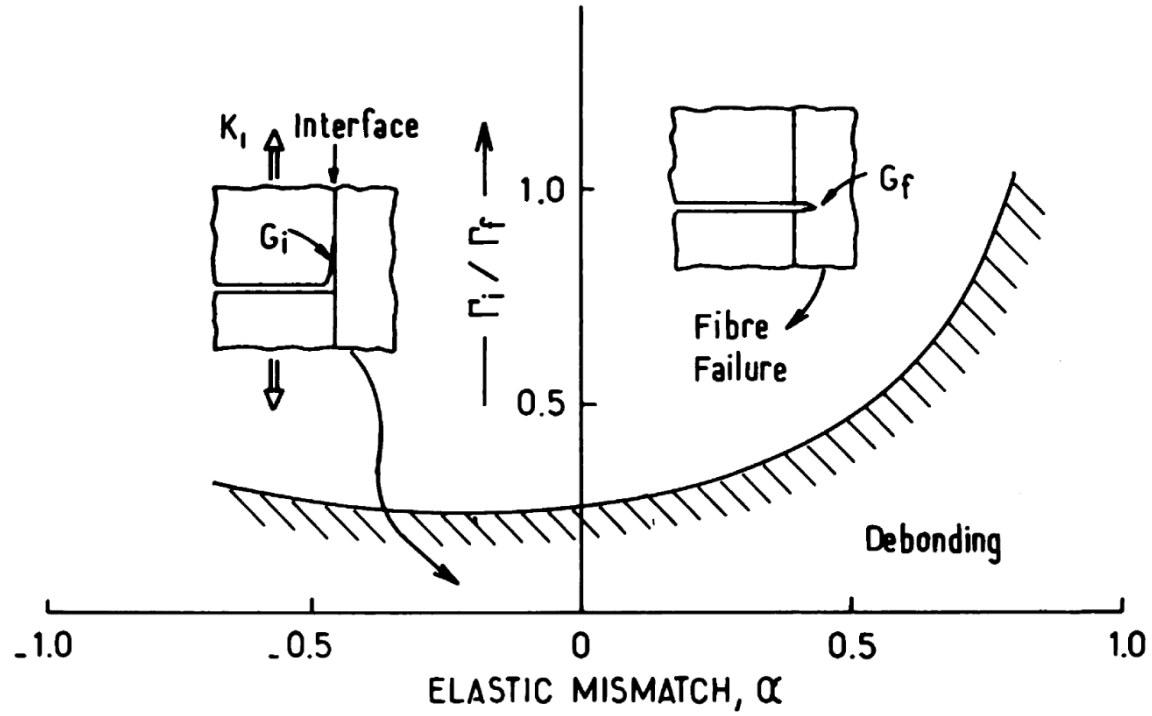


Figure 5 : Diagramme définissant le critère de décohésion selon les propriétés de deux matériaux (adapté de Naslain [35]). La différence élastique α est définie par $\alpha = (E'_2 - E'_1)/(E'_2 + E'_1)$ pour une fissure se propageant du matériaux 1 (la matrice) vers le matériau 2 (fibre) où E'_1 et E'_2 correspondent aux modules d'Young de déformation des 2 matériaux.

D'après ce modèle, il est nécessaire, quel que soit les modules élastiques des deux matériaux, que le ratio corresponde à $\Gamma_i/\Gamma_f \leq 1/4$, définissant ainsi le critère de déviation de fissure à l'interface d'une fibre. Dans les cas de matériaux céramique, les modèles conduisent à $\Gamma_i = 5$ J/m^2 comme limite haute de ténacité d'interface et un ordre de grandeur de $\Gamma_f = 20$ J/m^2, indiquant que l'énergie critique pour rompre l'interface est largement inférieure à celle de la fibre [40]. Cette observation est confirmée par des données expérimentales issues de mesures d'énergies d'interface [41]–[44].

C'est à partir de ce modèle que le concept d'interface faible s'est développé pour les matériaux CMC. Plusieurs méthodes permettant d'atteindre ce résultat seront présentées dans les sections suivantes.

2.2.1.A. Utilisation d'une matrice poreuse

Le concept utilisé principalement pour les CMC oxyde/oxyde consiste à concevoir une matrice poreuse associée à une interface fibre/matrice volontairement faible. Cette configuration favorise la dissipation de l'énergie de fissuration, caractéristique d'une matrice dite « faible ». Une telle interface permet la décohésion contrôlée de la fibre lors de la propagation d'une fissure. Ce mécanisme empêche la fissure de traverser directement les fibres,

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

en la contraignant à se propager le long de celles-ci, ce qui améliore significativement la ténacité du matériau [45].

Les travaux de *Lam et al.*[46] se concentrent sur l'adaptation du concept de *He et Hutchinson* (partie 2.2.1) pour les matériaux poreux. Ils établissent une relation linéaire entre le module d'élasticité et l'état de densification d'une alumine, c'est-à-dire le passage de la densité relative du cru ρ_0 à la densité après traitement thermique ρ. Pour cela, ils étudient l'évolution du module d'élasticité d'une alumine plus ou moins densifiée en faisant varier la température de frittage en utilisant une mesure ultrasonore mesurant la vitesse de propagation du son v dans un barreau. Il est possible d'obtenir le module d'élasticité à partir de l'équation suivante :

$$E = \rho v^2(1-2\mu)(1-\mu^2) \qquad \text{Équation 1}$$

où μ correspond au coefficient de Poisson (déterminé expérimentalement à 0,17) indépendant de la densité du matériau [47]. En traçant le module d'Young normalisé $\bar{E}$ (E_{max} = 400 GPa pour une alumine parfaitement dense) en fonction de $(\rho - \rho_0)/(1 - \rho_0)$, ils mettent en évidence la relation linéaire entre ces deux paramètres (Figure 6).

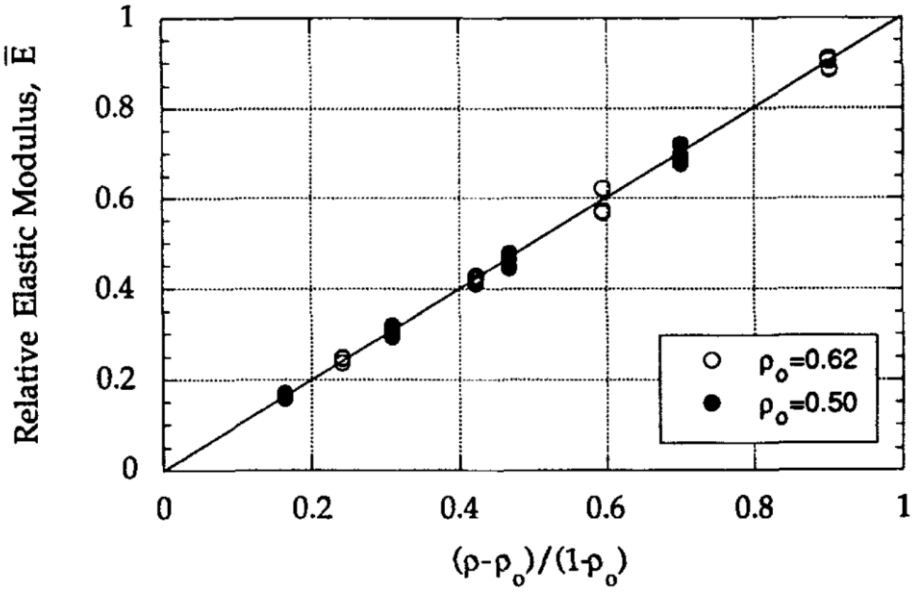


Figure 6 : Module élastique normalisé $\bar{E}$ en fonction de l'état de densification de deux alumines ayant des densités relatives de cru différentes [46].

A partir de ces résultats, les auteurs définissent le module d'élasticité normalisé par l'équation suivante :

$$\bar{E} = \frac{\rho - \rho_0}{1 - \rho_0} \qquad \text{Équation 2}$$

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Pour établir cette équation, il faut prendre en compte que le module normalisé du cru est nul. En effet, en considérant que la liaison entre les particules ne réside que par des forces de Van der Waals, $\bar{E}$ équivaut à 0 quand $\rho = \rho_0$. Une équation proposée par *Phani et al.* [48], permet de relier directement la porosité du matériau avec son module :

$$\bar{E} = \left(1 - \frac{P}{P_x}\right)^n \qquad \text{Équation 3}$$

où P correspond à la fraction volumique de porosité $(1 - \rho)$ et P_x la fraction de porosité pour laquelle $\bar{E} = 0$ et n étant un exposant permettant de faire correspondre les données expérimentales. A partir de plusieurs gammes de données expérimentales, il est possible d'approximer n égal à 1 et d'établir les résultats présentés sur la Figure 7 ci-dessous (à partir de 2 densités de cru ρ_0 différentes) :

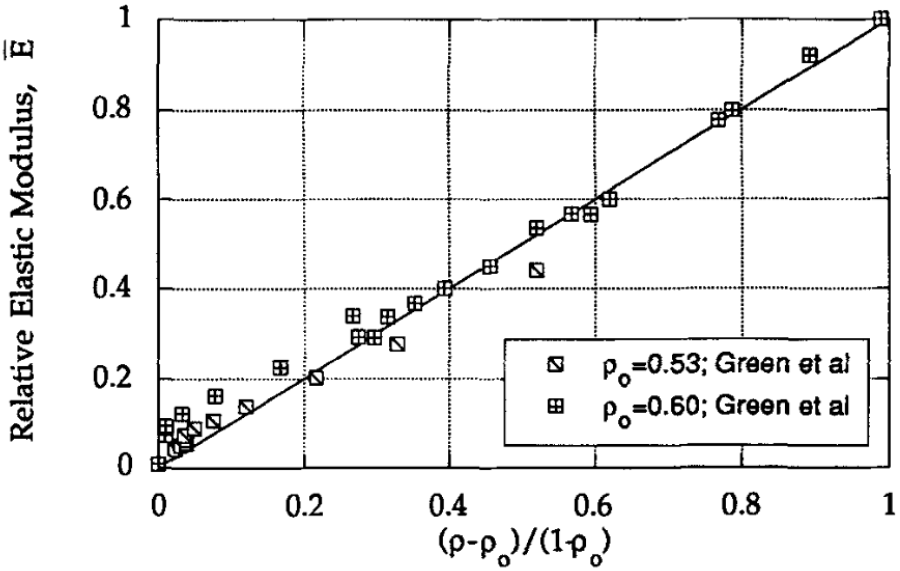


Figure 7 : Module élastique normalisé Ē calculé à partir de l'Équation 3 et des données expérimentales de *Green et al.* [46], [47].

A partir de ces résultats, il est donc possible d'estimer précisément le module d'élasticité d'une céramique en fonction de sa porosité (avant et après densification). Les auteurs établissent alors l'Équation 4 à partir des travaux de *Lam et al*. et de l'Équation 2.

$$E_0/E_m^0 = 1 - (p_m / p_0) \qquad \text{Équation 4}$$

où E_0 correspond au module d'Young de la matrice poreuse et E_m^0 celui de la matrice densifiée pour $\rho = 1$, p_m et p_0 font référence à la porosité de la matrice et à la porosité initiale de la matrice avant frittage (après infiltration par exemple) respectivement. Les auteurs estiment le rapport $p_m / p_0 = 0{,}9$ et par conséquent $E_m/E_m^0 = 0{,}1$.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Suite à ces travaux, il est possible d'estimer précisément le paramètre d'inéquation élastique défini dans la partie 2.2.1. En effet, en considérant que le module de la matrice dense est équivalent au module de la fibre ($E_f = E_m^0$) le paramètre d'inadéquation élastique devient équivalent à $\alpha = (E_f - E_m)/(E_f + E_m) \approx 0{,}8$. A partir de ces paramètres, il est possible d'estimer le domaine des CMC à matrice poreuse dans le diagramme de décohésion *d'Evans et Marshall* [37] (Figure 8). Cela met en évidence la capacité des O-CMC d'être tolérants à l'endommagement sans pour autant avoir recours à l'ajout d'une phase intermédiaire (interphase) au niveau des fibres, contrairement à la plupart des NO-CMC.

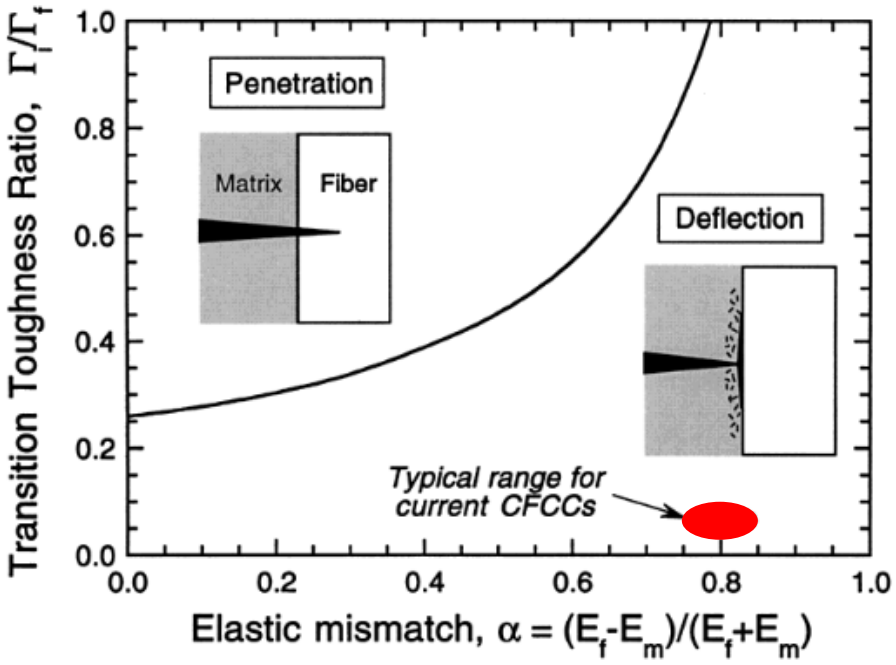


Figure 8 : Diagramme de décohésion F/M intégrant le domaine des CMC à matrice poreuse (rouge) [49].

C'est donc en tirant parti de ces travaux que le concept des O-CMC à matrice poreuse émerge dans les années 2000. En effet, F.W. Zok et C.G. Levi [49] font état du potentiel des O-CMC à être tolérants à l'endommagement en maîtrisant la déviation de fissure à l'interface à partir d'une matrice faible poreuse. La Figure 9 illustre les différences supposées des mécanismes d'endommagement entre un CMC conventionnel à matrice dense avec l'ajout d'une interface faible (a) et ce concept de tolérance à l'endommagement d'un CMC à matrice poreuse. Ce schéma met en évidence les 3 mécanismes majeurs entrant en jeu lorsque ce type de composite est sollicité. Contrairement à un CMC à matrice dense, la contrainte appliquée va se propager dans tout le matériau à travers de nombreuses microfissures matricielles (mode I). Puis à un certain niveau de contrainte, une fibre va localement se briser et donner lieu à une décohésion F/M (mode II). Enfin, ces phénomènes vont se propager dans le matériau en plusieurs points jusqu'à rompre le matériau (mode III).

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

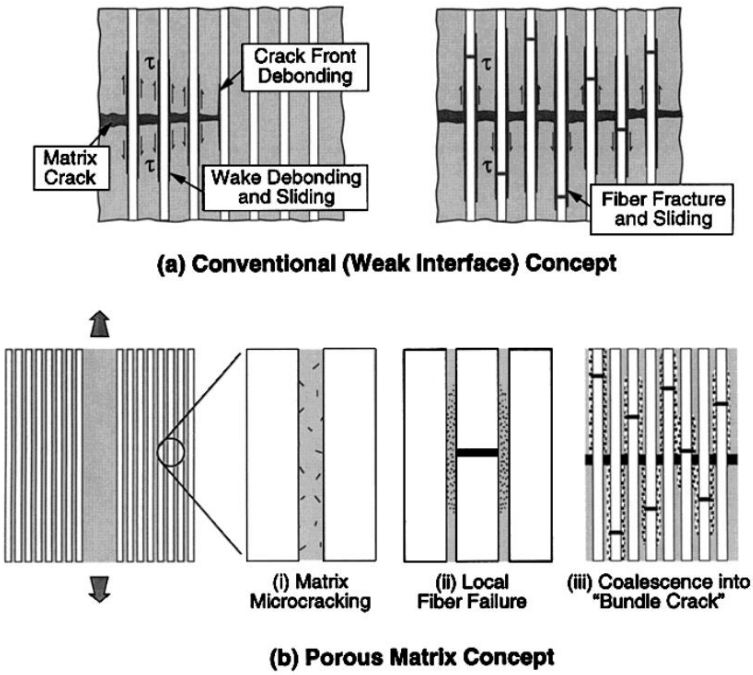


Figure 9 : Schéma illustrant le concept de tolérance à l'endommagement pour un CMC à matrice dense et à interfaces faibles (a) et pour un CMC à matrice poreuse sans revêtement sur les fibres (b) [49].

Ce concept permet donc d'obtenir des mécanismes de tolérance à l'endommagement sans nécessité d'ajouter une phase intermédiaire sous la forme d'un revêtement sur les fibres (interphase), grâce à la porosité de la matrice [49]. L'ajout de ce type de revêtement est en effet souvent coûteux, difficile à maîtriser et à mettre en place au niveau industriel. Il est possible d'utiliser deux types d'interphases qui sont détaillées dans les parties suivantes.

2.2.1.B. Introduction d'une interphase F/M

Un des moyens de maîtriser l'interface F/M consiste à appliquer un revêtement (« *Coating ») sur* les fibres permettant la déviation de la fissure à l'interface (Figure 15 b). Il s'agit du concept le plus utilisé dans le cas de CMC C/SiC ou SiC/SiC. Ce revêtement est souvent appliqué sous la forme d'une solution chargée en particules céramiques ou d'un polymère précéramique qui, après traitement thermique, fait office de barrière fusible mécanique. Cela est possible grâce au fait que cette barrière possède un module très différent de la fibre. Ce revêtement est aussi choisi pour sa capacité à ne pas réagir avec la fibre au frittage limitant ainsi un pontage de transmission de l'énergie de fissure et ralentit la propagation de la fissure.

Comme le montre la Figure 10, il en existe plusieurs types. La plus répandue pour les NO-CMC et notamment les SiC/SiC est l'interphase PyroCarbone (PyC). En effet, il s'agit d'une interphase anisotrope sous la forme de feuillets cristallins orientés parallèlement à la

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

fibre. Ces différentes couches cristallines permettent la déviation de fissure le long de la fibre (b). Il existe également un concept hybride multicouche, constitué d'une succession de couches de matériaux distincts, générant ainsi plusieurs interfaces faibles entre chaque couche (c). Ces différentes couches sont déposées successivement par dépôt/infiltration chimique en phase vapeur (CVD/CVI) permettant de maîtriser l'épaisseur de chaque couche de quelques centaines de nm de matériaux non oxydes. Le 4ème concept d'interphase consiste à ajouter une interphase poreuse entre la fibre et la matrice, permettant la dissipation de l'énergie de fissure aux abords des fibres (d) [44]. Il s'agit le plus souvent de matériaux oxydes déposés par enduction des fibres. Enfin, le concept régulièrement utilisé pour les O-CMC est l'interphase faible, jouant le rôle de fusible mécanique (a).

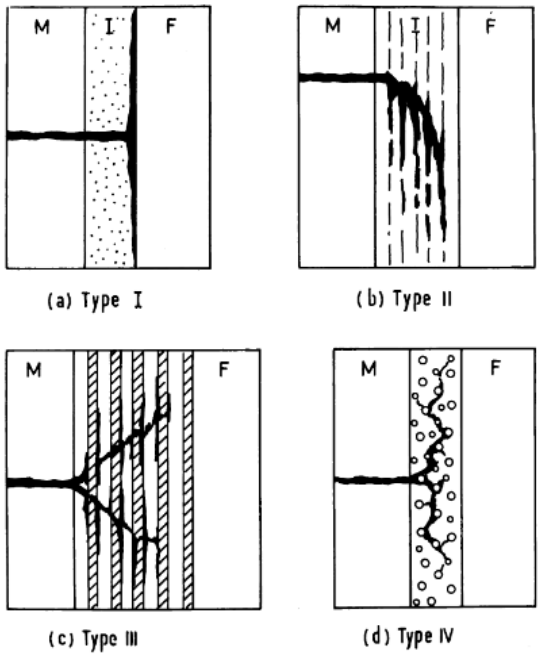


Figure 10 : Différents types d'interphases pour les CMC avec les différents mécanismes de déviation de fissure : interphase fibre/matrice faible (a) ; interphase sous la forme de feuillets cristallins (b) ; interphase multicouche (c) ; interphase poreuse (d) [38].

Le matériau d'interphase le plus régulièrement utilisé pour les O-CMC est la monazite ($LaPO_4$). Son intérêt principal réside dans sa stabilité thermique élevée et sa compatibilité chimique avec les oxydes réfractaires couramment utilisés comme l'alumine [Al_2O_3], la mullite [$3Al_2O_3$,$2SiO_2$] ou le YAG [$Y_3Al_2(AlO_4)_3$]. L'ajout de ce matériau en tant revêtement de quelques centaines de nanomètres en surface des fibres permet de créer une interface faible entre l'interphase et la fibre. De ce fait, cela améliore la décohésion F/M et la performance mécanique du composite [24], [50], [51]. Par ailleurs, comme montré sur la Figure 11, la monazite permet de maintenir cette interface faible même après traitement thermique. Le faciès

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

de rupture avec la présence de monazite met en évidence la décohésion F/M, résultat du phénomène de « pull-out » du composite après 5 h à 1200 °C.

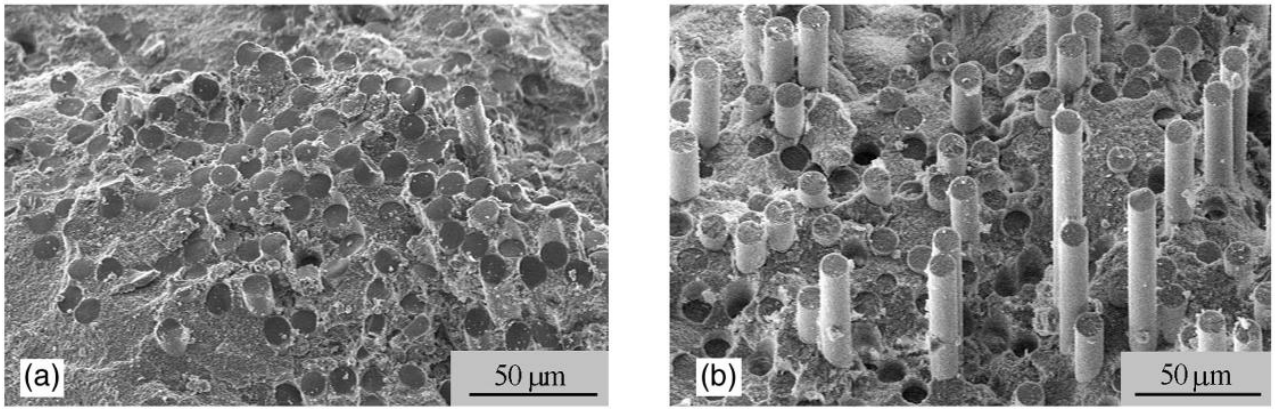


Figure 11 : Faciès de rupture d'un CMC alumine/alumine observés au MEB après 5 h à 1200 °C : (a) à gauche, sans revêtement et (b) à droite, avec un revêtement de monazite ($LaPO_4$) [51].

Les résultats obtenus par *Keller et al.* [51] mettent en évidence l'augmentation des propriétés mécaniques des O-CMC pour lesquels une interphase type monazite est utilisée par rapport à un composite identique mais sans revêtement. La Figure 12 montre qu'il n'y pas ou peu de modifications des propriétés mécaniques à température ambiante avec l'ajout de l'interphase. En revanche, les tests en température montrent de bien meilleures performances pour le CMC avec interphase en termes de contrainte de traction ; les tests en température à 1150 et 1200 °C indiquent que la résistance en traction du CMC avec revêtement est maintenue tandis que celui sans revêtement perd jusqu'à 40 % de ses propriétés mécaniques à 1200 °C.

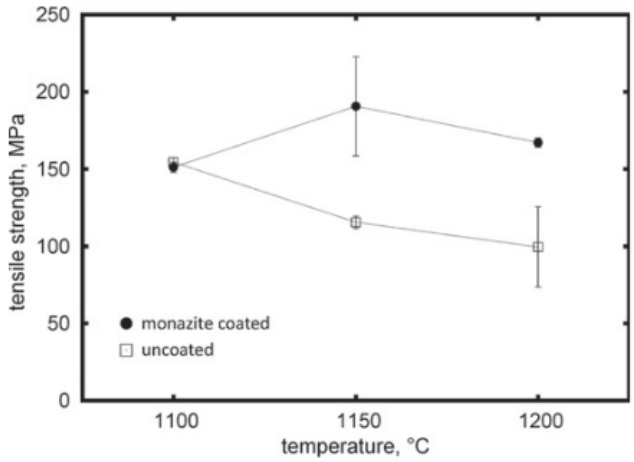


Figure 12 : Contraintes de traction en température d'un CMC N610^{TM}/$LaPO_4$/Alumine • et d'un CMC N610TM/Alumine sans revêtement □ [24].

L'introduction d'une interphase dans les composites à matrice céramique (CMC) constitue un élément clé pour améliorer leurs propriétés thermomécaniques et leur tolérance

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

aux chocs. En agissant comme une zone de décohésion maîtrisée entre la fibre et la matrice, l'interphase permet de dévier ou de stopper la propagation des fissures, contribuant ainsi à éviter la rupture fragile du composite. De plus, certaines interphases, comme les composés à structure monazite, offrent une bonne stabilité thermique et chimique, donnant la capacité à certains CMC de se confronter aux déformations à hautes températures. Cependant, l'utilisation d'une interphase comporte également des inconvénients. Elle peut représenter un point faible en termes de réactivité chimique inattendue avec la matrice ou la fibre, ou encore de difficulté de contrôle de son épaisseur et de son homogénéité lors de la mise en œuvre. L'intégration de cette interphase constitue une étape additionnelle dans la fabrication d'un CMC, entraînant une augmentation du coût final de la pièce. Le choix du matériau d'interphase doit donc résulter d'un compromis entre performance mécanique, stabilité thermique et compatibilité chimique, afin d'assurer la durabilité du CMC dans son environnement d'utilisation.

2.2.1.C. Utilisation d'une interphase fugitive

L'utilisation d'une interphase fugitive dans les composites à matrice céramique (CMC) constitue une approche innovante pour contrôler l'interaction entre la fibre de renfort et la matrice durant le procédé d'élaboration. Contrairement aux interphases permanentes, l'interphase fugitive est conçue pour disparaître (par décomposition thermique, réaction ou évaporation) lors du traitement thermique ou de l'utilisation du matériau, laissant derrière elle une interface sans résidus ou modifiée de manière contrôlée. Cette stratégie permet notamment de faciliter l'infiltration de la matrice, d'éviter la formation de zones de contraintes résiduelles ou encore de limiter les réactions chimiques indésirables pendant la fabrication [52]. Elle peut aussi permettre de façonner des interfaces spécifiques ou de créer une porosité contrôlée au sein du composite. L'utilisation d'une interphase fugitive peut aussi être envisagé pour limiter la propagation de fissure dans le matériau.

En effet, le but est de créer un espace (ou un gap) entre la fibre et la matrice permettant d'éviter la propagation directe de la fissure à travers la fibre. En localisant la porosité au niveau des fibres, la fissure va être déviée le long de celle-ci et sa propagation va être ralentie. Grâce à cela, le transfert de la charge lors de la propagation d'une fissure ne se fait qu'au travers de la matrice et la fissure est stoppée aux abords de la fibre (Figure 13).

Ce gap est généralement créé par un revêtement de carbone, déposé par CVD ou obtenu par pyrolyse d'un polymère précurseur [27], qui se volatilise après le traitement thermique à haute température (> 1000 °C) du composite. Il faut cependant, vérifier qu'il n'y ait pas la création d'une interface matrice/fibre lors de l'étape du traitement thermique.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

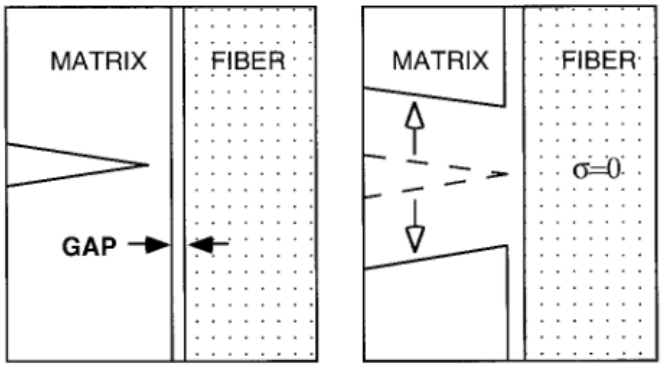


Figure 13 : Illustration du concept de transfert de charge dans un composite à l'interface fibre/matrice pour lequel un revêtement fugitif a été appliqué créant un gap entre les constituants [52].

Weaver et al.[53] mettent en évidence le mécanisme de décohésion F/M apporté par le revêtement fugitif dans un composite N720^{TM}/mullite. Une première étape consiste à enduire un tissu de fibres N720^{TM} pour ensuite le pyrolyser en température sous atmosphère neutre créant un revêtement de C de quelques centaines de nanomètres. La seconde étape correspond à l'infiltration du tissu par la barbotine et ensuite passer à l'étape de frittage sous air. Ce traitement thermique permet la densification de la matrice mais aussi l'élimination par oxydation de la couche de carbone déposée au niveau des fibres. A l'issue du traitement thermique, le CMC densifié est obtenu avec un gap laissé entre les fibres et la matrice dû au départ du carbone lors du traitement. Une interface faible est créée. Les auteurs comparent les résultats obtenus entre un CMC sans revêtement et un CMC élaboré avec un revêtement, carbone et/ou monazite. La Figure 14 illustre l'amélioration de la ténacité apportée par l'interface fugitive. Les faciès de rupture observés confirment que le gap créé à l'interface F/M permet d'améliorer le phénomène de « pull-out » et de décohésion entre la fibre et la matrice.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

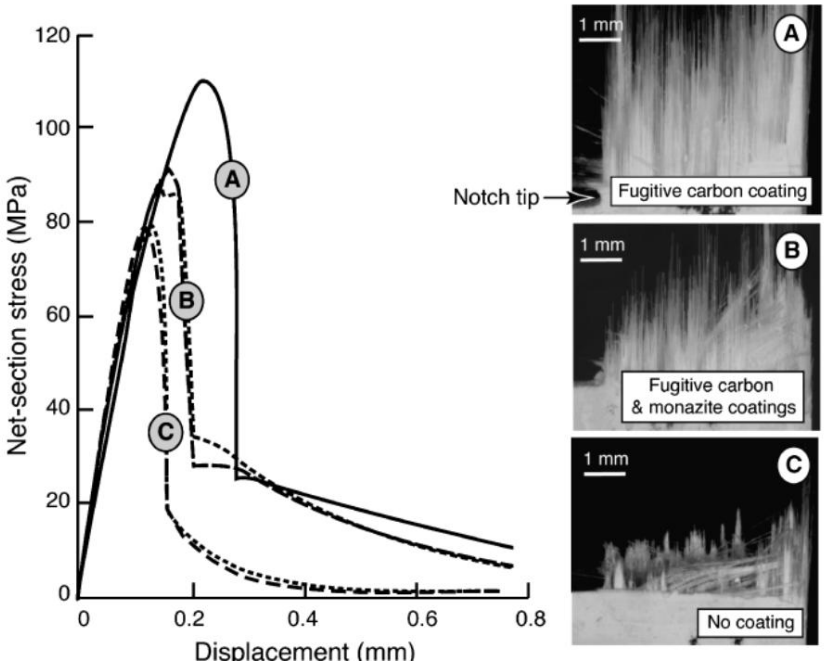


Figure 14 : Traction sur éprouvettes entaillées de CMC avec différents types de revêtements et faciès de rupture correspondants : (A) interphase fugitive type C ; (B) interphase fugitive type C + revêtement $LaPO_4$; (C) naturel sans revêtement [53].

Toutefois, cette technique présente également des défis, notamment le contrôle précis de la dégradation de l'interphase, le risque de fragilisation de l'interface après la disparition de la couche intermédiaire, ainsi que la nécessité de maîtriser les résidus générés. Le développement de matériaux et procédés adaptés reste donc essentiel pour exploiter pleinement les avantages des interphases fugitives dans les CMC.

2.2.2. Conclusions sur les mécanismes d'endommagement des O-CMC

En résumé, le comportement mécanique des composites à matrice céramique repose sur des mécanismes complexes de déviation de fissure à l'échelle de l'interface fibre/matrice, tels que détaillés précédemment. Les travaux de référence, notamment celui de *Zok et al*. [27], identifient les trois grands concepts structurants permettant d'atteindre une véritable tolérance à l'endommagement dans les CMC à base oxydes (O-CMC) (Figure 15) [27]. Ces approches, qu'elles reposent sur la nature chimique, la microstructure ou l'architecture de l'interface, illustrent la diversité des solutions techniques disponibles pour contrôler la propagation des fissures (Tableau 3).

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

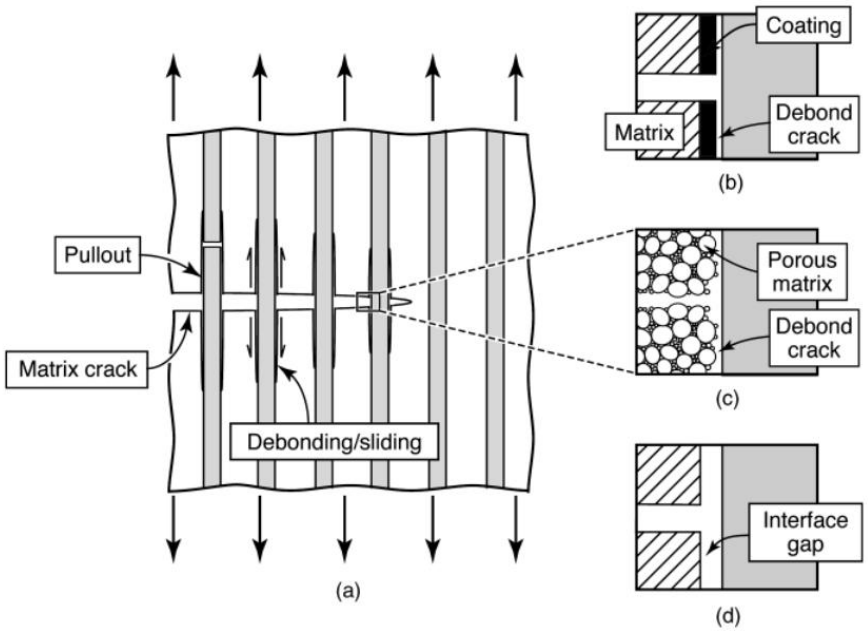


Figure 15 : Différents concepts autorisant la déviation de fissure à l'interface F/M pour les CMC à fibres longues [27].

Tableau 3 : Tableau récapitulatif des concepts d'interface pour les CMC

Type d'interface/ interphase	Matériau ou traitement utilisé	Caractéristique principale	Mécanisme de tolérance à l'endommagement	Applications typiques	Références
(a) Interphase faible	BN, PyC, monazite	Interphase faisant office de fusible mécanique	Déviation de fissure, décohésion F/M	CMC non-oxydes (BN – PyC)) et O-CMC (monazite)	[41], [50], [51], [54], [55]
(b) Interface faible	Matrice poreuse	Structure à faible cohésion induite par une matrice faible	Dissipation d'énergie par microfissuration et déviation le long de la fibre	O-CMC	[7], [30], [39], [43], [56]
(c) interphase sacrificielle	Interphase fugitive type Carbone	Création d'un gap à l'interface	Micro-fracture contrôlée, pas de propagation directe de la fissure à travers la fibre	Composites fonctionnels à haute température	[14], [52], [53], [57]

Ainsi, l'interface ne doit pas être pensée comme une simple zone de transition, mais comme un paramètre central pour améliorer et maîtriser la ténacité du matériau. Cette pluralité de concepts et de technologies démontre qu'il existe un vaste éventail de stratégies pour

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

concevoir des CMC à comportement tolérant à l'endommagement, capables de répondre aux exigences les plus sévères des environnements aéronautiques, énergétiques ou spatiaux.

2.3. Voies d'élaboration des O-CMC

Il existe une grande variété de techniques de mise en œuvre pour les CMC. Au-delà des exigences techniques liées au contrôle de l'interface fibre/matrice, à la préservation des fibres et à l'homogénéité de la matrice, la production industrielle de ces matériaux doit également répondre à des contraintes économiques, de rendement et de simplicité de mise en œuvre. Dans ce contexte, il est donc pertinent de passer en revue les principales voies d'élaboration des O-CMC, afin de mieux comprendre les atouts et les limites spécifiques à chacune.

L'élaboration de ce type de composite se fait essentiellement par voie céramique. Deux méthodes peuvent se distinguer. La première consiste à imprégner un renfort fibreux 1D (tissu ou mèche) par la matrice pour ensuite être mise en forme afin d'obtenir le cru composite. La seconde nécessite la mise en forme d'une préforme fibreuse qui sera ensuite imprégnée par la matrice. Dans les deux cas, une étape de consolidation ou de densification en température est nécessaire afin d'obtenir le matériau composite final. Les parties suivantes traitent plus en détail des différentes voies d'élaboration d'imprégnation de renforts 1D (voies pré-imprégné, enroulement filamentaire…) et de mise en forme de préformes fibreuses (voies par injection).

2.3.1. Mise en œuvre par pré-imprégnés

Il s'agit de l'une des voies d'élaboration de CMC (et CMO) les plus utilisées puisqu'elle est relativement simple, peu coûteuse et qu'elle permet d'obtenir des pièces de forme plutôt complexe [6], [8], [11], [58]–[60]. Elle consiste en la réalisation d'un empilement sur moule de tissus imprégnés un à un par la matrice, sous forme d'une barbotine, jusqu'à obtenir l'épaisseur et la forme souhaitée (Figure 16). Une attention particulière est portée à la rhéologie de cette barbotine. En effet, l'ajustement de sa viscosité et de la taille des particules céramique doit être maîtrisé pour s'assurer de la bonne infiltration des plis mais aussi des torons de fibres. De plus, la suspension doit être stable dans le temps pour assurer l'homogénéité de l'imprégnation tout au long de la réalisation des plis.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

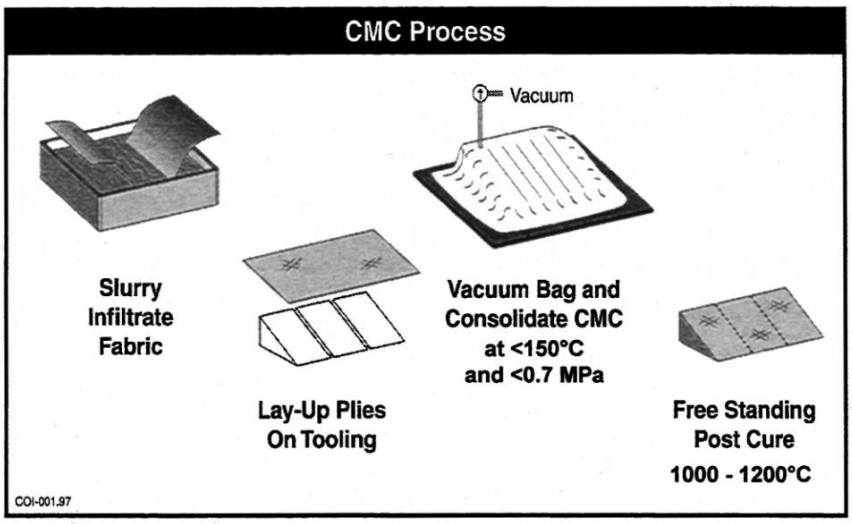


Figure 16 : Description schématique des étapes de mise en forme par la voie prépreg (hand lay-up) [60].

L'empilement des plis dans une architecture 2D repose sur une cohésion inter-pli suffisante lors de la mise en œuvre, communément appelée pégosité, qui assure le bon positionnement des plis avant les étapes de séchage et de cuisson. Cette adhérence temporaire est essentielle pour permettre la manipulation, le positionnement et la mise en forme du pré-imprégné sans induire de délamination entre les plis. Pour garantir cette cohésion, un additif organique est généralement incorporé au pré-imprégné. Des suspensions à base de paraffine ou dans lesquelles sont dissous des polymères tels que le polyvinylalcool (PVA), le glycérol ou encore les polyéthers (ex. : PEG, PEO) sont souvent utilisés. Ces polymères ou liants sont choisis pour leurs propriétés adhésives temporaires, leur solubilité dans l'eau ou les solvants organiques et leur comportement thermique contrôlé [61]–[63]. Ils permettent de maintenir les plis solidaires entre eux jusqu'à la consolidation thermique de la pièce.

Par ailleurs, la mise en œuvre doit impérativement être réalisée dans des conditions environnementales contrôlées – en particulier en termes de température et d'humidité— afin d'éviter toute variation de viscosité, contamination ou altération de l'adhésion entre les plis. Le respect de ces paramètres est crucial pour préserver l'intégrité dimensionnelle et mécanique du composite final.

L'ensemble du pré-imprégné (ou *prepreg*) est ensuite séché entre 100 et 150 °C (parfois à plusieurs reprises [6]) pour obtenir la pièce consolidée en cru (*green body*). Cependant, cette étape se fait le plus souvent sous bâche à vide permettant le compactage du cru et l'élimination des composants volatils formés. La pièce est ensuite traitée thermiquement afin d'éliminer progressivement le liant polymère et de densifier la matrice par frittage généralement au-delà de 1000 °C. Cependant, cette dernière étape peut provoquer des contraintes thermomécaniques internes importantes, générées par les écarts de dilatation thermique entre les constituants et par le retrait de la matrice au cours du cycle de cuisson. De ce fait, le traitement thermique des

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

CMC oxydes issus de la voie pré-imprégnés peut induire des fissurations de la matrice, voire des endommagements à l'échelle macroscopique.

2.3.2. Mise en œuvre par enroulement filamentaire

L'enroulement filamentaire est une technique de mise œuvre permettant d'obtenir des pièces de révolution creuse. Elle est notamment utilisée pour la réalisation de pièces oxyde-oxyde WHIPOX® développées en Allemagne au *DLR (Institute of Material Research*) et ensuite par la société WPX Faserkermik GmbH. La publication de *H. Schneider et B. Kanka* décrit le procédé de mise en œuvre comme peu coûteux pour la réalisation de pièces pour des chambres de combustion et liners de protection thermique en milieu oxydant [64]. La Figure 17 illustre les étapes de mise en œuvre par enroulement filamentaire. Une étape de désensimage de la fibre est notamment nécessaire pour la bonne imprégnation de la matrice autour et au sein des torons. Le filament imprégné est ensuite pré-séché et stabilisé avant d'être mis en forme par bobinage autour d'un mandrin.

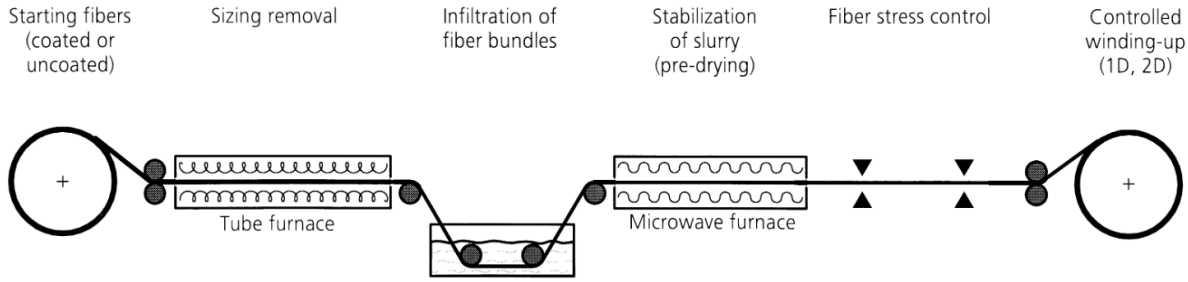
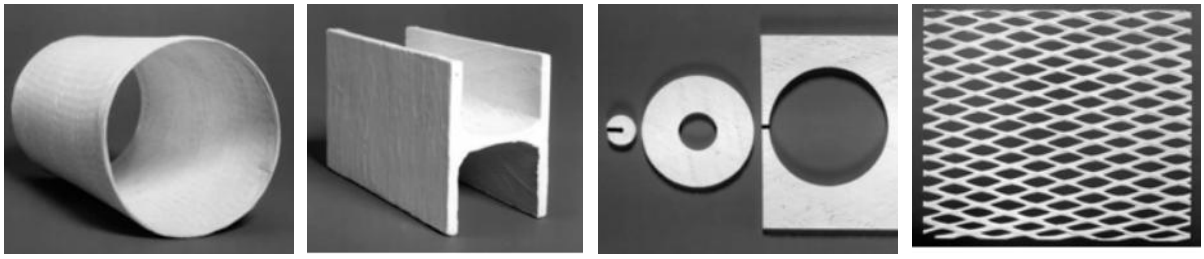


Figure 17 : Illustration schématique des étapes de fabrication d'un CMC oxyde/oxyde par enroulement filamentaire [64].

L'ajout de dispersant et de plastifiant dans la suspension céramique permet de maîtriser la bonne imprégnation des mèches et leur stabilisation au cours du pré-séchage. Le bobinage rend possible l'accès à différents motifs d'enroulement selon des directions 2D avec une grande précision. Le mandrin peut être de différentes géométries permettant de réaliser des pièces de forme (Figure 18). Les pièces de révolution peuvent également être découpées selon une génératrice et remises à plat pour obtenir des pièces planes.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés



Pièce de révolution	Pièce de forme avec jointure	Pièces après usinage	Grille

Figure 18 : Exemple de pièce de forme WHIPOX® mis en œuvre via le procédé d'enroulement filamentaire (source DLR) [45].

2.3.3. Mise en œuvre par injection (RTM, LRI, FIP)

L'infiltration de préforme fibreuse consiste à placer le renfort directement dans un moule à la forme et à l'épaisseur souhaitée. Avec cette technique, il est possible d'imprégner des plis de tissus 2D empilés mais aussi des préformes fibreuses 2,5 ou 3D. Les techniques RTM (*Resin Transfer Molding*) et LRI (*Liquid Resin Infusion*) sont utilisées lorsque la matrice est sous la forme d'une résine ou d'une suspension chargée en poudre céramique. Dans le cas du RTM, la résine est infiltrée sous pression dans un moule fermé tandis que dans le cas du LRI, l'infiltration est assistée par une bâche à vide. La préforme imprégnée est ensuite séchée. Afin d'atteindre une densité suffisante, il est souvent nécessaire d'avoir recours à plusieurs cycles d'infiltration – séchage de la préforme, impliquant des temps d'imprégnation relativement longs, jusqu'à plusieurs heures par cycle (Figure 19 A).

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

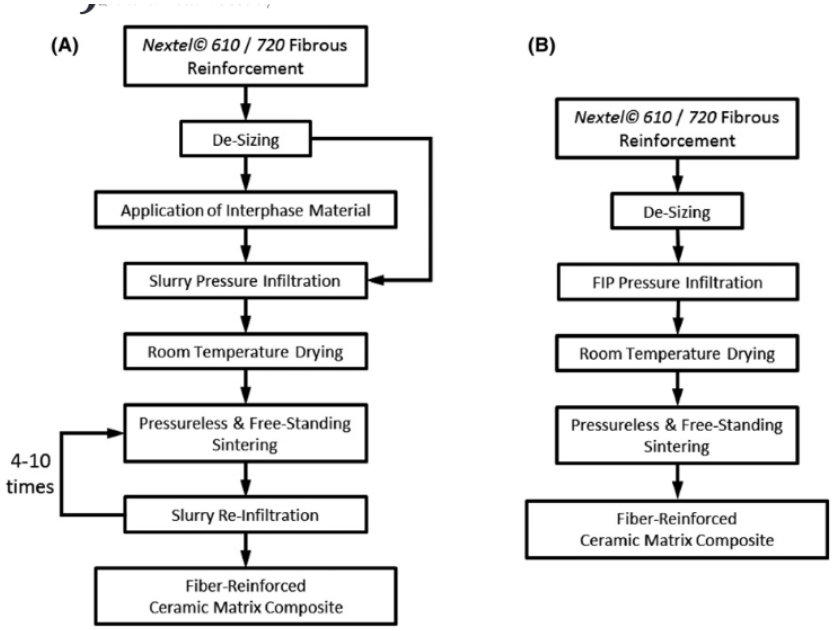


Figure 19 : Schéma décrivant les étapes du procédé RTM (A) et du procédé FIP (B) [19].

Les travaux de *Scola et al* portent sur une solution mixant ces deux derniers procédés, évitant ainsi les nombreux cycles successifs. Le procédé d'injection flexible FIP (*Flexible Injection Process* [19]) permet d'obtenir une pièce CMC suffisamment dense en une seule injection (Figure 19 B). A la place d'un moule rigide, cette méthode utilise une membrane flexible en surface de la préforme fibreuse (Figure 20 A). L'injection de la suspension céramique est ensuite réalisée sous pression entre la membrane et la préforme 3D (Figure 20 B). Une fois l'injection terminée, une forte pression est exercée sur l'ensemble de la membrane par l'introduction d'un liquide entre la partie supérieure du moule et la membrane (Figure 20 C). Cette pression, uniformément exercée sur la préforme, permet de l'infiltrer en profondeur. Un filtre dans la partie inférieure du moule permet d'évacuer l'excès de liquide, assurant l'imprégnation homogène de la préforme fibreuse.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

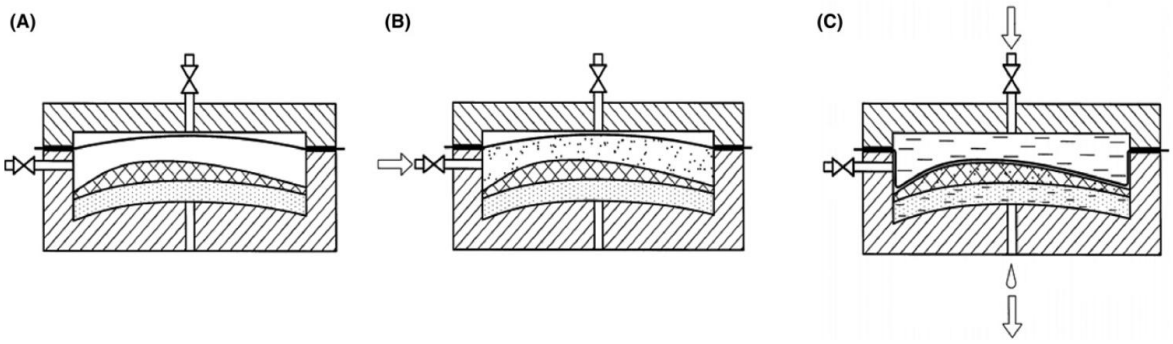


Figure 20 : Schéma des étapes du procédé d'injection FIP. Création d'une zone perméable dans le moule sous la forme d'une cavité entre la préforme fibreuse et la membrane flexible (A). Etape d'injection de la barbotine dans cette cavité (B). Introduction d'un liquide en partie haute : la barbotine pénètre dans la préforme (C) [19].

Cette méthode a montré que la qualité d'imprégnation était similaire au procédé RTM (avec plusieurs cycles d'infiltration) tout en étant plus rapide. La répartition de la porosité et les propriétés mécaniques des échantillons réalisés avec 40 %vol de fibres sont similaires pour les deux méthodes de mise en œuvre. Le comportement rhéologique de la suspension est néanmoins un paramètre qui doit être parfaitement maîtrisé pour assurer l'homogénéité de l'imprégnation. Chaque suspension doit être préparée en fonction de la préforme fibreuse à infiltrer (taille des particules de poudre, tension de surface des fibres et de la poudre, viscosité de la suspension), notamment lorsqu'il s'agit d'une structure 2D empilée ou d'une architecture plus complexe. Sur ce sujet, une partie des travaux *d'A. Saintonge* consistait à étudier l'impact de la taille des particules sur la bonne infiltration de préformes fibreuses en alumine 2,5/3D [65].

2.3.4. Conclusions sur les voies de mise en œuvre

Le choix du procédé de mise en œuvre d'un composite à matrice céramique (CMC) est guidé par un ensemble de critères ou de contraintes technico-économiques, incluant la complexité géométrique de la pièce, la nature chimique et thermique de la matrice et des fibres, le volume de production envisagé. Le Tableau 4 reprend les informations principales concernant les différentes voies de mise en œuvre des O-CMC. Parmi celles présentées, seule la voie par infiltration de préformes 2,5/3D donne accès à des géométries de pièces complexes pour des sollicitations dans plusieurs directions. Seulement, cette technique nécessite un savoir-faire difficile à acquérir et un coût de procédé très élevé.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Tableau 4 : Récapitulatif des voies de mise en œuvre des O-CMC

Procédé	Principe	Avantages	Inconvénients	Applications
Pré-imprégnés (Prepreg)	Utilisation de fibres tissées ou unidirectionnelles tissus ou mèches ; pré-imprégnés de solution ou gel céramique ; stratification (empilement 2D)	Bon contrôle de l'épaisseur et de l'orientation des couches Mise en forme relativement précise Adapté aux géométries simples à moyennement complexes	Coût de préparation des pré-imprégnés Multiples étapes de traitement thermique Faible rendement pour les géométries complexes	Aubes, carters, pièces thermostructurales planes ou légèrement courbées
Enroulement filamentaire	Dépôt automatisé de fibres continues imprégnées (ou non) sur un mandrin rotatif selon des angles contrôlés	Très bon contrôle de l'orientation des fibres Haute reproductibilité	Utilisé préférentiellement pour les pièces de révolution Déformation possible au démoulage	Tuyères, gaines thermiques, tubes en environnement haute température
Infiltration de préformes	Infiltration d'une préforme sèche en fibres oxydes par une solution céramique (sol-gel, barbotine)	Processus relativement flexible Adapté aux géométries complexes Compatible avec diverses solutions précurseurs	Retrait à la cuisson pouvant induire des défauts. Densification parfois incomplète (porosité résiduelle importante) Risques de fissuration lors de la pyrolyse Préformes 2,5D/3D onéreuses et complexes à développer	Composants isolants, inserts thermiques, protections contre l'oxydation Pièces de forme pour des sollicitations 2D et 3D

Les composites à matrice céramique de type oxyde-oxyde (O-CMC) présentent un fort potentiel pour les applications structurales en environnements sévères, notamment dans le domaine aéronautique, spatial et énergétique. Toutefois, leur mise en œuvre reste contrainte par des procédés de fabrication complexes et coûteux.

2.4. Limitation de l'utilisation des fibres longues

Les composites à fibres continues permettent d'obtenir une amélioration significative des propriétés mécaniques par rapport au monolithe céramique, notamment concernant la ténacité et l'élongation à rupture. Il existe un grand nombre d'architectures fibreuses pouvant

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

être imprégnées par une barbotine céramique. Cependant, en raison de l'orientation induite par le tissage des fibres, les propriétés mécaniques du composite présentent une forte anisotropie, ce qui les rend très sensibles à la direction de sollicitation (Figure 21) [2], [8]. C'est pour cela que des développements dans le domaine du tissage de fibres ont rendu possible la création de préformes fibreuses 2,5/3D complexes, réduisant ainsi l'effet de l'orientation de tissage sur les propriétés du composite. En revanche, l'imprégnation de ce type d'architecture demeure plus difficile à maîtriser. L'infiltration homogène d'un volume 3D complexe nécessite un travail supplémentaire en amont pour s'affranchir de la présence de macropores résiduels [66], [67].

Le tissage complexe de ce type de préforme ne facilite pas l'imprégnation au sein même des torons. La création de ces défauts microstructuraux est néfaste pour l'intégrité du matériau composite, d'autant plus lorsqu'il sera soumis à des sollicitations mécaniques [68].

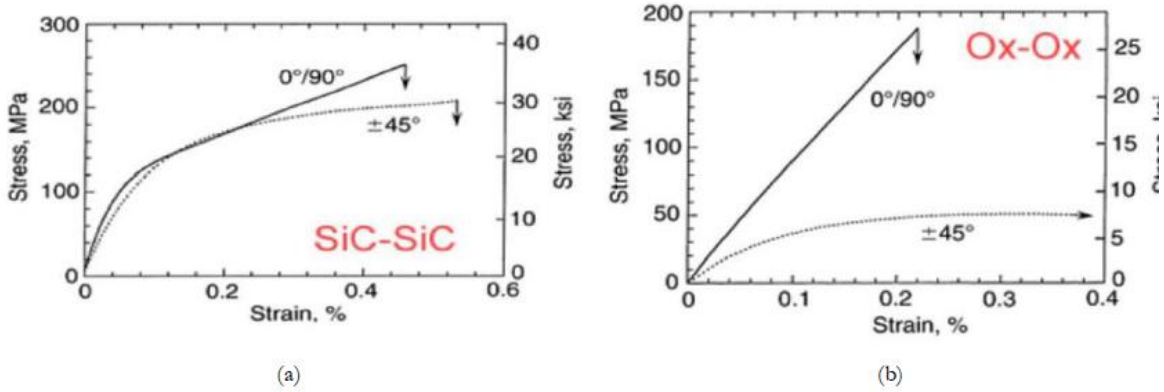


Figure 21 : Comparaison de l'anisotropie sur le comportement en traction d'un CMC SiC/SiC (a) et d'un CMC oxyde/oxyde (b) [69].

L'utilisation de CMC à fibres longues pour réaliser des pièces de géométrie complexe et pour des applications nécessitant une résistance à la rupture de 100 MPa dans des coûts raisonnables de fabrication reste limitée. Face à ces limitations, la communauté scientifique et les industriels s'intéressent à des voies alternatives. L'objectif serait de concevoir des matériaux ayant des propriétés intermédiaires entre les céramiques monolithiques et les composites à fibres longues, capables d'offrir un compromis entre performance, coût et simplicité de mise en œuvre. Ces matériaux innovants visent à s'affranchir partiellement des contraintes liées aux procédés conventionnels tout en conservant une partie des avantages thermomécaniques conférés par le renforcement fibreux.

C'est dans ce cas que la réalisation de pièces CMC à fibres courtes (ou discontinues) peut s'avérer être un bon compromis entre le CMC à fibres longues et le monolithe céramique [1]. En effet, l'orientation aléatoire des fibres courtes dans la matrice permettrait d'obtenir des propriétés mécaniques isotropes. De plus, cela rendrait possible l'élaboration de

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

pièces CMC de géométries plus variées jusqu'à l'échelle de la longueur des fibres. De ce point de vue, l'utilisation de fibres courtes pour ce type d'applications présente un fort potentiel.

3. CMC à fibres courtes (FC-CMC)

L'intégration des CMC à fibres longues demeure restreinte pour la réalisation de composants à géométries complexes. Cette limitation concerne les applications requérant une résistance à la rupture de l'ordre de 100 MPa à des températures excédant 700 °C, tout en maintenant des procédés de fabrication compatibles avec des contraintes économiques et industrielles. L'utilisation de CMC à fibres courtes représente un certain potentiel dans le cas d'applications spécifiques, mais ils restent peu étudiés dans la littérature. Il demeure alors important de comprendre les mécanismes d'endommagement et de s'intéresser aux différentes méthodes de mise en œuvre pour ce type de matériau.

3.1. Mécanismes d'endommagement des composites à fibres courtes

L'utilisation de fibres courtes est déjà bien étudiée dans le cas des Composites à Matrice Organiques (CMO) [1], [70]. Les CMO sont particulièrement utilisés dans le domaine aéronautique, aérospatial et automobile car ils ont constitué une rupture technologique pour l'allègement des appareils de vols au cours des dernières décennies. En effet, l'ajout de fibres de verre ou de carbone (continues ou discontinues) dans une matrice polymère thermoplastique renforce la rigidité du matériau et améliore sa résistance à la rupture et à la fatigue [71], [72]. Dans la littérature, un CMO à fibres courtes est considéré comme tel lorsque la longueur des fibres discontinues est inférieure au millimètre.

L'intérêt principal des CMO à fibres courtes réside dans la capacité à fabriquer des pièces composites par des méthodes de fabrication conventionnelles, par injection ou par extrusion par exemple. Ces procédés sont beaucoup plus simples et moins coûteux que ceux employés pour les CMO à fibres continues (RTM, enroulement filamentaire, autoclave, etc.). L'impression 3D est aussi une méthode de mise en œuvre de FC-CMO particulièrement étudiée depuis les années 2010 [73]–[75].

Les mécanismes de transferts de charge dans les FC-CMO ont été étudié par *Sato et al.*[76]. A partir d'image MEB des faciès de rupture, les auteurs font état d'un mécanisme d'endommagement en 5 étapes (Figure 22). (1) Lorsque le FC-CMO est mis sous contrainte mécanique, les premiers dommages apparaissent dans la matrice au niveau des extrémités des fibres. Ce sont en effet des zones de concentration de contrainte lors de chargement, considérées comme initiatrices de fissures. (2) Ensuite, la microfissuration de la matrice s'accentue et tend à se propager dans la matrice et le long des fibres. Si la ténacité de l'interface est supérieure à

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

celle de la matrice, la fissure se propagera uniquement à travers la matrice, menant à la ruine du matériau. (3) La troisième étape fait apparaître la déformation plastique de la matrice. En effet, la microfissuration localisée de la matrice créée une zone plastique aux extrémités des fibres. (4) La fissure initiée par ces zones de déformations plastique se propage lentement à travers la matrice (plus ductile) et le long des fibres. Les fibres aux abords de ces zones subissent une décohésion et elles sont « arrachées » de la matrice, traduisant le phénomène de « pull-out ». (5) Une fois que la fissure a atteint une taille limite critique, elle se propage brusquement à travers le composite, menant à la rupture du matériau.

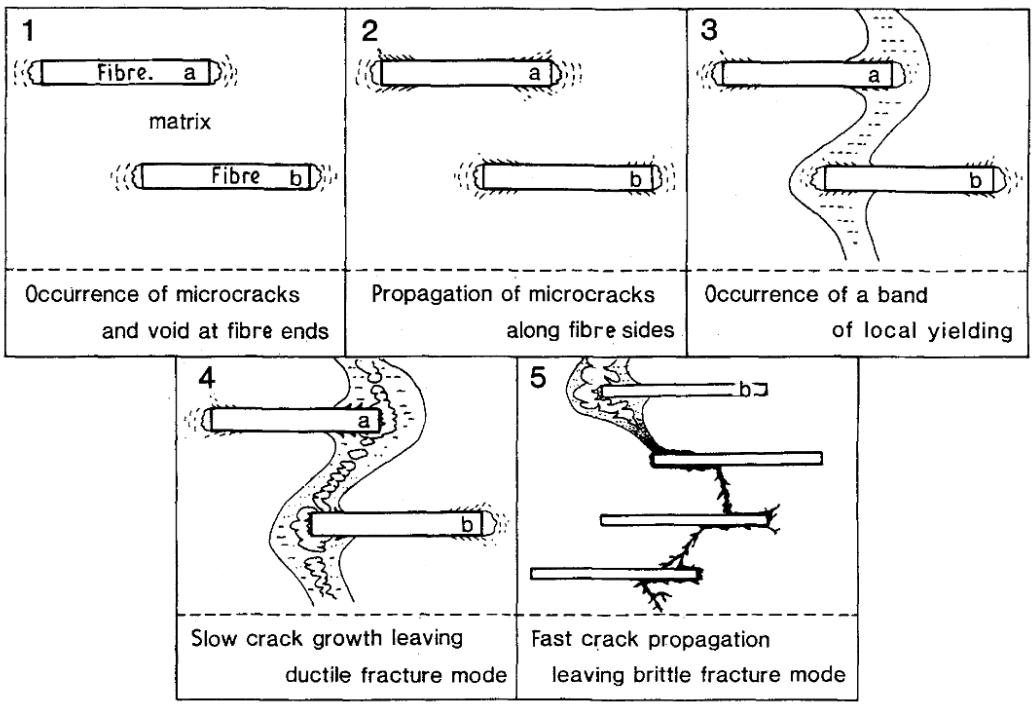


Figure 22 : Modèle d'endommagement d'un CMO à fibres courtes de verre dispersées aléatoirement dans une matrice polymère thermoplastique [76].

L'efficacité du mécanisme de déviation de fissure est variable selon plusieurs paramètres du matériau à fibres courtes. Dans le cas des CMO, l'interface F/M permet la déviation de fissure car le module élastique de la fibre E_f est largement supérieur à celui de la matrice E_m, créant intrinsèquement une interface faible. Par exemple, *Fu et al.*[77] montrent que le renforcement d'une matrice polymère (en polypropylène) renforcée par des fibres de carbone (E = 238 GPa) permet d'obtenir de meilleures propriétés qu'avec des fibres de verre (E = 78 GPa).

Dans le cas des composites à fibres courtes, le volume de fibres, leur longueur, leur orientation et le type de fibre/matrice (ensimage) influencent leurs propriétés physiques. La publication de *Jiang et al.* [75] propose un état de l'art de l'influence de chacun de ces paramètres. Parmi ceux mentionnés, la longueur des fibres apparaît comme un paramètre

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

particulièrement important pour la dissipation de l'énergie de fissure. En effet, il est nécessaire que la longueur de la fibre possède une taille minimale permettant le transfert de cette énergie le long de la fibre [78]. En considérant une interface idéale entre la fibre et la matrice et un chargement linéaire de la contrainte de l'extrémité de la fibre vers son centre/milieu, la longueur critique l_c peut être définie comme la longueur minimale permettant de prendre en charge sa contrainte maximale σ_F^u à son point central, comme illustré sur la Figure 23.

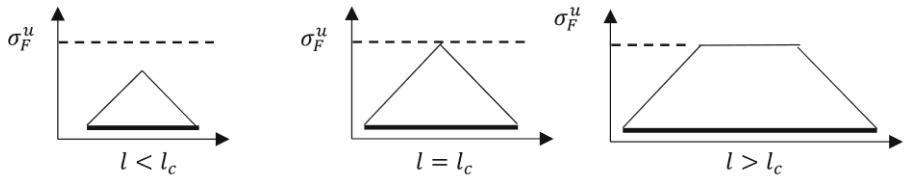


Figure 23 : Chargement de la contrainte sur la longueur d'une fibre selon sa longueur l par rapport à la longueur critique l_c [75].

Lorsque la longueur de la fibre est plus faible que la longueur critique ($l < l_c$), les fibres ne supporte par la charge jusqu'à atteindre la contrainte maximale σ_F^u. Les fibres subissent alors une décohésion de la matrice. Ce phénomène ne permet pas la dissipation optimale de l'énergie de fissure. L'utilisation de fibres trop courtes ne permet pas d'obtenir un coefficient de renforcement mécanique élevé. A volume V_f équivalent, des fibres plus courtes génèrent une proportion plus élevée de sites initiateurs de fissures (aux extrémités des fibres). En revanche, lorsque $l > l_c$ (fibres supercritiques), les fibres se chargent jusqu'à atteindre leur contrainte maximale σ_F^u. Ces fibres se cassent en deux fibres plus courtes pouvant à leur tour être chargées. Si ces fragments sont plus longs que l_c, ils supportent à nouveau une contrainte maximale avant de rompre en deux nouveaux fragments et ainsi de suite jusqu'à ce que ces fragments atteignent la condition $l < l_c$. Ces petits fragments subiront la décohésion de la matrice contribuant au phénomène de « pull-out ». Tous ces mécanismes contribuent significativement à l'amélioration de la tenue mécanique du CMO [70].

Par ailleurs, en considérant que l'interface est identique tout du long de la longueur des fibres, il est possible de calculer la longueur critique l_c à partir du modèle de cisaillement (shear-lag model) [75] :

$$l_c = \frac{\sigma_F^u D}{2\tau} \qquad \textbf{Équation 5}$$

où D correspond au diamètre des fibres et τ à la résistance au cisaillement interfacial entre les fibres et la matrice. Le cisaillement interfacial peut être obtenu par différents tests micromécaniques, notamment des essais de fragmentation ou de micro-indentation dits de « push-out » [77], [79].

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Cependant, il existe de fortes incertitudes concernant la mesure du cisaillement interfacial F/M par ces différents micro-tests rendant la détermination de la longueur critique imprécise. D'autres chercheurs proposent de définir la longueur critique d'une fibre à partir de l'observation du faciès de rupture du composite. Par exemple, ils proposent de calculer le ratio du nombre de fibres extraites de la matrice ε_f^{p-o} (« pull-out ») par rapport au nombre total de fibres observées ε_f. Ce ratio doit ensuite correspondre au facteur l/l_c donnant l'équation suivante (où l correspond à la longueur moyenne des fibres courtes introduites) :

$$\frac{\varepsilon_f^{p-o}}{\varepsilon_f} = \frac{l}{l_c} \qquad \text{Équation 6}$$

Enfin, *Fu et al*. [77] proposent quant à eux d'estimer la longueur critique d'une fibre dans un FC-CMC à partir de la plus grande longueur de fibre ayant subi une décohésion de la matrice ($l_{p-o_{max}}$) au niveau du faciès de rupture. En effet, en s'appropriant les mécanismes d'endommagement décrits plus haut (*Sato et al.*[76]), il est possible d'approximer que la longueur critique d'une fibre correspond à $l_c = 2 \times l_{p-o_{max}}$.

Aussi, les FC-CMO étant le plus souvent obtenus par extrusion ou injection, il est difficile d'obtenir une longueur critique bien définie car ces procédés, par la rupture sous cisaillement des fibres, réduisent la longueur des fibres introduites dans la matrice thermoplastique lors de la mise en forme.

Pour les composites à matrice céramique à fibres courtes (FC-CMC), l'utilisation de ces concepts et de ces modèles reste limitée. En considérant une contrainte à la rupture de 3300 MPa et un diamètre moyen de 12 µm pour les fibres d'alumine N610^{TM}[80] et un cisaillement interfacial N610^{TM}/matrice oxyde compris entre 2 et 12 MPa [56], la longueur critique est estimée entre 1,7 et 10 mm à partir de l'Équation 5.

Des publications concernant des FC-CMC non oxydes ne montrent pas de différences de propriétés mécaniques en faisant varier la longueur des fibres entre 10 et 40 mm [81] ou entre 6 et 24 mm [82]. D'après ces calculs, la longueur critique pour les CMC demeure 10 à 20 fois supérieure à celle estimée pour les CMO, remettant davantage en question la pertinence de ces modèles pour ce type de CMC.

D'autres travaux montrent qu'il est essentiel de prendre en compte les paramètres micromécaniques et le type d'interface. Lors de ses travaux de thèse, *Navarre G.* [83], a tenté d'établir un modèle pour déterminer la longueur moyenne d'extraction $\overline{L_p}$ des fibres(équivalente à la longueur critique) en prenant en compte le module de Weibull m de la fibre, son rayon a ainsi que sa résistance moyenne $\overline{\sigma_f}$(qui tient compte de m). Dans le cas d'une interface de transfert de charge à cisaillement τ constant et avec $m > 1{,}5$, il est possible d'établir l'équation suivante :

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

$$\overline{L_p} = \frac{1}{2}\left[\frac{a\overline{\sigma_f}L^{1/m}}{\tau(m+1)}\right]^{m/(m+1)} \quad \text{Équation 7}$$

où L correspond à la longueur de jauge. D'après ce modèle, la longueur d'extraction est d'autant plus grande que le module de Weibull des fibres est petit et que le cisaillement à l'interface est faible. Le mode de fissuration de la matrice est aussi un paramètre qui va jouer sur le longueur d'extraction : la fissuration multiple tend à diminuer $\overline{L_p}$ [84]. Par ailleurs, les travaux de *Navarre* montrent que les tendances obtenues par ces modèles se confirment par des mesures expérimentales sur un composite 2D SiC/SiC. Il obtient, à partir d'observations MEB de la surface de faciès de rupture, la distribution des longueurs de décohésion des fibres au niveau des faciès de rupture. Il compare les distributions et la longueur moyenne de décohésion de la fibre après des essais de flexion en température sous air. Les longueurs moyennes d'extraction $\overline{L_p}$ obtenues sont de 2,8 et 1,6 µm à 1000 et 1400 °C respectivement. La diminution de $\overline{L_p}$ avec la température semble logique car le module de Weibull de la fibre Nicalon diminue à partir de 1000 °C sous air. Le cisaillement à l'interface τ augmente avec la température avec l'adhérence de la matrice aux fibres au-delà de 1000 °C, diminuant $\overline{L_p}$. Enfin, l'auteur met en évidence la difficulté d'obtenir des mesures fiables et représentatives de la distribution des longueurs des fibres en décrivant les avantages et inconvénients de quatre méthodes de mesure de L_p.

Les propriétés d'un FC-CMC demeurent donc encore difficiles à comprendre car il existe un grand nombre de paramètres pouvant influencer leur comportement mécanique. Des modèles ont été développés pour les FC-CMO [75] mais ils restent limités dans le cas de matériaux céramiques. L'amélioration des propriétés thermomécaniques par l'ajout de fibres courtes céramiques dans un monolithe reste à démontrer. Le volume de fibres, leur orientation et particulièrement leur longueur sont des paramètres clef quant à la performance mécanique d'un FC-CMC. Tous ces paramètres doivent être pris en compte pour l'élaboration de ce type de composite. Par ailleurs, le procédé de fabrication va fortement influencer ces paramètres, ce qui nécessite de maîtriser et comprendre l'influence de chacune des étapes de mise en œuvre.

3.2. Voies de mise en œuvre et applications des FC-CMC

Les voies de mise en œuvre des FC-CMC s'inspirent régulièrement des procédés conventionnels de plasturgie et de céramique monolithique. *Krenkel et al.*[85] dressent un état de l'art des différents articles traitant des FC-CMC. L'emploi de fibres courtes permettrait d'améliorer la ténacité, la résistance à la fatigue et la contrainte à la rupture d'une céramique monolithique. Pour ce faire, bon nombre de chercheurs se sont penchés sur l'influence des

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

paramètres de mise en œuvre de ce type de composite pour optimiser ses propriétés (mécanique, thermique, électromagnétique…).

Dans le cas des FC-CMC non oxydes, l'utilisation la plus fréquente des fibres courtes concerne les composites C/SiC pour lesquels il est possible de créer des préformes C/C à fibres courtes assez simplement par moulage (pressage à chaud ou injection). Ces préformes sont ensuite densifiées par infiltration de silicium liquide (LSI) à plus de 1500 °C sous atmosphère neutre. Ce type de pièces est particulièrement employé pour les disques de freins C/C et C/C-SiC. En effet, ce type de matériau à fibres longues était déjà utilisé dans les secteurs aéronautique (civil et militaire) et automobile dans les années 1990, permettant de fonctionner à des températures allant jusqu'à 1000 °C tout en conservant une résistance aux chocs suffisante pour ce type d'application. L'utilisation de fibres courtes présente un avantage majeur pour la fabrication de ce type de pièces car elle permet d'atteindre des fractions volumiques en fibres jusqu'à 55 %, ce qui reste inenvisageable avec des fibres longues. Un tel taux élevé de renfort fibreux permet d'optimiser les performances, en particulier pour les pièces soumises à des sollicitations de frottement. En effet, la conductivité thermique du matériau est inversement proportionnelle à la teneur en fibres, ce qui permet de mieux contrôler l'échauffement en service (Figure 24) [86].

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

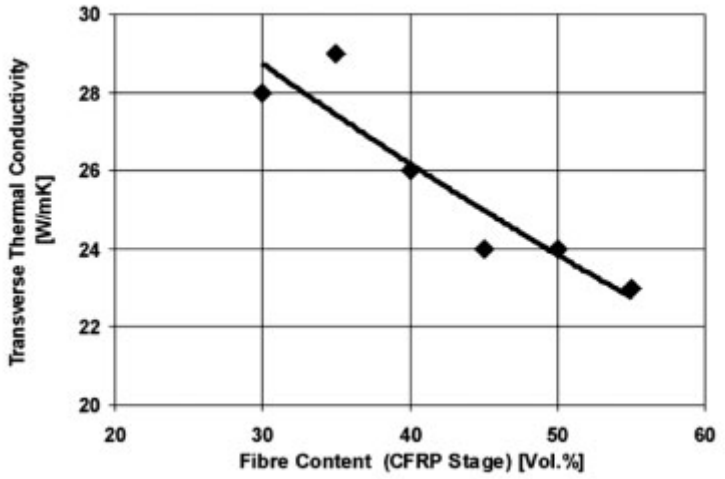


Figure 24 : Conductivité thermique transverse d'un CMC C/C-SiC à fibres courtes en fonction de la fraction volumique de fibres [86].

Zuber et al. [81] ont mis au point une technique de mise en œuvre de FC-CMC par moulage. L'utilisation de fibres courtes permet de produire des préformes C/C avec des formes complexes, ici pour produire des disques de freins ventilés (Figure 25). L'étude montre qu'il est possible d'obtenir une bonne distribution des fibres et de la matrice au sein du matériau. La porosité de la pièce C/C crue après pressage est parfaitement comblée par le procédé d'infiltration silicium liquide (LSI) ce qui permet d'obtenir des pièces C/C-SiC complexes et denses avec une porosité résiduelle inférieure à 5 %.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

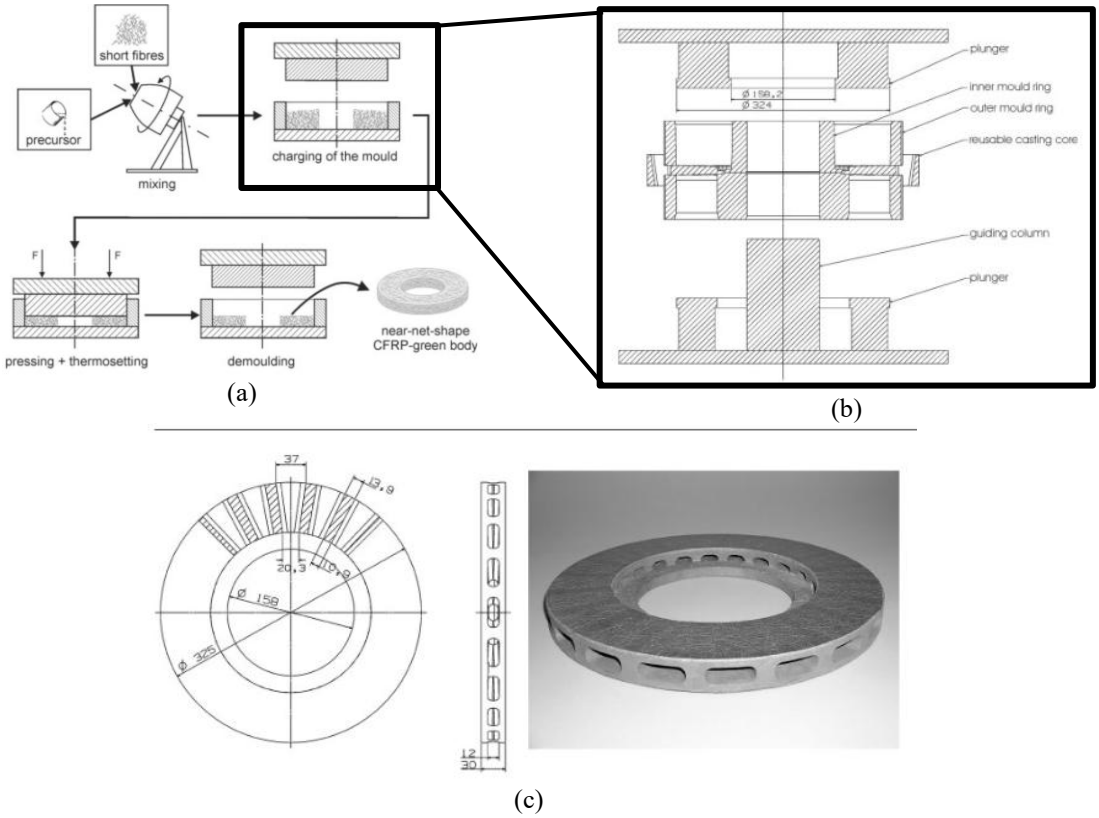


Figure 25 : (a) Procédé de mise en œuvre d'une préforme C/C par pressage ; (b) Moule en acier pour la mise en forme de disques de frein ventilés en C/C-SiC ; (c) Prototype d'un disque de frein en C/C-SiC sur la base d'une préforme FC-CMC C/C d'une seule pièce [81].

D'autres auteurs ont aussi montré qu'il était possible d'obtenir des pièces FC-CMC avec des géométries plus ou moins complexes par RTM [87] ou par injection [88]. Cependant, les contraintes appliquées aux fibres lors de la mise en œuvre étant élevées (forte pression appliquée, sortie de buse d'injection), la longueur des fibres est très rapidement réduite à quelques centaines de microns pour des fibres de longueur initiale de l'ordre du millimètre [89]. Il est donc difficile d'obtenir des propriétés mécaniques élevées du fait que la longueur moyenne des fibres présentes dans ce type de matériau soit plus faible que la longueur critique.

Hausherr et al.[90] ont mis au point un procédé de mise en œuvre par pressage à chaud permettant d'obtenir des préformes C/C avec des fibres de plusieurs millimètres de long. Les fibres de carbone sont mélangées avec une résine phénolique avant d'être introduites dans un moule de pressage. Le mélange est ensuite pressé à chaud à 200 °C puis pyrolysé à 900 °C. Après pyrolyse, les préformes à fibres courtes C/C sont densifiées par LSI à 1600 °C pour obtenir des plaques de C/C-SiC de dimensions 200 x 200 x 3 mm^3. La contrainte à la rupture obtenue pour une composition avec une répartition aléatoire des fibres est de 44 $\pm$ 9 MPa pour 67 $\pm$ 6 MPa pour une composition avec des fibres alignées.

Il existe cependant des publications démontrant une amélioration significative de la contrainte à la rupture et de la ténacité pour des FC-CMC non oxydes avec des fibres (ou

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

« Whiskers ») de 10 à 200 µm de long [91], [92]. La définition de la longueur critique pour les CMC non oxydes reste très difficile à établir et dépend très largement de l'interface F/M.

Dans le cas des FC-CMC oxydes, il existe un bon nombre de procédés de mise en œuvre. Les fibres courtes peuvent être directement intégrées aux procédés de fabrication de mousse isolante [93]. La faible conductivité thermique des fibres de verre et de silice permet de les employer comme renfort sans modifier les propriétés de la mousse seule. Dans la même idée, il est aussi possible d'intégrer des fibres courtes lors d'un procédé sol-gel type « gel-casting » pour intégrer le renfort lors de la création du cru céramique [94]. Seulement, la maîtrise de la porosité et l'homogénéité du matériau demeure difficile. Il est aussi possible de produire des FC-CMC oxyde/oxyde par injection ou extrusion pour obtenir des pièces de formes complexes [95], [96]. La rhéologie des mélanges liant/poudre/fibres courtes est particulièrement étudiée pour une utilisation en impression 3D [97], [98]. Contrairement aux FC-CMC non oxydes ont la densification des préformes repose sur le procédé LSI, les préformes à fibres courtes de type oxyde/oxyde peuvent être densifiées par des méthodes plus économiques, telles que l'infiltration de solutions colloïdales ou des procédés de type sol-gel [97].

Une autre méthode inspirée des CMO à fibres courtes est adaptée à la fabrication de FC-CMC oxyde-oxyde par *Winkelbauer et al.*[99] Les auteurs décrivent le moyen de mise en œuvre par projection automatisée de fibres, imprégnées en vol par une barbotine chargée en poudre céramique (Figure 27) [99]. Cette méthode permet d'obtenir des préformes avec une longueur de fibres maîtrisée allant de 7 à 28 mm de long et même jusqu'à 128 mm dans le cas d'une autre étude sur le même procédé [100]. Ils considèrent que l'ensemble des longueurs de fibres étudiées sont supérieures à la longueur critique. Cette longueur est estimée à 3,5 mm à partir de l'Équation 5 ($\sigma_F^u = 2800\ MPa$; $D = 12\ \mu m$; $\tau = 4{,}8\ MPa$). Aussi, l'orientation aléatoire des fibres dans le plan de projection a pu être vérifiée par analyse d'image sur un support transparent (Figure 26) [99]. Ce procédé permet donc d'obtenir un composite N610^{TM}/Al_2O_3-ZrO_2 à fibres courtes quasi-isotrope.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

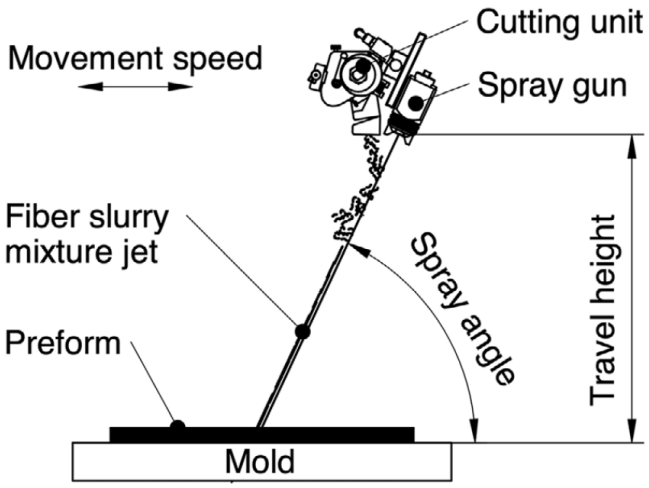


Figure 26 : Illustration du moyen de mise en œuvre de FC-CMC par projection [99].

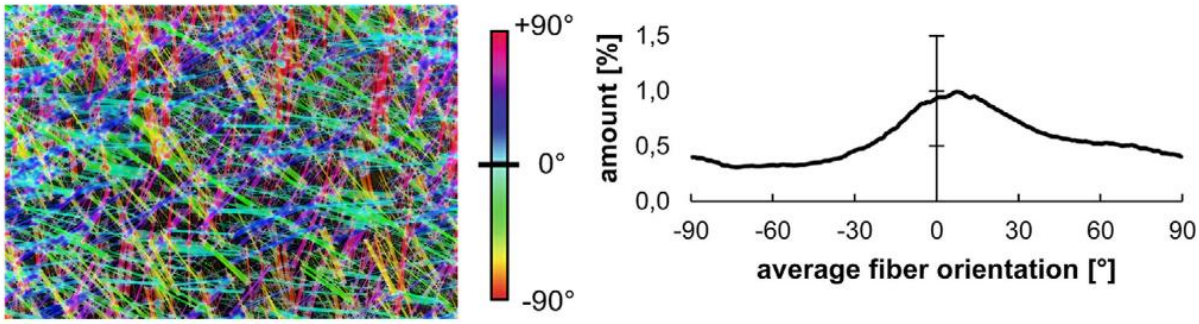


Figure 27 : Analyse de la distribution de l'orientation des fibres de 14 mm projetées sur un support transparent [99].

Afin de comprendre l'influence de la longueur des fibres sur les propriétés mécaniques de ce type de FC-CMC, les auteurs ont fabriqué des composites par la technique de « hand lay-up », qui consiste à aligner manuellement des fibres sur une couche selon une direction avant de les imprégner par la barbotine céramique puis de les sécher 1 h à 50 °C. Les couches pré-infiltrées sont ensuite empilées sur 8 niveaux selon la même direction à 0° ou selon des empilements + 45 °/-45 ° pour obtenir des plaques quasi-isotropes. Les FC-CMC unidirectionnels (0 °) ont pu être testés par flexion 3 points selon la longueur de fibres en les comparant avec la matrice seule et un CMC à fibres longues.

La Figure 28 montre le gain mécanique obtenu grâce à l'introduction de fibres courtes. L'augmentation de la longueur des fibres permet d'améliorer la contrainte et l'allongement à rupture des FC-CMC. L'apport significatif des fibres courtes est observé à partir de 14 mm permettant d'atteindre 100 ± 16 MPa de contrainte à la rupture et 0,2 % de déformation. Il est important de noter que la contrainte à la rupture de la matrice Al_2O_3-ZrO_2 est particulièrement faible, même dans le cas d'une céramique poreuse (54 ± 14 MPa).

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

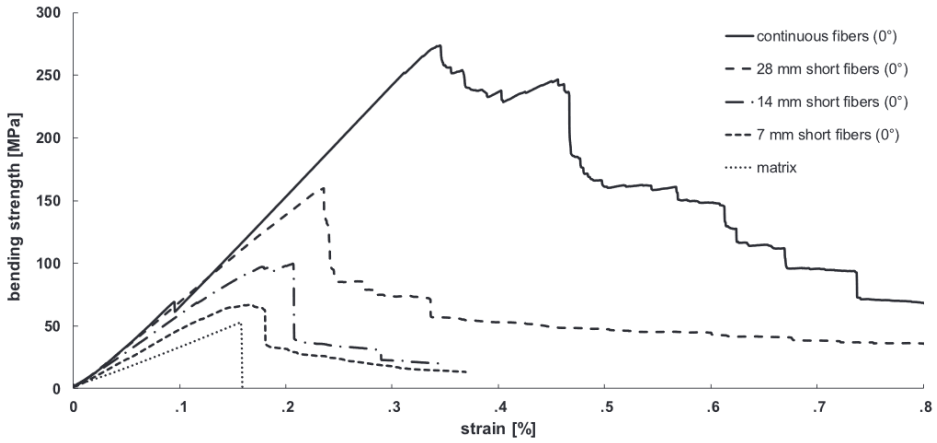


Figure 28 : Courbes de flexion 3 points de FC-CMC N610^{TM}/Al_2O_3-ZrO_2 obtenus par le procédé hand lay-up selon le longueur des fibres [99].

Par ailleurs, une seconde étude sur les paramètres du procédé de projection démontre que l'apport mécanique de fibres plus longues par rapport aux fibres de 14 mm n'est pas aussi significatif que pour les échantillons obtenus à partir du procédé « hand lay-up » [100]. En effet, l'augmentation de la contrainte à la rupture par rapport à un FC-CMC avec des fibres de 14 mm n'est que de 4, 11 et 22 % avec des fibres de 28, 56 et 112 mm respectivement. Les auteurs considèrent que la longueur de fibre de référence pour le procédé de projection est de 14 mm.

Enfin, les auteurs ont pu mettre en évidence sur la Figure 29 qu'il est possible d'atteindre des contraintes à la rupture supérieures pour un FC-CMC avec des fibres de 14 mm projetées aléatoirement par rapport à une CMC à fibres longues (ou continues) hors axe. Ces résultats soulignent le potentiel des FC-CMC oxyde/oxyde pour être utilisés comme pièces structurales soumises à des sollicitations mécaniques dans toutes les directions.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

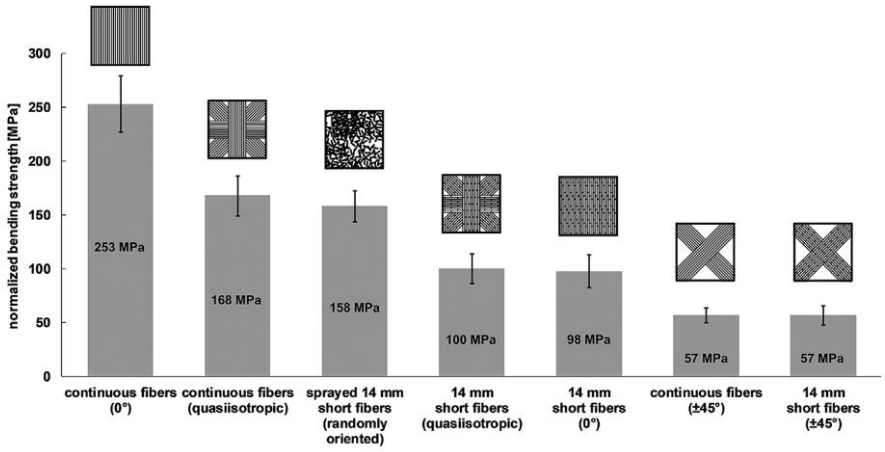


Figure 29 : Comparaison des contraintes à la rupture obtenues à partir de plusieurs procédés de mise en œuvre et selon plusieurs orientations et longueurs de fibres [99].

4. Conclusions de l'étude bibliographique

Les composites à fibres courtes en céramique (FC-CMC) représentent un moyen prometteur d'améliorer les performances mécaniques des matériaux céramiques monolithiques, notamment en termes de ténacité, de résistance à la fatigue et de résistance à la rupture. Cependant, une compréhension détaillée de leur comportement est encore incomplète, en grande partie à cause du manque de modèles précis et d'études systématiques incorporant les nombreux paramètres.

Parmi ces paramètres, ***la longueur des fibres est centrale***. Elle détermine la capacité des fibres à être chargées mécaniquement, à résister aux contraintes maximales et à contribuer efficacement à la dissipation de l'énergie par des mécanismes de décohésion interfaciale et d'arrachement. ***Le concept de longueur critique (l_c)*****,** défini théoriquement par des modèles micromécaniques, est un repère essentiel pour déterminer si les fibres sont capables de mobiliser pleinement leur résistance.

Cependant, ces modèles, bien qu'utiles pour les composites à matrice organique (FC-CMO), semblent moins adaptés ou validés pour les composites céramiques (FC-CMC). ***Des études montrent que la longueur critique des fibres dans les oxydes FC-CMC est souvent beaucoup plus élevée que dans les FC-CMO, ce qui pose un problème de fabrication majeur***. En effet, les procédés conventionnels tels que l'injection ou l'extrusion raccourcissent significativement la longueur des fibres initiales, réduisant leur longueur moyenne à des valeurs inférieures à l_c, et limitant ainsi les performances mécaniques globales du composite.

Pour surmonter cette difficulté, un certain nombre de techniques innovantes ont été développées, telles que le moulage de préformes à fibres courtes ou la projection automatisée de fibres imprégnées. Celles-ci permettent de contrôler la longueur et l'orientation des fibres,

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

ce qui donne des composites avec des fibres supercritiques et une orientation quasi-isotrope. Ces composites présentent des améliorations mécaniques significatives, avec des performances parfois supérieures à celles des composites à fibres longues (propriétés hors axe), grâce notamment à une meilleure homogénéité et à un plus grand volume de renfort fibreux.

Néanmoins, malgré ces avancées, ***peu de références expérimentales fiables et de modèles prédictifs existent actuellement pour les FC-CMC, en particulier pour les composites oxyde/oxyde***. La complexité des interfaces fibres/matrice, la diversité des méthodes de mise en œuvre et les interactions entre la microstructure, la porosité et la distribution des fibres compliquent la compréhension et la modélisation du comportement mécanique.

En conclusion, la littérature met en lumière un fort potentiel des FC-CMC, à condition de maîtriser la longueur critique des fibres et les paramètres de fabrication. Les fibres courtes offrent des propriétés mécaniques intermédiaires et une meilleure adaptabilité géométrique que les fibres longues. Cependant, pour généraliser leur utilisation et optimiser leurs performances, ***il est essentiel de développer des modèles spécifiques et d'élargir la base expérimentale,*** afin de mieux comprendre les phénomènes d'endommagement et d'optimiser les processus industriels.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Chapitre 2 - Matériels et Méthodes

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

1. Procédé d'élaboration

L'utilisation de fibres discontinues constitue un enjeu majeur sur le choix du procédé de mise en œuvre d'un matériau composite CMC. C'est dans le cas des Composites à Matrice organique (CMO) que des procédés de mise en forme de matériaux à base de fibres courtes ont pu être développés. Dans la majorité des cas, ces voies concernent l'injection ou l'extrusion [72], [75], [77], [101]. Seulement, ce type de procédé implique des cisaillements importants de la matière dans les écoulements (passage dans les vis d'extrusion, buse d'injection) qui réduisent généralement drastiquement la longueur de fibres. De ce fait, la longueur des fibres initiale de quelques millimètres peut être réduite à quelques centaines de microns [95]. Dans le cas des CMO, la réduction de la longueur des fibres n'est pas nécessairement préjudiciable pour le comportement mécanique puisque des effets d'orientation sont observés dans les matériaux finaux et la longueur critique d'une fibre de verre ou de carbone dans une matrice polymère (longueur nécessaire pour une transmission optimale d'une contrainte de la matrice à la fibre selon le modèle *de Kelly-Tyson*) est estimée à une centaine de microns [102](Chapitre 1 -3.1).

Cependant, dans les cas des CMC, plusieurs références indiquent que cette longueur critique pour une fibre oxyde dans une matrice oxyde se situerait entre 1,7 et 10 mm [56], [75]. Aussi, ces types de procédé restent difficilement transposables pour l'élaboration de FC-CMC en préservant une longueur de la fibre voisine du millimètre. D'autres auteurs ont par ailleurs montré qu'il était possible d'élaborer des pièces CMC Oxyde/Oxyde à fibres courtes par un procédé de projection. En effet, ces études ont montré qu'il est possible de projeter des fibres de 7 à 20 mm d'une longueur, imprégnées en vol pour une barbotine [103]. Cependant, ce type de procédé par projection conduit à une orientation des fibres dans le plan et des propriétés anisotropes. Enfin, des étapes de consolidation intermédiaires sont nécessaires pour la mise en forme de pièce de plusieurs millimètres d'épaisseur.

Ce constat mène donc au développement et la mise en place d'un procédé par voie liquide compatible avec la préservation de la longueur millimétrique des fibres et de l'obtention d'une pièce de forme sans orientation préférentielle des fibres. Les travaux de cette recherche se sont donc orientés vers un procédé de moulage par pressage pour l'élaboration du FC-CMC oxyde/oxyde.

1.1. Préparation des mélanges

L'élaboration des FC-CMC est réalisée par voie humide, permettant de mettre en œuvre un cru composite à partir de fibres courtes, de poudre céramique et d'un liant. Cette partie traite donc de la présentation de la matière première, poudre et fibres, de la méthode de mise en œuvre

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

du CMC et des méthodes de caractérisation utilisées tout au long de l'élaboration jusqu'à la mise en forme du cru.

1.1.1. Matières premières

1.1.1.A. Composante fibreuse

Les fibres sélectionnées pour cette étude sont des fibres courtes fournies par la société 3M^{TM} de la gamme Nextel 610^{TM}. Ce sont des fibres d'alumine cristalline de phase $\alpha - Al_2O_3$ présentées avec une pureté supérieure à 99 %. Le diffractogramme de la Figure 30 confirme la présence unique de la phase $\alpha - Al_2O_3$ rhomboédrique et le haut degré de cristallinité des fibres.

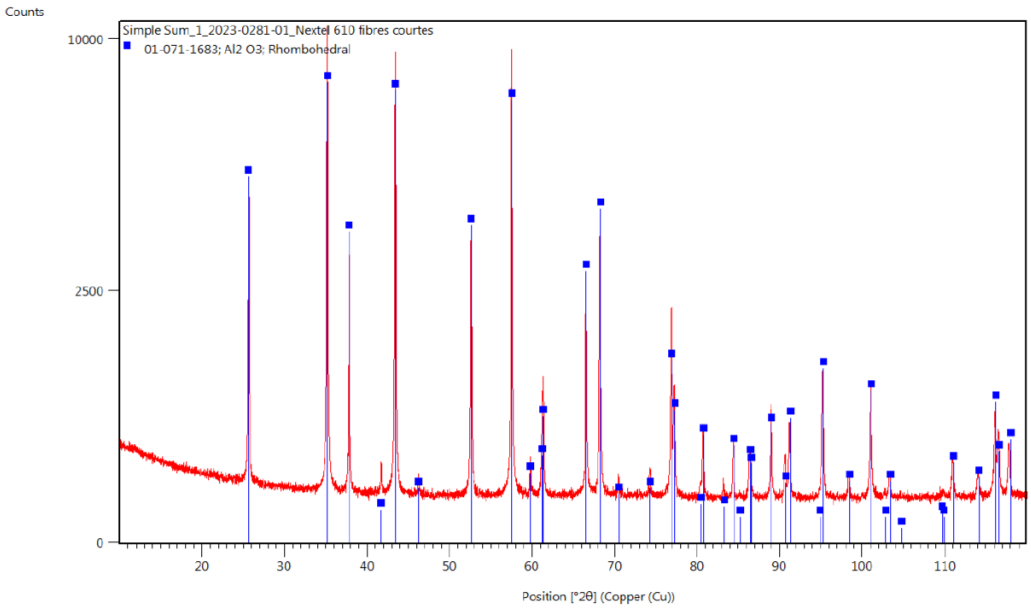


Figure 30 : Diffractogramme des fibres d'alumine N610^{TM}

Deux lots de fibres ont été analysés : le lot n°1 concerne les fibres telles que reçues avec la présence d'un ensimage. Le lot n°2 a subi quant à lui un traitement thermique de désensimage sous air à 600 °C pendant 1 h. Les résultats des analyses chimiques des deux lots sont donnés dans le Tableau 5.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Tableau 5 : Analyses chimiques des fibres N610^{TM} avec et sans ensimage

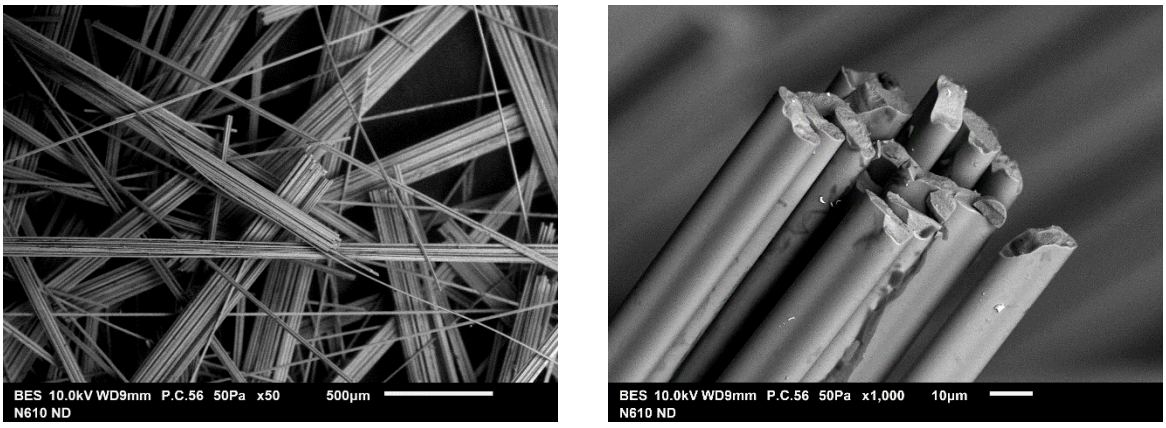
Elément	Lot n°1 (ppm)			Lot n°2 (ppm)			Type d'analyse
C	6690	±	300	52	±	5	Analyseurs Spécifiques
N	590	±	25	< 580			
H	1711	±	171	< 30			
Na	55	±	6	96	±	10	ICP-OES
Mg	24	±	2	21	±	2	
Si	1460	±	240	2280	±	228	
Fe	4360	±	436	4350	±	435	
P	2,5	±	1	2,2	±	1	GDMS
S	3,1	±	1	3,4	±	1	
K	2,3	±	1	1,2	±	1	
Ca	15	±	3	16	±	2	
Pureté	98,5 %			99,3 %			Bilan de la totalité des impuretés détectées

La présence de carbone était attendue pour le premier lot de fibres puisqu'elle résulte de l'ensimage, de nature organique. Seulement 52 ± 5 ppm de carbone sont détectés sur le lot n°2, ce qui confirme l'élimination quasi-totale des éléments organiques après le traitement thermique sous air. De la même manière, la présence d'hydrogène dans le lot n°1 peut s'expliquer certainement par l'adsorption en surface des fibres de molécules organiques pendant le stockage et le transport des fibres puisqu'ils ne sont plus présents dans le lot n°2. La détection de l'ordre 0,1 à 0,4 %m de silicium (Si) et de fer (Fe) confirment les données bibliographiques [33], [104]. En effet, comme cité dans la partie 2.1 du Chapitre 1, de la silice et de l'oxyde de fer sont ajoutés lors de la fabrication des fibres N610^{TM} pour garantir la taille nanométrique des grains d'alumine. Cependant, l'augmentation du taux de l'élément Si après le traitement thermique n'est pas expliquée. En tenant compte de l'ensemble des impuretés détectées lors des analyses, les fibres désensimées possèdent une pureté de 99,3 %, conforme à ce qui est annoncé par le fournisseur. La plus faible pureté des fibres ensimées de 98,5 % s'explique par la présence de l'ensimage organique.

Les fibres sont découpées avant d'être expédiées. Il n'y a pas d'indications concernant la manière utilisée pour la découpe, mais l'état de fibres suggère qu'elles sont sectionnées en

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

sortie de filière sur mèches de fibres (Figure 31). La surface accidentée des faciès de rupture témoigne de la mauvaise qualité de découpe des fibres.

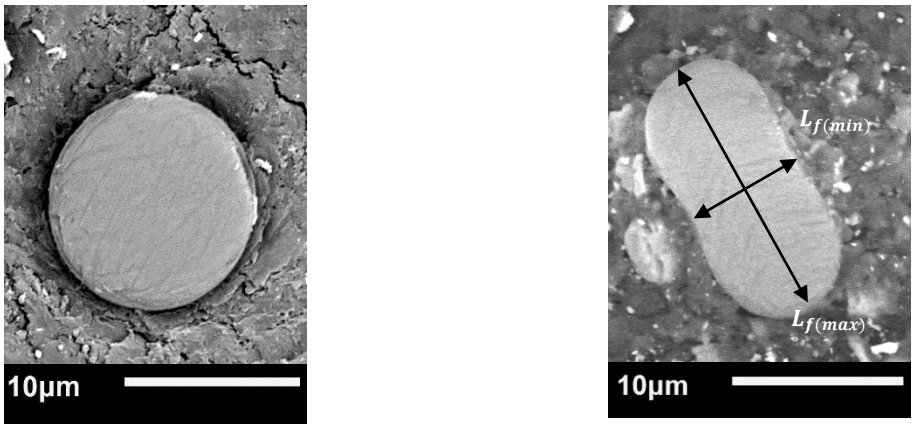


(a) (b)

Figure 31 : Fibres Nextel610^{TM} brutes observées par MEB à faible (a) et fort grandissement (b)

La majeure partie des composites a été élaborée avec de fibres courtes de longueur 3,2 mm (1/8 de pouce). Des fibres d'une longueur de 6,4 mm (1/4 de pouce) ont aussi pu être mises en œuvre lors des présents travaux. Les fibres sont utilisées avec leur ensimage, ce qui les protège des agressions mécaniques, de l'abrasion notamment et préserve leur intégrité lors de leur manipulation ou lors des opérations de mise en forme de la pièce crue. Le diamètre moyen indiqué par le fournisseur est de 10-12 µm pour la gamme N610^{TM}. Seules les fibres à 10 000 deniers sont disponibles en format discontinu. Il s'agit donc d'une gamme de fibre pour laquelle il y a 2550 monofilaments par mèche [31]. Cela a pour conséquence de modifier la morphologie de la section de la fibre qui passe d'une section circulaire (deniers 1 500 et 3 000) vers une forme aciculaire lorsque le nombre de deniers augmente (deniers 5 000 – 10 000 – 2 000). En effet, plusieurs publications font état de la déformation de la forme de la section pour les deniers élevés [105], [106]. Ces déformations seraient le résultat d'un phénomène de retrait de séchage qui se produit lorsque les fibres sont filées. La Figure 32 illustre la modification de la morphologie de la section d'une fibre de 1 500 et 10 000 deniers.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés



(a) (b)

Figure 32 : Micrographies MEB de sections de fibres N610^{TM} ; (a) fibres 1 500 deniers ; (b) fibres 10 000 deniers, utilisées pour ces recherches

Le diamètre moyen d'une fibre 10 000 deniers ne correspond pas à celui indiqué par le fournisseur. En effet, le facteur de forme étant important, il est nécessaire de l'estimer à partir des longueurs caractéristiques de la section de la fibre. Les mesures obtenues à partir de la méthode décrite dans la partie 3.3.1 donnent les résultats présentés dans le Tableau 6. Les incertitudes correspondent aux écart-types standards de mesures réalisées sur 78 sections de fibres N610^{TM} 10 000 deniers. Ces mesures révèlent qu'il existe un facteur de forme f supérieur à 2 (entre la plus grande largeur $L_{f(max)}$ et la plus petite largeur $L_{f(min)}$ de la section de la fibre). Le diamètre équivalent $D_{f(eq)}$ de la fibre est estimé à 11,3 µm, dans l'intervalle de diamètre donné par le fournisseur [10-12] µm. Pour autant, le facteur de forme important de la section suggère certaines inquiétudes quant aux performances des fibres à 10 000 deniers.

Tableau 6 : Morphologies des sections des fibres N610^{TM} 10 000 deniers par analyse d'image.

	$L_{f(max)}$ (µm)	$L_{f(min)}$ (µm)	f	$D_{f(eq)}$ (µm)
Fibres N610^{TM} 10 000 deniers	15,8 ± 0,4	6,9 ± 0,3	2,3	11,3

D'après *Pritzkow et al.*[105], les mèches de fibres produites à 10 000 et 20 000 deniers possèdent des propriétés mécaniques (contraintes et déformation maximum) inférieures aux mèches de deniers plus faibles. Les auteurs interprètent que la baisse des performances est due au nombre plus important de défauts au sein des mèches à hauts deniers. Cependant, d'après l'étude des propriétés thermomécaniques menée sur les composites oxyde/oxyde dont sont issues ces conclusions, les résultats obtenus ne mettent pas en évidence la réduction des performances sur composites à partir des fibres 10 000 et 20 000 deniers. Les propriétés mécaniques des composites (contrainte à la rupture, résistance au cisaillement interlaminaire) sont proches, quel que soit le nombre de deniers des fibres employées. Ces conclusions ont aussi pu être constatées par *Lincoln et al.* [106] à partir des propriétés de CMC N610^{TM}/Al_2O_3-

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

SiO_2 AXIOM (Axiom Materials, Inc. and Composites Horizons) mis en forme à partir de préimprégnés.

Néanmoins, la morphologie atypique des fibres N610^{TM} 10 000 deniers peut poser des problèmes pour la mesure d'énergie d'interface, notamment à cause du facteur de forme élevé de la fibre et de la finesse de la plus petite largeur de la section.

La longueur des fibres fournies par 3M^{TM} a pu être évaluée par analyse d'image à partir du logiciel Image_J (voir partie 3.2.3). Les résultats de l'étude statistique de la longueur des fibres de la gamme 3,2 et 6,4 mm sont donnés dans le Tableau 7. Les longueurs moyennes mesurées pour les deux gammes de fibres sont proches de celles annoncées par le fournisseur, avec moins de 3 % d'écart-type. Les histogrammes de la distribution des longueurs mesurées de la Figure 33 mettent en évidence la distribution monomodale pour le lot 3,2 mm, tandis que pour le lot 6,4 mm, le graphique fait apparaître une distribution bimodale. Pour ce dernier, deux populations distinctes peuvent être identifiées, correspondant respectivement à des fibres de longueur inférieure et supérieure à 6500 µm. Cette segmentation de la distribution suggère un contrôle de la découpe plus rigoureux pour le lot 3,2 mm que pour le lot 6,4 mm. Néanmoins, malgré cette hétérogénéité de distribution, l'écart-type mesuré pour le lot 6,4 mm demeure inférieur à 1 % de la longueur moyenne, indiquant que la qualité globale de la découpe reste satisfaisante. Quelques fibres à des longueurs significativement inférieures aux longueurs moyennes sont ponctuellement détectées. Toutefois, leur proportion demeure marginale au regard de l'effectif total de fibres analysées. Cela indique la fragmentation des fibres qui peut avoir lieu lors du procédé de découpe ou du transport reste limité.

Tableau 7 : Analyse statistique de la longueur des fibres discontinues N610^{TM} des gammes 3,2 et 6,4 mm.

Gamme	Nombre de fibres mesurées	Longueur moyenne (µm)	Ecart type standard (µm)	Longueur médiane (µm)	Longueur max mesurée (µm)	Longueur min mesurée (µm)
3,2 mm	466	3097	325	3158	3638	515
6,4 mm	338	6346	532	6386	6760	1015

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

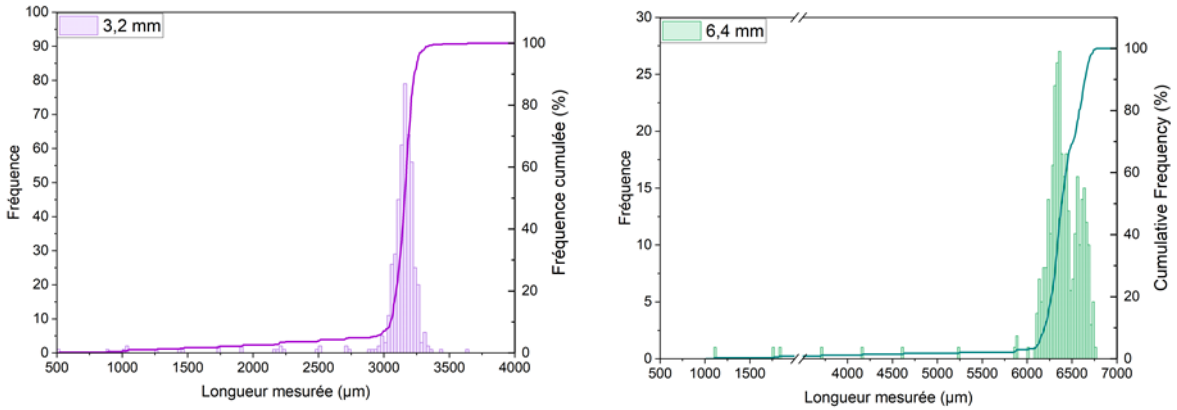


Figure 33 : Histogrammes des longueurs des fibres N610™ des gammes 3,2 mm (en violet) et 6,4 mm (en vert) obtenus par analyse d'image.

Les fibres de la gamme N610™ en alumine pure ont été préférées par rapport à la gamme N720™ en mullite car elles possèdent une contrainte de rupture maximale supérieure (Tableau 2, Chapitre 1) représentant donc un meilleur potentiel pour la déviation de fissure. Cependant, la phase $\alpha - Al_2O_3$ présente dans les fibres N610™ est moins stable en température que la phase mullite $3Al_2O_3, 2SiO_2$ qui compose les fibres N720™. En effet, comme détaillé dans la partie 2.1du Chapitre 1, la dégradation des propriétés mécaniques est observée pour la gamme N610™ à partir de 1 300 °C. De ce fait, ce phénomène implique une température de fonctionnement et d'élaboration du CMC plus faible pour la gamme N610™.

Dans le cas de l'élaboration d'un composite N610™/Al_2O_3, il sera donc nécessaire de sélectionner une poudre d'alumine très réactive capable de se densifier à basse température (< 1 300 °C). Le paragraphe suivant présente les caractéristiques des poudres d'alumines sélectionnées pour cette étude en tant que composante matricielle

1.1.1.B. Composante matricielle

Les poudres d'alumine sélectionnées pour cette étude sont des poudres de phase α-Al_2O_3 de haute pureté (> 99,9 %) fournie par Alteo (France) et Sumitomo Chemicals (Japon). Il s'agit respectivement des références P172HPB (notée ALTEO) et AKP-53, choisies pour leur pureté chimique élevée et leur taille de particules submicroniques. Le Tableau 8 indique que les données fournisseurs sont conformes à celles mesurées en laboratoire. Les mesures confirment la granulométrie plus fine et la surface spécifique plus élevée pour la poudre AKP-53. Cela suggère une meilleure réactivité au frittage pour cette dernière.

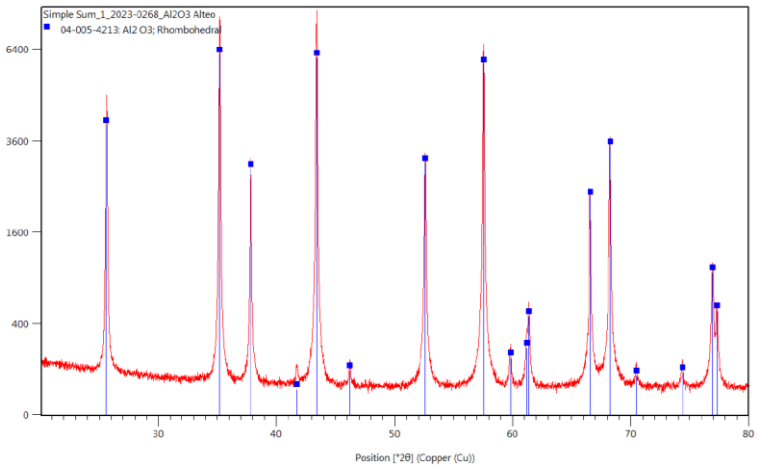
Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Tableau 8 : Granulométries associées aux poudres ALTEO et AKP-53. Comparatif entre les données fournisseurs et mesurées

Mesures	ALTEO		AKP-53	
Données	Fournisseurs	Mesurées	Fournisseurs	Mesurées
D50 (nm)	400	420 ± 30	210	220 ± 7
Surface spécifique (m²/g)	8,5	7,3 ± 0,3	12	13,3 ± 0,5

Les analyses DRX confirment la cristallinité élevée des deux poudres (Figure 34). La haute cristallinité des poudres d'alumine assure la stabilité cristalline de la matrice en température.

(a)



(b)

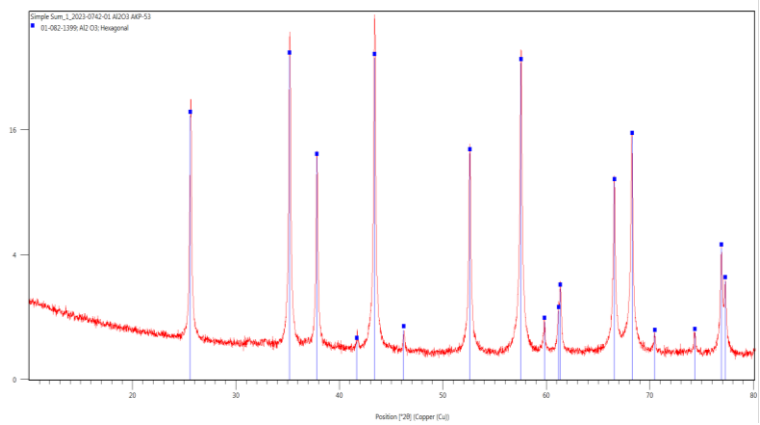


Figure 34 : Diffractogrammes X des poudres d'alumine ALTEO (a) et AKP-53 (b)

Les analyses chimiques pour les deux poudres après une perte au feu à 600 °C sont donnés dans le Tableau 9. Ces analyses révèlent la plus haute pureté de la poudre AKP-53 (> 99,9 %) par rapport à la poudre ALTEO (99,8 %). En effet, le taux important de magnésium (Mg) pour la poudre ALTEO est attendu puisque cet élément est utilisé comme aide de frittage par le fournisseur. La détection de plusieurs dizaines de ppm des éléments soufre (S), fer (Fe), silicium (Si), calcium (Ca) et sodium (Na) pour dans la poudre ALTEO traduisent vraisemblablement un degré de purification inférieur à celui de la poudre AKP-53. La présence

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

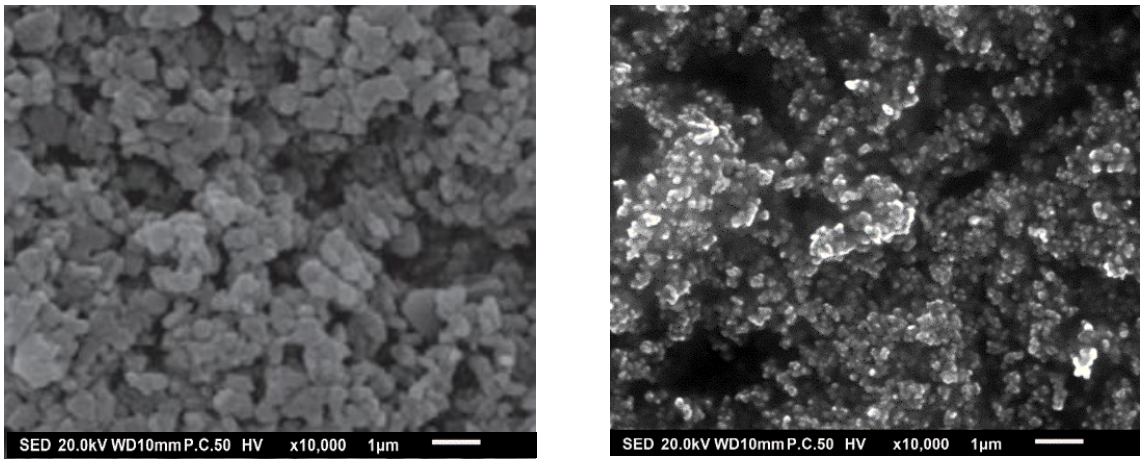
d'hydrogène (H) pour les deux poudres est attribuée à l'adsorption d'humidité à la surface des particules, adsorbée lors des phases de manipulation et de transport après la perte au feu.

Tableau 9 : Analyses chimiques des poudres d'alumine ALTEO et AKP-53

Elément	ALTEO (ppm)			AKP-53 (ppm)			Type d'analyse
C	98	±	2	104	±	9	Analyseurs Spécifiques
N	67	±	5	87	±	9	
H	313	±	35	394	±	37	
Na	90	±	3	10	±	2	ICP-OES
Mg	290	±	20	7,4	±	1	
Si	69	±	1	17	±	3	
Fe	100	±	1	2	±	1	
P	< 1			< 1			GDMS
S	300	±	8	< 5			
K	2,2	±	1	3,3	±	1	
Ca	72	±	1	4,5	±	1	
Pureté	99,8 %			> 99,9 %			*Bilan de la totalité des impuretés détectées*

Les micrographies MEB de la Figure 35 confirment la taille plus importante des particules de la poudre ALTEO par rapport à la poudre AKP-53. Cependant, la forme des particules semble proche pour les deux références.

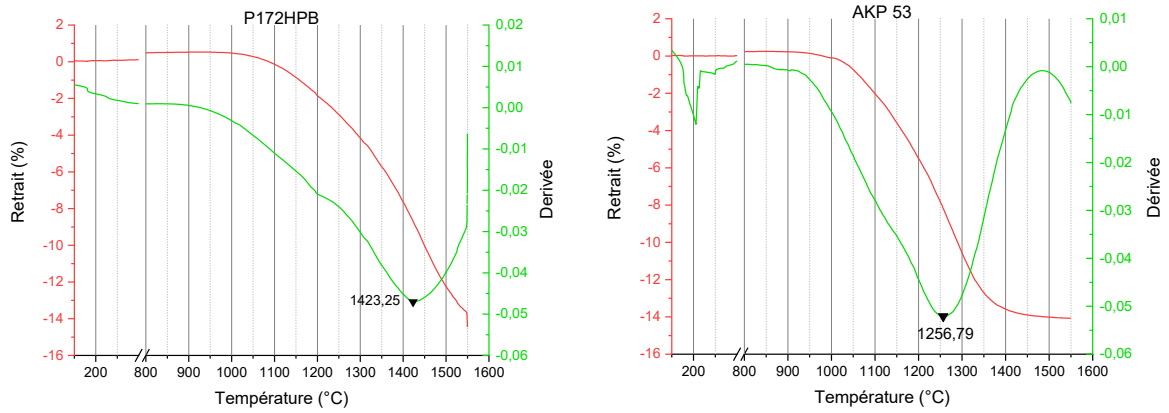
Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés



(a) (b)

Figure 35 : Micrographies MEB des poudres d'alumine ALTEO (a) et AKP-53 (b)

Les courbes issues des analyses dilatométriques sont données sur la Figure 36. Le retrait vertical ainsi que sa dérivée par rapport à la température sont représentés respectivement par les courbes en vert et rouge. La granulométrie plus fine de la poudre AKP-53 lui permet d'atteindre un optimum de densification à 1257 °C vs. 1423 °C pour la poudre ALTEO. La poudre AKP-53 possède donc un potentiel de densification élevé pour un frittage à plus basse température, notamment en dessous de 1300 °C.



(a) (b)

Figure 36 : Analyses dilatométriques des poudres ALTEO (a) et AKP-53 (b).

1.1.1.C. Liants polymères

Trois natures de liants polymère ont été étudiées pour la mise en œuvre des CMC à fibres courtes : un liant thermodurcissable, un liant thermoplastique et un liant précurseur de silice. Pour la mise en œuvre de composites à matrice céramique, les polymères thermodurcissables et thermoplastiques présentent des avantages complémentaires. Après réticulation, les thermodurcissables garantissent une bonne stabilité dimensionnelle de la préforme et une imprégnation efficace des fibres, mais au prix d'un fort retrait et d'une porosité importante générés lors de la pyrolyse. Les thermoplastiques offrent une plus grande flexibilité

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

de mise en forme et un meilleur contrôle rhéologique lors de l'imprégnation, avec des procédés plus rapides. Cependant, la tenue mécanique et géométrique généralement plus limitée avant conversion céramique. Le liant précurseur de silice (polydiméthylsiloxane PDMS) permet d'introduire quelques pourcents massiques de silice dans la matrice dans le but d'optimiser la stabilité thermomécanique des fibres.

Les structures chimiques et les propriétés de chacun de ces trois liants sont détaillées dans la partie 1 du Chapitre 3.

1.1.2. Mise en suspension

La mise en œuvre des mélanges commence par la pesée de chacun des constituants. La pesée est réalisée sur une balance avec une précision à $\pm$ 0,001 g. Pour les mélanges avec solvant, une étape préliminaire consiste à ajuster le volume d'eau selon le taux de dilution du liant utilisé, afin d'obtenir une suspension finale contenant la masse d'eau totale du mélange. Le mélange est ensuite homogénéisé à l'aide d'un SpeedMixer^{TM} (Partie 1.1.3). Ensuite, les étapes suivantes consistent en l'ajout successif des constituants :

- Lorsqu'il s'agit de la mise en suspension d'un mélange de poudre uniquement (en vue de l'élaboration d'une céramique monolithique), l'ajout de la poudre se fait en deux étapes. À chaque ajout, un premier mélange à la spatule permet de limiter la présence d'agglomérats centimétriques. La dispersion des différents constituants est réalisée à l'aide d'un mélangeur SpeedMixer^{TM} permettant d'obtenir une suspension homogène et de casser les agglomérats grâce à l'utilisation de la vitesse maximale de l'appareil (taux de cisaillement le plus élevé). La fraction volumique de charge des mélanges monolithiques varie de 30 à 50 %.
- Lorsqu'il s'agit d'un mélange de poudre et de fibres courtes (mélange composite), l'ajout des constituants se fait de manière alternée en plusieurs étapes afin de garantir l'homogénéité du mélange et la bonne imprégnation des fibres. Le mélange à la spatule après chaque ajout permet de prévenir la formation d'amas de fibres. De plus, le protocole de mélange a été établi de sorte à limiter la vitesse de mélange utilisée pour réduire le taux de cisaillement et éviter l'endommagement (casse) des fibres. Les étapes de mélange avec fibres sont donc réalisées à une vitesse intermédiaire.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

1.1.3. Mélangeur SpeedMixer™

Le Hauschild SpeedMixer™ est un mélangeur permettant de mélanger une grande variété de produits rapidement et de manière répétable, pour une grande gamme de viscosité. Cet appareil utilise une technologie de mélange centrifuge à double rotation asymétrique (Figure 37) permettant de réaliser le mélange et le dé-bullage des barbotines simultanément. Le principal intérêt de cet appareil est de pouvoir atteindre des taux de cisaillement internes homogènes et élevés sans employer d'éléments mécaniques comme des pales de mélanges ou des billes de broyage pouvant induire des pollutions métalliques. Ce dispositif permet d'accéder à des temps de mélanges très courts (de quelques minutes). L'ensemble des étapes d'ajout et de mélanges sont réalisées dans un seul contenant, évitant toute perte de matière. L'appareil utilisé pour ces travaux, couplé à une cloche à vide, donne la possibilité d'ajuster le niveau de vide lors de certaines étapes de mélange.



Figure 37 : Principe de double rotation asymétrique employé par l'appareil Hauschild SpeedMixer™

1.1.4. Ball Measuring System (BMS)

Le BMS (Ball Measuring System) est un système de mesure de la viscosité ou de la consistance d'un mélange, basé sur le suivi de la résistance au mouvement d'une bille au sein d'un fluide. Le principe repose sur la mesure de la résistance opposée par le milieu à la bille (chute, déplacement ou entraînement contrôlé), permettant d'accéder à une viscosité apparente ou à un indicateur rhéologique du mélange. Ce système est particulièrement adapté pour des mélanges avec des tailles de particules de plusieurs millimètres, notamment pour l'étude rhéologique de bétons [107].

Le système de mesure à bille RheolabQC utilisé pour ces travaux est développé par la société Anton Paar. Il permet de réaliser des mesures de viscosité sur des dispersions semi-solides contenant des particules d'un diamètre maximal de 5 mm, adapté pour les mélanges composites à fibres courtes. Pendant la mesure, la bille se déplace en suivant une trajectoire circulaire à travers le mélange. La bille pénètre dans le matériau non cisaillé avant de réaliser

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

une rotation de 360 °. Même si les mesures sont extraites à partir de cette unique rotation, il est possible d'obtenir une viscosité sur une plage de taux de cisaillement suffisante (0,1 à 100 s^{-1}) pour obtenir une courbe d'écoulement. Le système de mesure à bille de *Tyrach* et *Müller* se compose d'une coupelle d'un diamètre intérieur d'environ 115 mm pour un volume de mélange d'environ 500 mL. L'outillage de mesure porte une sphère (« bille ») à angle droit par rapport à l'axe de rotation (Figure 38). Le diamètre de la bille est de 8 mm, adapté pour des tailles de particules jusqu'à 5 mm de diamètre et est donc compatible pour les mélanges composites pour le lot de fibres 3,2 mm.

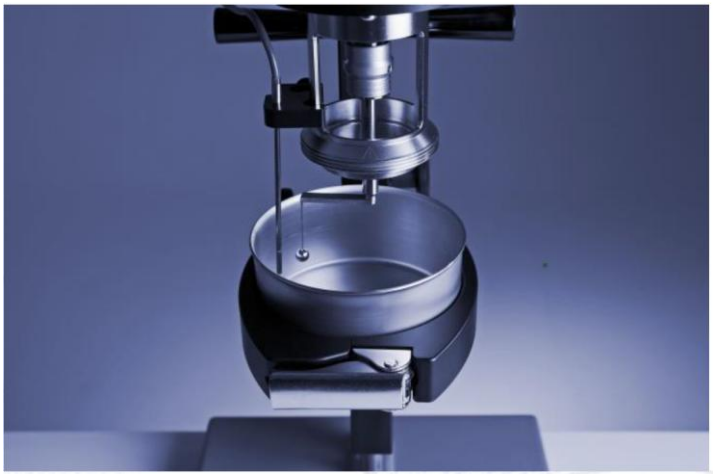


Figure 38 : Dispositif BMS

1.2. Mise en forme du cru

Les mélanges avec solvant (monolithique et composite) sont directement introduits dans la matrice de pressage pour être séchés. Dans le cas d'un pressage dans une matrice ϕ32 mm, 30 g de mélange sont introduits tandis que 110 g de mélange sont utilisés avec une matrice ϕ50 mm. Ils sont ensuite séchés progressivement en étuve sous air statique jusqu'à 120 °C. Cette température a été choisie pour se placer au-delà de la température de transition vitreuse T_g du PVA mesurée par DSC (*Differential Scanning Calorimetry*) à 102 °C et en deçà de la température de début de dégradation des polymères utilisés (Figure 40). Le profil de température en fonction du temps de séchage et de la taille de la matrice est donné Figure 39. Dans le cas de la mise en œuvre de mélanges composites avec le liant PVA, la dernière étape de séchage à 120 °C est ajustée pour qu'il ne reste plus que 5 %m d'eau par rapport à la masse de mélange séché avant le pressage.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

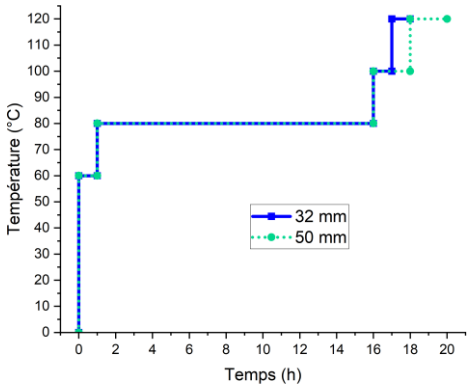


Figure 39 : Profil de température en fonction du temps de séchage selon la taille de matrice utilisée (ϕ32 ou ϕ50 mm)

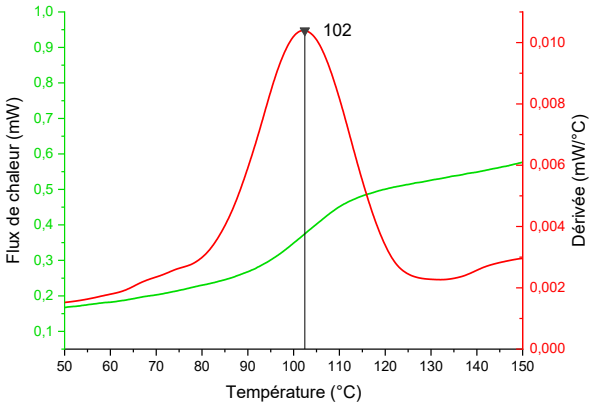


Figure 40 : Analyse DSC du liant PVA (10 °C.min^{-1} sous air)

Une fois l'étape de séchage finalisée, les mélanges sont pressés une première fois à la sortie de l'étuve à 25 MPa pendant 30 secondes avant d'être réintroduits dans l'étuve à 120 °C pendant 1 h pour la matrice ϕ32 mm ou 2 h pour la matrice ϕ50 mm. Cette étape de pré-pressage permet d'homogénéiser le mélange et d'optimiser la diffusion en température du polymère améliorant la densité finale du cru. Enfin, le mélange est pressé une seconde fois à 25 MPa. Le pressage est réalisé à chaud, la source de chaleur provenant de l'inertie thermique de la matrice préalablement portée en température (120 °C) dans une étuve avant l'opération de pressage. La pression est maintenue pendant 20 minutes avant d'être relâchée très progressivement pendant le refroidissement naturel de la matrice de pressage (- 10 MPa / h). La pastille est démoulée après refroidissement complet de la matrice à température ambiante et lorsque la pression mesurée est inférieure à 5 MPa.

La mise en forme des pastilles à partir du liant époxy s'effectue sans l'étape de séchage, en raison de l'absence de solvant. Le durcissement irréversible du mélange se fait en température par la réticulation de la résine époxy, caractéristique d'un polymère thermodurcissable. Cela correspond à la création de liaisons chimiques covalentes entre les espèces réactives en température, ici un prépolymère époxy et un durcisseur (une amine), jouant le rôle d'agent réticulant. Dans le cas de la résine et du durcisseur utilisé pour ces travaux, la réticulation n'induit aucune modification de la masse de la partie organique du mélange puisque aucune espèce volatile n'est produite.

Les mélanges à base de résine époxy sont introduits par coulée dans un moule en aluminium avant d'être placés à l'étuve à 180 °C pendant 30 minutes puis 2 h à 220 °C. L'échantillon est ensuite démoulé sans difficulté à température ambiante. L'absence de solvant et le débullage opéré lors de la séquence de mélange au SpeedMixer^{TM} permettent d'obtenir des crus sans porosité.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

La masse volumique apparente des pastilles crues est obtenue à partir de leur volume mesuré géométriquement et de leur masse. La méthode de mesure est détaillée dans la partie 2.3 de ce chapitre.

1.3. Traitement thermique

Le traitement thermique des échantillons peut se décomposer en deux parties distinctes : le déliantage des pastilles puis le frittage de la matrice d'alumine. Ces deux étapes de traitement thermique sont décrites dans les parties suivantes.

1.3.1. Déliantage

Le déliantage peut être défini comme l'étape d'élimination du liant d'une pièce préalablement obtenue par mise en forme, d'où le terme de dé – liantage. Il peut être de nature chimique (par l'action d'un solvant) ou bien thermique, entraînant la dégradation partielle ou totale de la composante organique de la pièce.

Le déliantage pour les trois types de liant est réalisé par voie thermique dans un four sous air statique avec une extraction (Nabertherm LHT/04/17). Le profil de température de déliantage doit être adapté à chaque polymère présent dans la pièce afin d'assurer sa dégradation complète. Pour cela, il est d'intérêt de réaliser des analyses thermogravimétriques (partie 2.2) sur chacun des liants utilisés pour connaître la plage de température de dégradation et leur cinétique. Afin d'éviter une élimination brutale de la partie organique, une plage de température de déliantage est définie durant laquelle la rampe de température est réduite à 0,5 °C.min^{-1}. Les plages de déliantage sont définies à partir des résultats d'ATG détaillés dans le Chapitre 3. Les analyses thermogravimétriques permettent aussi d'estimer la fraction massique résiduelle de chacun des liants.

1.3.2. Procédés de frittage

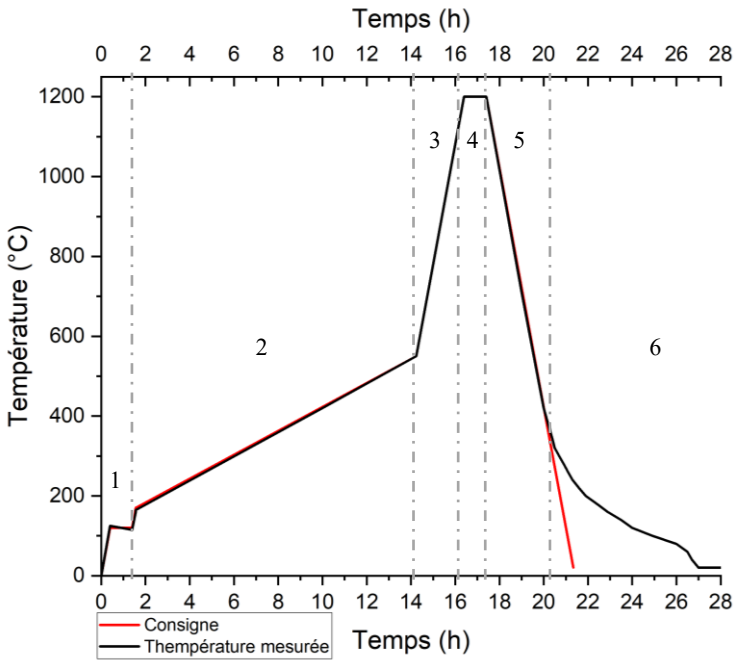
Trois procédés de frittage ont été employés pour ces travaux pour la densification partielle de la matrice alumine. L'étape de déliantage pour le frittage naturel (PS) est réalisée au cours du même cycle de traitement thermique alors que le déliantage des échantillons destinés au frittage par Hot-Pressing (HP) et Spark Plasma Sintering (SPS) est réalisé au préalable dans un four différent.

1.3.2.A. Frittage naturel (Pressureless Sintering)

Le frittage naturel (noté PS) des matériaux est réalisé dans le même four (chauffage radiatif) que pour l'étape de déliantage (Nabertherm LHT/04/17). Le frittage en phase solide de l'alumine est régi uniquement par l'apport de chaleur sans application de pression. La

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

densification de la poudre d'alumine a lieu grâce à la création de joints entre les particules de poudre (ponts de frittage) menant au grossissement des grains en température. Ces phénomènes induisent un retrait volumique de la pièce. Pour ces travaux, la majorité des matériaux ont été frittés à 1200 °C pendant 1 heure, température maximale pour éviter la dégradation en température des fibres N610^{TM}. Le cycle thermique par frittage naturel inclut également le déliantage. Le cycle thermique présenté sur la Figure 41 présente le profil de température de déliantage/frittage d'une pièce composite ou monolithique élaborée à partir du liant thermoplastique. Les rampes de température ont été fixées à + 5 °C.min^{-1} en chauffage et – 5 °C.min^{-1} en refroidissement. Un palier à 120 °C d'une heure est appliqué pour éliminer l'eau résiduelle avant l'étape de déliantage. Un décrochage de la température du four par rapport à la consigne est observé à partir de 400 °C, correspondant au refroidissement naturel de l'enceinte.



1	Élimination de l'eau résiduelle
2	Rampe de déliantage
3	Rampe de chauffage
4	Palier de frittage
5	Descente contrôlée de la température
6	Refroidissement naturel du four

Figure 41 : Cycle thermique par frittage naturel (PS) à 1200 °C/1 h

1.3.2.B. Frittage sous pression uniaxiale ou pressage à chaud (Hot-Pressing)

Le procédé de Hot-Pressing, noté HP, permet la densification optimisée de poudres céramiques grâce à l'application, lors du traitement thermique, d'une pression mécanique

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

uniaxiale (Figure 42) combinée au chauffage radiatif. Ce procédé de frittage a été sélectionné pour obtenir des densités finales des composites qui n'étaient pas atteignables par frittage naturel à 1200 °C. À l'issue du déliantage, la tenue mécanique du cru est réduite suite à l'élimination du liant et un « gonflement » de la pastille est observé lié à la relaxation des fibres dans la pièce. Le diamètre des pastilles composites est corrigé de 0,1 à 0,2 mm par du papier abrasif avant qu'elles soient frittées au laboratoire MATEIS (INSA-Lyon) dans le four HP (Goliath, Stein Heurtey Physitherm®). Les pastilles déliantées sont introduites dans un ensemble matrice/pistons en graphite ϕ50 mm. Une feuille de Papyex® est ajoutée entre l'échantillon et la matrice pour limiter la réaction entre la matrice graphite et le matériau, facilitant le démoulage après le traitement thermique. La mesure de la température entre 0 et 250 °C est assurée par un thermocouple type S placé au niveau du piston de graphite inférieur. Le contrôle et la régulation de la température se font à partir d'un pyromètre bichromatique qui pointe vers la matrice de graphite.

Le graphique sur la Figure 43 illustre le cycle thermique réalisé sous vide pour le frittage HP, similaire à celui appliqué pour le frittage naturel (partie frittage uniquement) avec une pression uniaxiale de 20 MPa appliquée tout du long du traitement. Le refroidissement interne des pistons de graphite par de l'eau en circulation permet d'assurer la régulation du refroidissement de la matrice (échantillon) jusqu'à 100 °C.

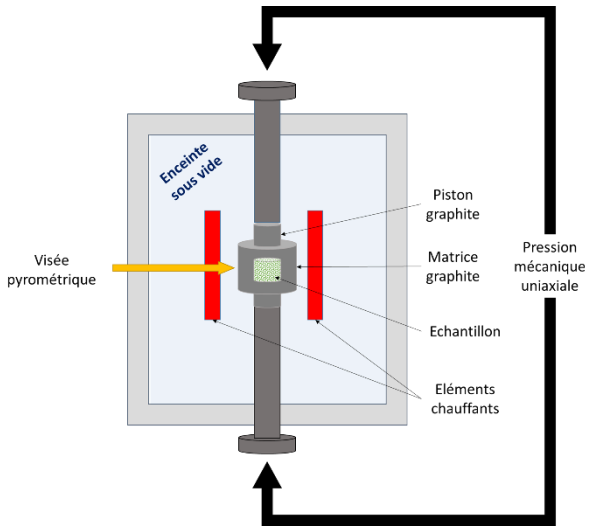


Figure 42 : Schéma de fonctionnement du procédé de frittage HP (Hot-Pressing)

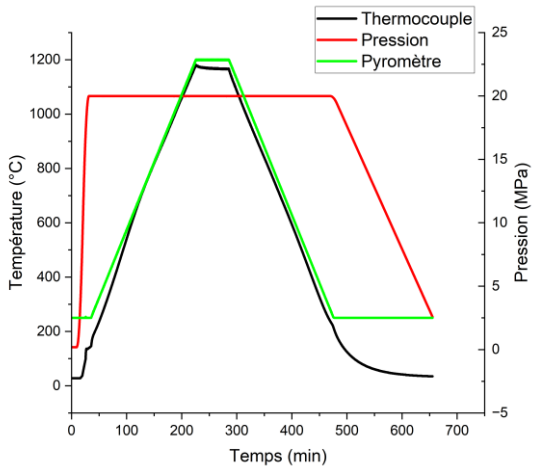


Figure 43 : Cycle de traitement thermique pour le frittage HP (Hot-Pressing)

Le retrait vertical de l'échantillon est suivi tout au long du cycle de température. De la même manière qu'une mesure dilatométrique, cela permet de suivre l'évolution de la densification du matériau avec la température. Il faut cependant interpréter ces informations avec précaution car la courbe de retrait ne prend pas en compte la dilatation du système

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

(matrice/pistons notamment). Il est tout de même possible d'optimiser les cycles de température selon l'état de densification souhaité pour des échantillons identiques.

1.3.2.C. Frittage Flash (Spark Plasma Sintering)

Le frittage flash ou Spark Plasma Sintering, noté SPS, est un procédé de frittage non conventionnel permettant d'atteindre des rampes de températures très élevées (jusqu'à plusieurs centaines de degrés par minute). Le système SPS est décrit en Figure 44. Le chauffage est réalisé par effet Joule par l'application d'un courant pulsé de plusieurs milliers d'ampères à partir d'électrodes en Inconel. En parcourant le système de pièces en graphite jusqu'à l'échantillon, les lignes de courant se concentrent au niveau de l'échantillon permettant le chauffage localisé aux interfaces des particules de poudre et au niveau de la matrice en graphite. La combinaison de ce chauffage interne et de l'application d'une pression uniaxiale permet la densification accélérée du matériau.

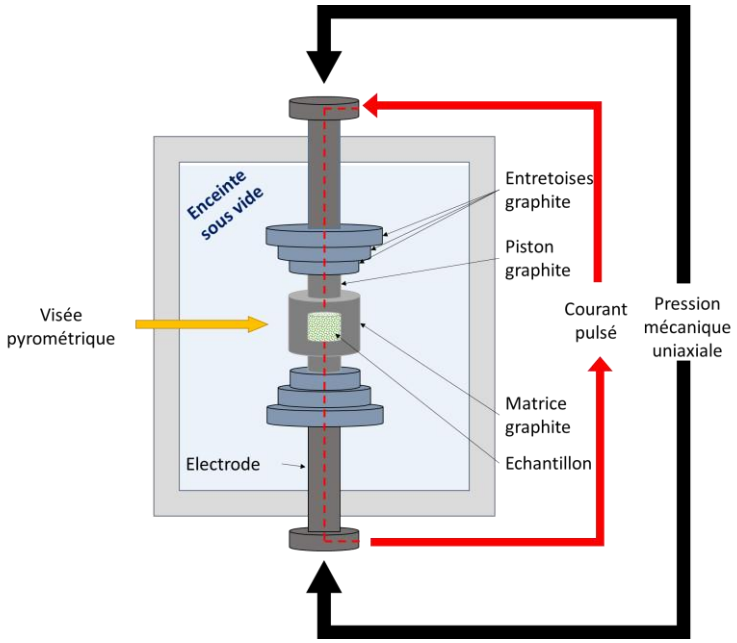


Figure 44 : Schéma de fonctionnement du procédé de frittage SPS (frittage flash)

Les échantillons déliantés ont été frittés au CEA de Saclay dans le four SPS (Dr Sinter SPS 825 FUJI) du LTMEx. La régulation et la mesure de la température sont assurées par visée pyrométrique selon l'axe Y sur la surface extérieure et à mi-hauteur de la matrice graphite (Figure 45). La pression uniaxiale appliquée est de 20 MPa et le frittage est réalisé sous vide. Comme pour le procédé HP, le cru composite délianté est introduit directement dans la matrice graphite ϕ50 mm revêtue d'une feuille de Papyex®. Les monolithes ont quant à eux été obtenus à partir de la poudre matricielle directement introduite dans la matrice, sans ajout de liant. La

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

matrice est ensuite placée entre les entretoises du système SPS avant d'être soumise au traitement thermique.

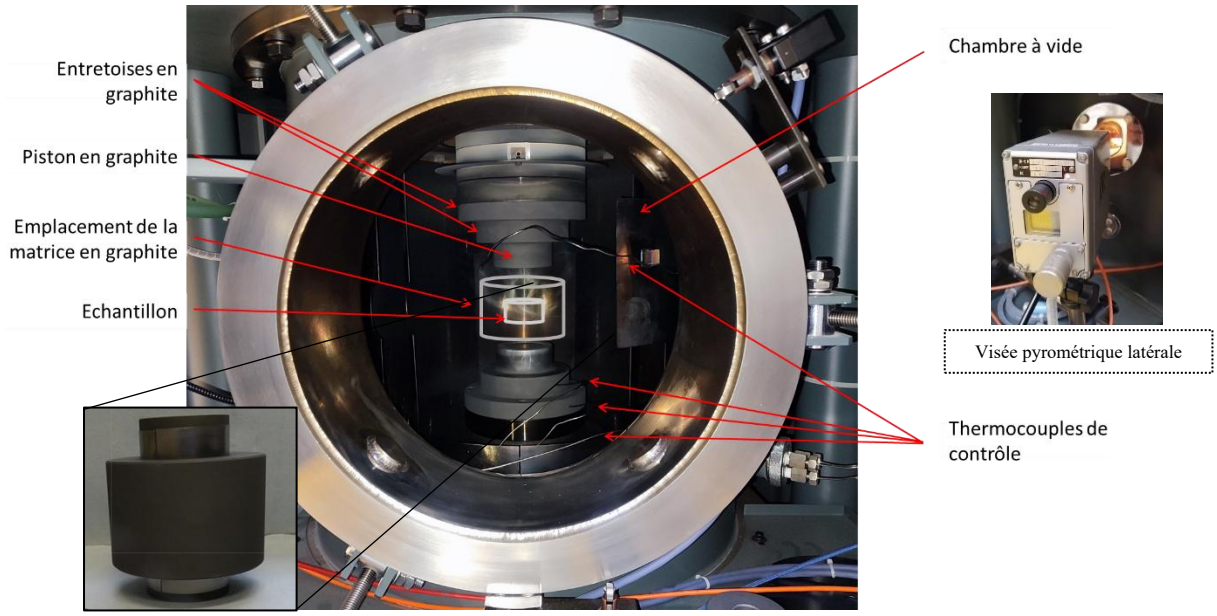


Figure 45 : Dispositif SPS du CEA de Saclay (LTMEx)

La Figure 46 présente le cycle thermique pour un frittage à 1200 °C/10 min avec un palier de frittage de 10 min. Plusieurs thermocouples de contrôles sont placés dans la chambre à vide pour s'assurer du bon fonctionnement du système (Figure 45). La régulation de la température est d'abord asservie par l'automate par l'application de deux paliers de courant successifs entre 0 et 350 °C avant la température d'accroche du pyromètre. La température est ensuite régulée par le pyromètre à partir de 400 °C. La rampe de montée en température est alors fixée à 100 °C.min^{-1} avant d'être réduite à 25 °C.min^{-1} à 50 °C de la température de palier (T_{palier} – 50 °C) pour éviter les effets « d'overshoot ». Les variations de courant sont importantes, mais la montée de la température reste stable. La température est ensuite maintenue pendant la durée du palier avant de redescendre à 50 °C.min^{-1}. Le refroidissement est d'abord régulé électriquement puis le refroidissement naturel prend place à partir de 800-700 °C. Par ailleurs, la charge appliquée est progressivement retirée pour limiter les contraintes résiduelles provoquées par les variations brutales de température. Cependant, les rampes de température des monolithes ont tout de même été réduites, car ils ne supportaient pas les chocs thermiques contrairement aux composites. La vitesse de montée a été réduite à + 25 °C.min^{-1} à T_{palier} – 100 °C et la descente a été fixée à – 10 °C.min^{-1}.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

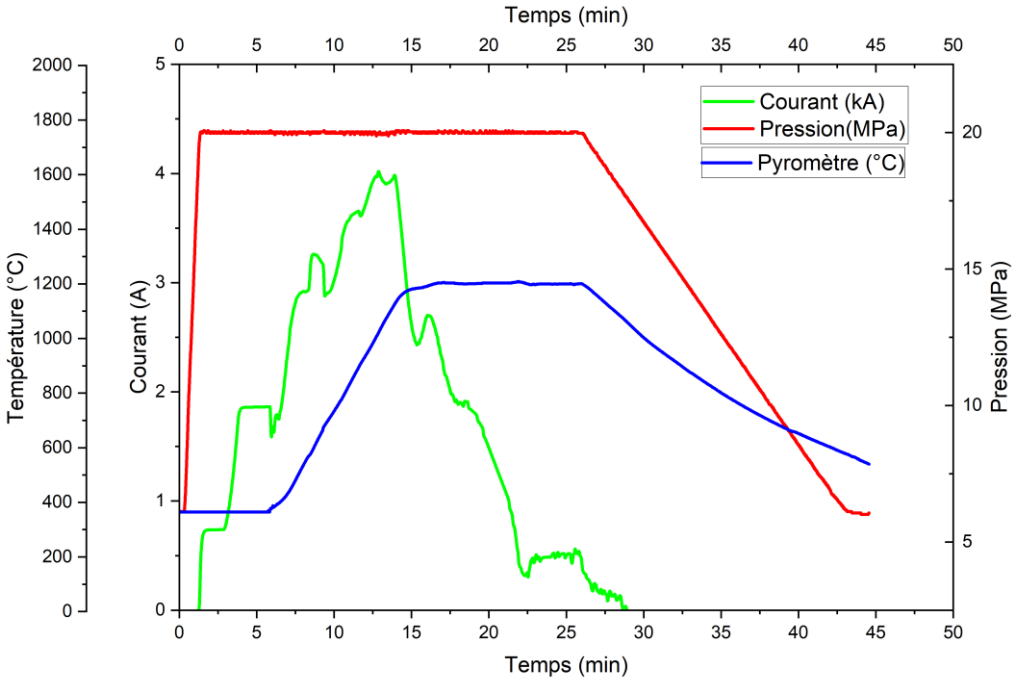


Figure 46 : Cycle de traitement thermique par frittage SPS (frittage flash)

2. Caractérisations physico-chimiques

2.1. Analyses élémentaires

Des analyses chimiques ont été menées en interne afin de s'assurer de la pureté des constituants et du composite à l'issue du traitement thermique. Pour cela, plusieurs méthodes d'analyses ont été utilisées pour la détection des différents éléments chimiques :

- ICP-OES (*Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectroscopy*) : Détermination de la concentration d'éléments dans un échantillon grâce à un plasma à couplage inductif excitant les atomes de l'échantillon, qui émettent alors de la lumière à des longueurs d'onde caractéristiques de chaque élément. En mesurant l'intensité de cette lumière, il est possible de déterminer la concentration de chaque élément dans l'échantillon.
- GDMS (*Glow Discharge Mass Spectrometry*):
  Méthode d'analyse qui utilise une décharge électrique pour exciter les atomes. Une fois ionisés, les atomes sont analysés avec un spectromètre de masse.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

- Analyseurs spécifiques : dispositifs analytiques dédiés à la quantification ciblée des éléments légers (C, H, N, O, S). L'analyse est effectuée par combustion, pyrolyse ou réduction de l'échantillon, conduisant à la formation de gaz caractéristiques (CO_2, H_2O, N_2, CO, SO_2), lesquels sont ensuite séparés et détectés par des détecteurs infrarouges, à conductivité thermique ou électrochimiques. Cette technique est privilégiée pour sa meilleure sensibilité et exactitude pour les éléments légers, difficilement accessibles par l'ICP-OES, et pour sa quantification directe et rapide.

2.2. Analyse ThermoGravimétrique (ATG)

L'analyse thermogravimétrique (ATG) consiste à mesurer la variation de masse d'un échantillon en fonction de la température en atmosphère contrôlée. Cette analyse permet de mesurer les plages de température de dégradation de la partie organique des matériaux étudiés. Les cycles thermiques de déliantage ont été optimisés à partir ce type de mesure. Généralement, trois familles de perte de masse en fonction de la température sont observées pour des liants polymères [108]:

- Déshydratation et séchage [100 – 150] °C
- Dé-hydroxylation dans la plage de températures comprise entre [300 – 700] °C
- Décarbonatation entre [700 – 900] °C

Le cycle thermique a été appliqué sur un analyseur METTLER-TOLEDO consistant en une montée et une descente en température de la température ambiante à 1000 °C, sous balayage d'air, avec des rampes de ±10 °C.min^{-1}. 10 à 20 mg de matière sont introduits dans une nacelle en platine suspendue dans le four de traitement. Les mesures ont été réalisées sous un flux d'air de 60 mL.min^{-1}.

2.3. Dilatométrie

L'analyse dilatométrique consiste à mesurer les variations dimensionnelles d'un matériau en fonction de la température. La variation du volume d'un compact de poudre indique précisément l'évolution du frittage d'une céramique. Cela permet d'évaluer la réactivité au frittage d'une poudre dans un système contrôlé.

Un dilatomètre à poussée verticale (Setsys Evolution, Setaram®) a été utilisé pour sélectionner la poudre d'alumine la plus réactive au frittage sous air jusqu'à 1550 °C. La poudre céramique est mise en forme par compaction uniaxiale sous la forme d'un cylindre ϕ8 mm de 10 mm de haut. Le cylindre est ensuite placé entre deux cales de zircone dense avant de subir le traitement thermique. La dilatation de l'équipage en alumine est soustraite à la mesure afin

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

d'obtenir le retrait réel du matériau. La courbe de retrait en température de la poudre analysée permet de mesurer avec précision les cinétiques de frittage et d'évaluer la densification de la matrice à une température donnée. A partir de la dérivée de la courbe de retrait, il est possible d'établir l'optimum de frittage d'une poudre céramique, correspondant à la vitesse maximale de retrait en température.

2.4. Mesure de la masse volumique apparente (géométrique)

La mesure de la masse volumique apparente ρ (exprimée en g.cm^{-3}) des matériaux est obtenue à partir de la mesure géométrique du volume de la pastille et de sa masse. Il s'agit de la seule technique de mesure permettant de suivre l'évolution du volume tout au long des étapes de fabrication. Il s'agit donc de la mesure de référence pour estimer le retrait volumique d'un matériau après un traitement thermique. La mesure est réalisée après les étapes de mise en forme, de déliantage et enfin après le frittage des pastilles. Il est possible d'en déduire la densité relative après déliantage et frittage en considérant la masse volumique apparente théorique ρ_{th} du matériau (voir Tableau A 1 en Annexe 1).

La mesure géométrique du volume est réalisée par détermination des dimensions (moyennes de trois mesures de sa hauteur et de son diamètre) à l'aide d'un pied à coulisse. Ce volume est ensuite divisé par la masse de la pastille mesurée par une balance de précision ($\pm$ 0,01 g). L'incertitude estimée sur la densité relative géométrique est donnée à $\pm$ 1 %.

2.5. Pesée hydrostatique

La détermination de la masse volumique apparente par pesée hydrostatique repose sur le principe d'Archimède. L'échantillon est d'abord pesé à l'air libre (masse sèche m_1), puis immergé dans un liquide de référence, de masse volumique connue (masse immergée m_2), généralement de l'eau distillée. La différence de masse correspond à la poussée d'Archimède, proportionnelle au volume déplacé. Enfin, l'échantillon est séché en surface à l'aide d'un chiffon mouillé pour éliminer l'eau en surface et obtenir la masse de l'échantillon saturé en eau m_3. A partir de ces trois masses, il est possible de déterminer la masse volumique apparente ρ, la proportion volumique de porosité ouverte p_o et la porosité totale p_t pour déduire la proportion de porosité fermée p_f. Les équations ci-dessous présentent le calcul de chacune de ces valeurs [NFISO5017].

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

$$\rho = \frac{m_1}{m_3 - m_2} \times \rho_{liq} \quad \text{Équation 8}$$

$$p_o = \frac{m_3 - m_1}{m_3 - m_2} \times 100 \quad \text{Équation 9}$$

$$p_t = \frac{\rho_{th} - \rho}{\rho_{th}} \times 100 \quad \text{Équation 10}$$

$$p_f = p_t - p_o \quad \text{Équation 11}$$

Cette technique de mesure est complémentaire de la mesure géométrique pour les matériaux frittés. La porosité ouverte est accessible au liquide pendant l'immersion, tandis que la porosité fermée reste piégée dans le matériau. Elle permet d'obtenir une masse volumique et une densité relative plus proche de la réalité en tenant compte des irrégularités de surface et de porosités ouvertes. L'incertitude estimée sur la densité relative déduite des mesures par pesée hydrostatique est estimée à $\pm$ 0,1 %.

2.6. Porosimétrie par intrusion de mercure (Hg)

La porosité est caractérisée par porosimétrie au mercure. Cette technique repose sur la mesure du volume de mercure introduit dans le matériau en fonction de la pression appliquée. Le mercure, non-mouillant pour la plupart des matériaux, ne pénètre dans les pores qu'au-delà d'une certaine pression, conformément à la loi de Washburn, qui relie la pression de pénétration au rayon des pores. En augmentant progressivement la pression, la distribution de la taille et le volume total des pores peuvent être déterminés. De faibles pressions indiquent la pénétration de larges pores, tandis que des pressions élevées indiquent la présence de micropores. Cette méthode permet d'estimer la porosité ouverte, accessible aux fluides, mais ne fournit aucune information sur la porosité fermée.

La mesure par porosimétrie Hg est réalisée sur des morceaux d'échantillons prélevés au cœur de la pièce étudiée. Le volume prélevé dépend de la porosité de chaque pastille FC-CMC. Il varie entre 0,5 et 1 cm^{-3}, considéré comme représentatif de la pièce analysée. Pour chaque analyse, chaque morceau de pastille prélevé est soumis à la mesure de densité par pesée hydrostatique. La densité vraie est déterminée au préalable par pycnométrie hélium (He) selon la loi de Boyle-Mariotte. Le volume du solide est déduit du déplacement du gaz, ce qui permet d'obtenir la densité intrinsèque, indépendante de la porosité. L'ensemble de ces mesures préalables combinées à la distribution de taille de pore obtenue par porosimétrie Hg permettent la caractérisation complète de la densité et de du volume de porosité présente dans le composite élaboré.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

3. Caractérisations microstructurales et structurales

3.1. Microscopie optique

La microscopie optique par réflexion permet l'observation de la surface des matériaux à partir de l'interaction lumineuse avec le matériau, fournissant des informations sur la morphologie de surface et l'arrangement des différents constituants. Pour ces travaux, le microscope optique Keyence VHX-X1 a été utilisé pour la détermination de la morphologie et de la longueur des fibres et pour la caractérisation *post-mortem* des éprouvettes issues des essais de flexion.

3.2. Microscopies Electroniques

La microscopie repose sur l'interaction électron-matière permettant d'atteindre des résolutions nettement supérieures à celle de la microscopie optique. Cette interaction permet aussi de caractériser la chimie de surface des matériaux analysés. Les techniques d'analyse de microscopie électronique utilisées pour ces travaux et leurs préparations d'échantillons associées sont présentées dans les sous-parties suivantes.

3.2.1. Microscopie Electronique à Balayage (MEB) à émission thermoélectronique (filament W)

Le balayage d'un faisceau d'électrons (5 à 40 eV) issu d'un filament de tungstène (W) chauffé à des températures inférieures à 1000 °C permet d'obtenir une image de la surface de l'échantillon observé à partir des électrons secondaires ou rétrodiffusés. Les images obtenues à partir des électrons secondaires sont utilisées pour les observations de topologie de surface. Alors que les électrons rétrodiffusés qui résultent d'une interaction atomique et donc dépendant du numéro atomique de l'élément chimique balayé par le faisceau, permettent d'obtenir un contraste entre les différents éléments de la surface observée (matrice/fibre/porosité). Des images de la topographie de surface ont aussi été obtenues à partir d'électrons rétrodiffusés lorsque les effets de charge étaient trop importants (souvent le cas pour les matériaux isolants comme l'alumine).

La préparation des matériaux pour l'observation au MEB à filament tungstène (JSM-IT100 InTouchScope™, JEOL) est réalisée par polissage mécanique. Un morceau d'échantillon est découpé puis enrobé sous vide dans une résine époxy thermodurcissable. Une des faces est ensuite polies mécaniquement avec du papier SiC 120 à 4000. La finition consiste en l'application d'une pâte diamantée de 3 puis 1 µm. Une surface plane, polie miroir est obtenue à l'issue d'un protocole de polissage adapté selon la densité des matériaux. Un dépôt conducteur

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

d'or de quelques dizaines de nanomètres est ensuite appliqué sur la surface polie. La poudre, les matériaux non frittés (crus et déliantés) et les éprouvettes de flexion *post-mortem* sont quant à eux directement introduits dans la chambre à vide déposés sur du scotch carbone avec pour la plupart, un dépôt conducteur.

3.2.2. Microscopie Electronique à Balayage (MEB) à émission de champ (FEG)

L'utilisation d'une source à émission de champ permet d'amplifier d'un facteur 100 à 1000 la brillance par rapport à une source thermoélectronique [109]. La résolution de l'image électronique peut ainsi être nettement augmentée, jusqu'à 100 nanomètres selon la nature et la préparation des échantillons.

Pour ces travaux, un MEB FEG est utilisé pour l'observation fine de l'interface fibre/matrice. Pour cela, le polissage de la surface est réalisé par polissage ionique (JEOL Instrument, Cryo Cross Polisher IB-19520CCP). Le bombardement d'ions accélérés d'argon sur une surface avec un angle d'incidence très faible permet d'arracher progressivement atome par atome la matière, sans contact mécanique ni contamination chimique. Ce type de polissage permet de s'affranchir des différences de dureté de la fibre et de la matrice, évitant ainsi la différence de marche entre les deux constituants observés après polissage mécanique. Une zone plane de quelques centaines de μm^2 est réalisée sur la tranche d'un morceau d'échantillon 2x10x10 mm^3 prélevé dans la pastille (Figure 47). Un dépôt de carbone puis un dépôt d'Or-Pd sont appliqués sur la section d'observation.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

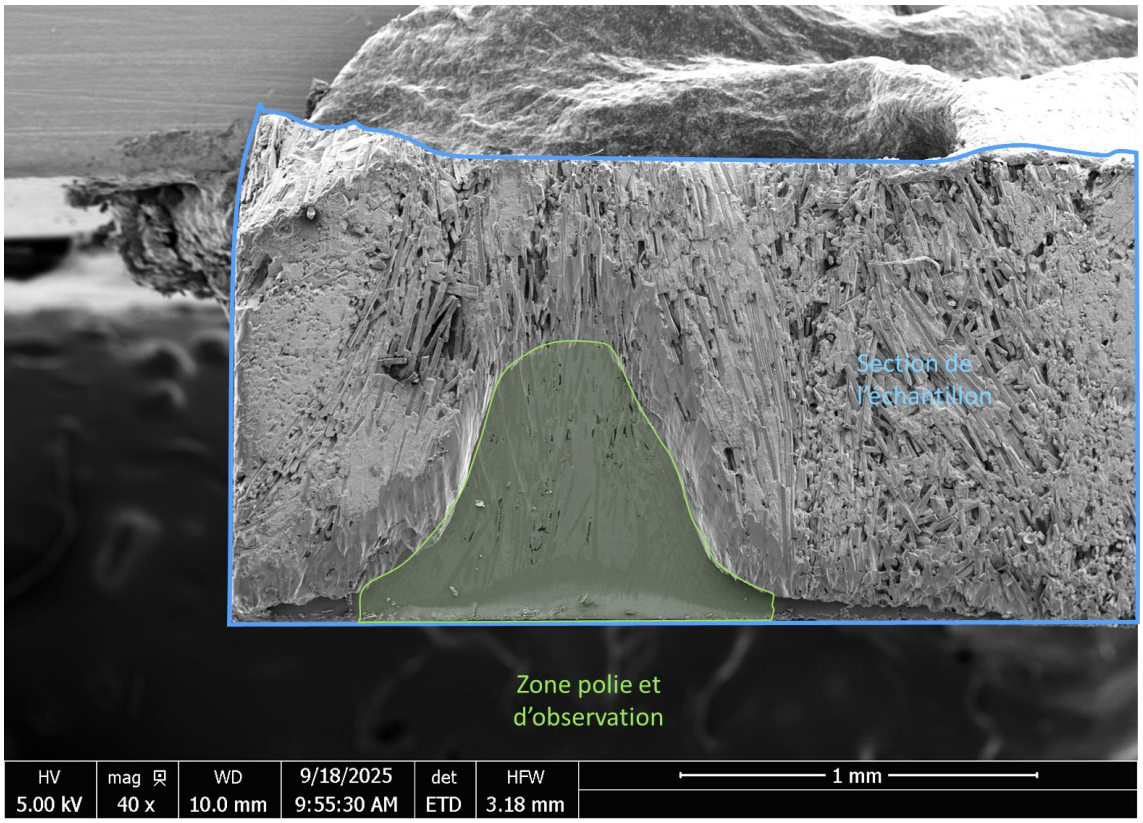


Figure 47 : Zone d'observation pour MEB FEG après polissage ionique

3.2.3. Chimie de surface

L'interaction matière-électron permet d'obtenir la cartographie élémentaire d'une surface. En effet, une microsonde électronique couplée à un MEB ou un MET permet de cartographier un ou plusieurs éléments de la surface observée à partir de l'énergie des rayons X émis par le matériau lorsqu'il est excité par le balayage du faisceau d'électrons (EDS : Energy Dispersive X-ray Spectroscopy). Cette technique permet alors d'observer la répartition spatiale des éléments en surface de l'échantillon avec une résolution correspondant à la poire (volume) d'interaction électronique (MEB : 1 μm^3).

3.3. Analyses d'image

L'analyse d'image permet de quantifier et d'enrichir ainsi les observations obtenues par microscopie optique ou électronique. Les sous-parties suivantes décrivent les méthodes utilisées pour déterminer chacune des valeurs issues de ces analyses.

3.3.1. Facteur de forme de la section des fibres N610™

La section des fibres Nextel610™ 10 000 deniers possède une morphologie non circulaire, de forme ovale. De ce fait, le diamètre circulaire donné par le fournisseur n'est pas

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

représentatif de la section de la fibre. Il est nécessaire de déterminer le facteur de forme de la section et son diamètre équivalent. Le facteur de forme est calculé à partir de la plus petite longueur L_{fmin} parcourant la section de part et d'autre et de la plus grande longueur perpendiculairement L_{fmax} :

$$f = {L_{fmax}}/{L_{fmin}} \qquad \text{Équation 12}$$

Le diamètre équivalent correspond à la moyenne de ces deux diamètres mesurés :

$$Df_{eq} = \frac{L_{fmax} + L_{fmin}}{2} \qquad \text{Équation 13}$$

Pour effectuer ces mesures, plusieurs mèches de fibres ont été enrobées dans une résine selon une direction, avant d'être découpées et polies perpendiculairement (polissage mécanique). Les longueurs caractéristiques ont ensuite été mesurées à partir d'images MEB avec le logiciel Image_J sur une centaine de fibres (Figure 48).

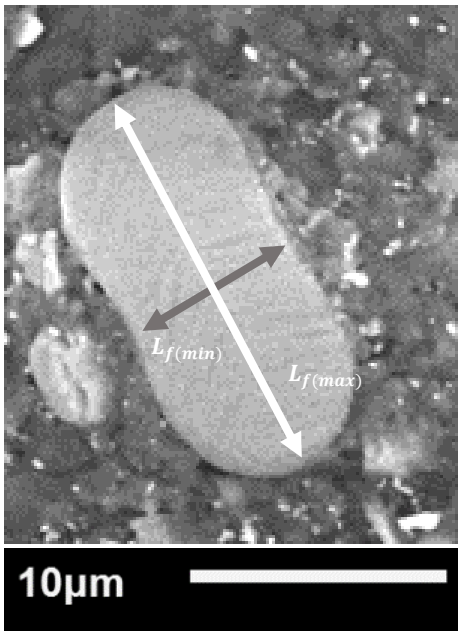


Figure 48 : Mesure des longueurs caractéristiques L_{fmin} et L_{fmax} sur une section d'une fibre N610™ 10 000 deniers observée au MEB

3.3.2. Distribution de la longueur des fibres

Un amas de fibres est prélevé à chaque étape de la mise en forme (lot fournisseur, après mélange et après mise en forme par pressage à chaud) puis dispersé dans de l'eau par agitation ultrasons. Une fois la dispersion complète, l'eau est évaporée. Les fibres dispersées sont ensuite observées l'aide d'un microscope optique numérique sur une surface équivalente à 20 cm^2

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

(Figure 49). Le mode « cartographie » permet d'obtenir une image large (a) avec une résolution élevée (b). La mesure de la longueur d'une fibre est réalisée plus de 200 fois sur une image.

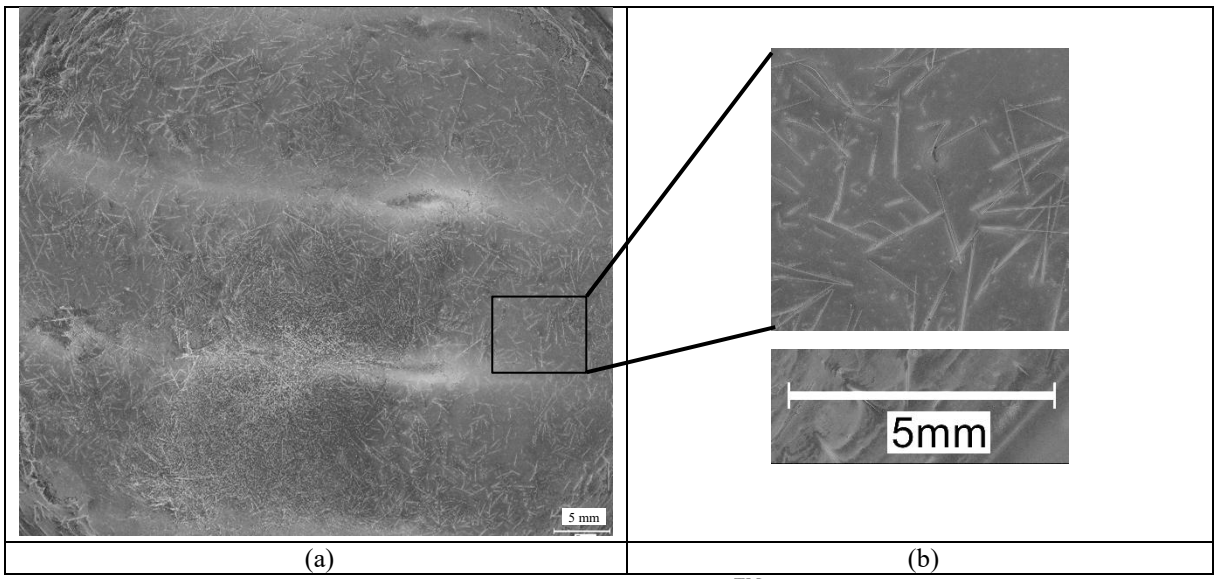


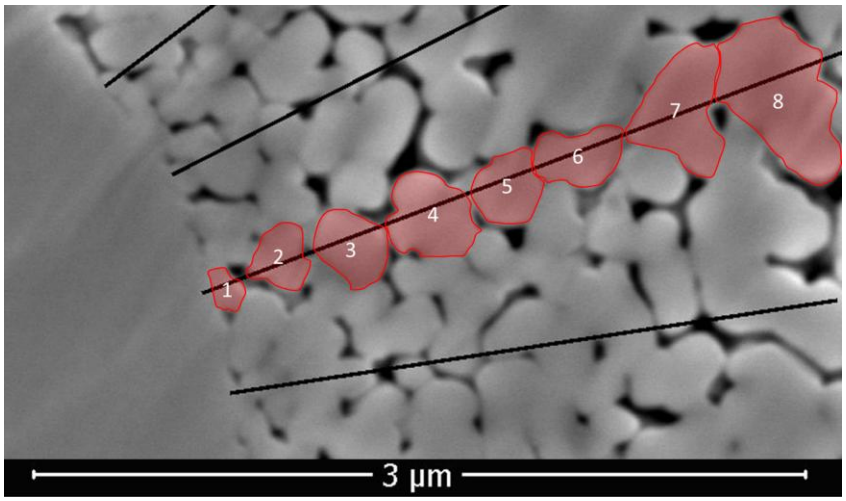
Figure 49 : Observation optique des fibres courtes 3,2 mm N610^{TM} issues du lot fournisseur 3M. (a) Image reconstituée en mode cartographie et (b) un exemple de zone de mesure de la longueur des fibres.

3.3.3. Mesure de la taille des grains par interception linéaire

La mesure de la taille des grains à l'aide de la méthode d'interception linéaire consiste à superposer un ensemble de lignes droites de longueur connue sur une image microstructurale représentative. Cette méthode permet d'estimer la taille moyenne des grains à partir d'observations microstructurales. La taille de chaque grain traversé par la ligne de mesure est mesurée en tenant compte de leur contour (Figure 50). De plus, dans le cas de mesure de taille de grain à l'interface de la fibre, la distance qui sépare chacun des grains mesurés de celle-ci est pris en compte. A partir de ces mesures, il est possible d'estimer une taille moyenne de grain à ± 15 nm, correspondant à l'incertitude moyenne de mesure de la taille des grains.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

(a)



(b)

Grains analysés	1	2	3	4	5	6	7	8	Moyenne
Distance de la fibre (nm)	79	330	631	966	1281	1582	1980	2397	-
Taille mesurée (nm)	142	216	303	340	279	343	334	399	**295 ± 15**

Figure 50 : Méthode de mesure de la taille des grains par interception linéaire (a) et résultats des mesures associées (b).

3.4. Diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X (DRX) identifie les phases cristallines d'un matériau en analysant les pics de diffraction produits par l'interaction d'un faisceau de rayons X avec son réseau atomique selon la loi de Bragg. Cette analyse a été employée pour vérifier la cristallinité des fibres et de la poudre d'alumine.

4. Caractérisations mécaniques

La mesure des propriétés mécaniques constitue la dernière étape de la caractérisation du matériau élaboré permettant d'établir la relation entre le procédé employé, sa microstructure et ses performances.

4.1. Essais de flexion

Les essais de flexion permettent de déterminer la résistance à la flexion et la rigidité du matériau. En flexion, une poutre ou un barreau reposant sur deux appuis est soumis à une charge mécanique appliquée, soit en un point central (flexion trois points), soit en deux points (flexion quatre points). Cet essai permet de solliciter simultanément le matériau en compression au niveau de la face supérieure (en contact avec le/les cylindre(s) interne(s)) et en traction sur la face inférieure (en contact avec les appuis) (Figure 51). Les barreaux testés mécaniquement

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

sont obtenus après usinage des pastilles réalisé par un prestataire spécialisé dans l'usinage de céramiques (SEROP). Un exemple de plan de prélèvement des éprouvettes 45 x 4 x 3 mm^3 et 25 x 4 x 3 mm^3 dans les pastilles frittées est illustré sur la Figure 52.

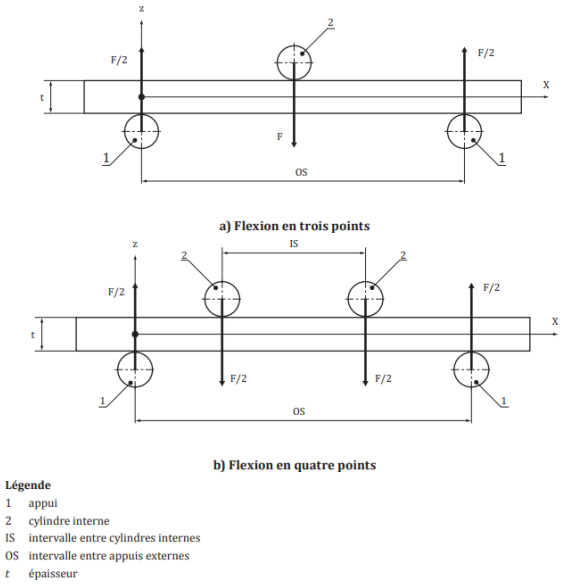


Figure 51 : Essais de flexion 3 points (a) et 4 points (b) [NF EN ISO-17138][110]

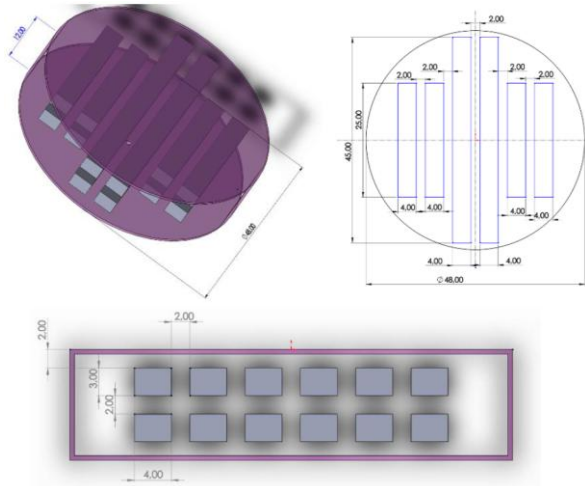


Figure 52 : Prélèvement des barreaux de flexion dans les pastilles frittées

Pour ces travaux de thèse, des essais de flexion 4 points à température ambiante ont été réalisés sur des barreaux 45 x 4 x 3 mm^3 en suivant la norme NF EN ISO-17138 [110]. L'essai de flexion est réalisé sur une machine de traction INSTRON 5866. Le montage expérimental est présenté sur la Figure 53. La distance entre appuis supérieurs IS est de 20 mm et la distance entre appuis inférieurs OS de 40 mm. Le suivi et l'enregistrement de la force sont assurés par une cellule de force 5 kN pour un déplacement de la traverse fixé à 0,2 $mm.min^{-1}$. La mesure de la déformation en traction est aussi obtenue à partir d'une jauge de déformation collée sur le barreau entre les appuis (enregistrement via un module Vishay Precision Group, CEA-06-250UW-350).

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés



Figure 53 : Montage expérimental des essais de flexion 4 points (T_{amb})

La contrainte σ est déterminée à partir de l'Équation 14 tenant compte des dimensions du montage de flexion 4 points, de la largeur b et de l'épaisseur t de l'éprouvette ainsi que de la force appliquée F lors de l'essai :

$$\sigma = \frac{3F(OS - IS)}{2bt^2} \qquad \textbf{Équation 14}$$

Le déplacement peut être déterminé soit à partir du déplacement de la traverse f_a (flèche), soit à partir des microdéformations mesurées par la jauge en traction. Le calcul du déplacement de la flèche (Équation 15) ne tient pas compte de la rigidité de la machine. Les déformations mesurées par la jauge reflètent uniquement la déformation de l'éprouvette et ne sont pas influencées par le dispositif expérimental. Pour ces raisons, le module élastique E est calculé à partir de la déformation enregistrée par de jauge (voir sous-partie suivante). Toutefois, dans le cas d'un matériau composite avec reprise d'effort après l'apparition de la première fissure, la jauge ne détecte plus de déformation, ce qui ne permet pas d'observer ce comportement. Ainsi, les courbes contrainte-déformation sont tracées en fonction de la déformation déduite du déplacement de la flèche.

$$\varepsilon = \frac{6tf_a}{(OS - IS)(OS + 2IS)} \qquad \textbf{Équation 15}$$

Des essais de flexion 4 points en température ont été réalisés au laboratoire MATEIS (INSA Lyon) avec le montage de la Figure 54 sur des éprouvettes 45 x 4 x 3 mm^3. La déformation lors de l'essai est enregistrée via un capteur LVDT (enregistrement de la flèche de l'éprouvette) et via le déplacement de la vis et donc des rouleaux. Cependant les mesures par LVDT permettent de s'affranchir de la déformation en température du montage en alumine.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

C’est pourquoi les courbes contrainte-déformation correspondent aux mesures par LVDT, ainsi tout comme la détermination du module de flexion des éprouvettes. Les températures d’essais sont de 700 °C et 1000 °C avec une rampe de montée en température fixée à 5 °C.min^{-1}. Les cycles thermiques appliqués lors des essais sont présentés sur la Figure 55.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

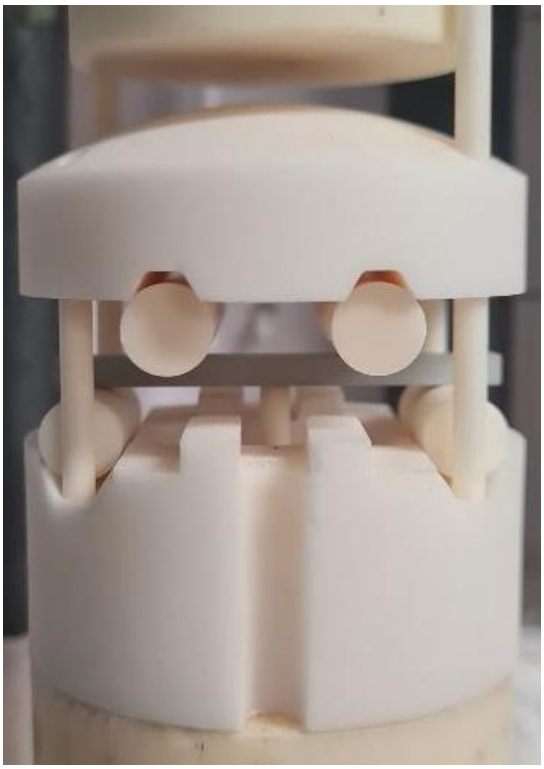


Figure 54 : Montage expérimental des essais de flexion 4 points en température (700 et 1000 °C)

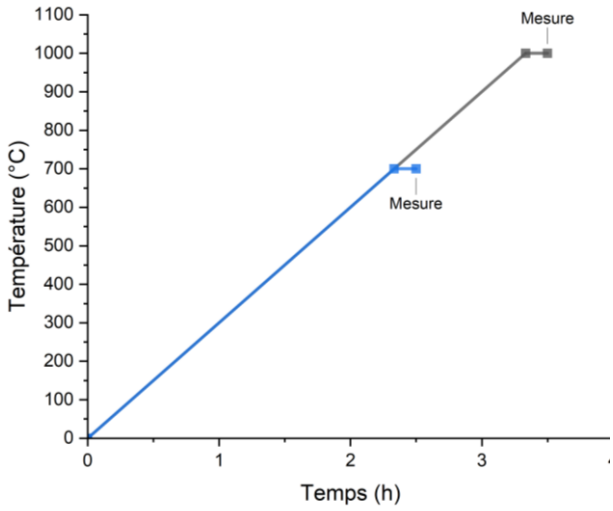


Figure 55 : Cycles thermiques appliqués lors des essais de flexion en température : 700 et 1000 °C

4.2. Propriétés élastiques

Le module d'élasticité E, ou module d'Young, caractérise la rigidité d'un matériau dans le domaine élastique. Le module dépend de la nature de la céramique, mais aussi de sa densité après frittage. Le module élastique des éprouvettes testées en flexion 4 points est déterminé avant essai par la technique d'excitation par impulsion. Cette méthode non destructive permet de calculer le module élastique à partir des résonances acoustiques obtenues après un léger impact induit par un petit impacteur (Figure 56). La fréquence de résonance f_1 est acquise par

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

le microphone de l'appareil GrindoSonic Mk5i. Le module est déterminé à partir de l'équation suivante définie par la norme ISO 12680-1 [111] :

$$E = 0{,}9465\left(\frac{m{f_1}^2}{b}\right)\left(\frac{L^3}{t^3}\right)T_1 \qquad \text{Équation 16}$$

Où

m est la masse de l'éprouvette, en grammes;

b est la largeur de l'éprouvette, en millimètres;

L est la longueur de l'éprouvette, en millimètres;

t est l'épaisseur de l'éprouvette, en millimètres;

f_1 est la fréquence de résonance fondamentale de l'éprouvette en flexion, en hertz;

T_1 est le facteur de correction du mode fondamental en flexion

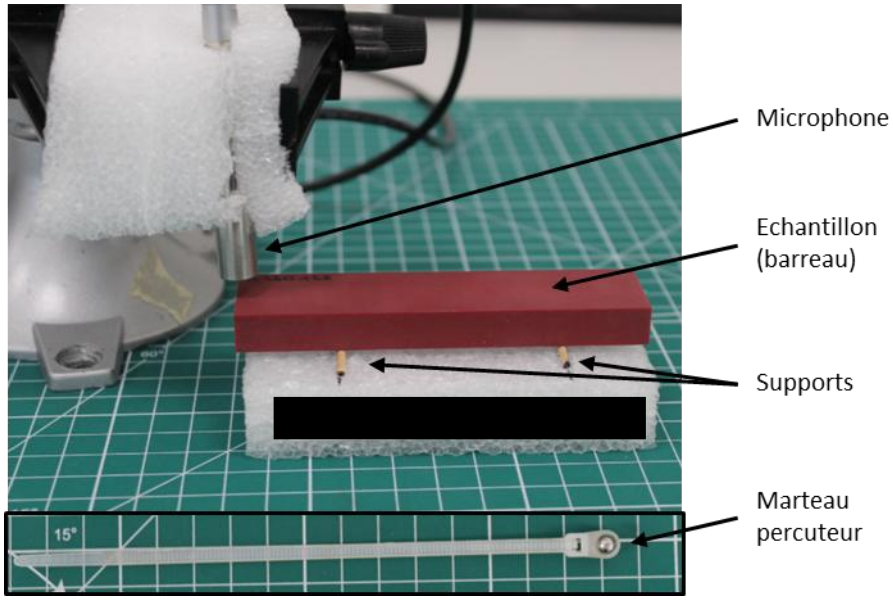


Figure 56 : Dispositif expérimental de mesure du module d'Young par résonance acoustique

Le module d'Young de flexion est déterminé à partir de la régression linéaire de la zone linéaire-élastique de la courbe contrainte-déformation. Cette courbe est obtenue à partir des déformations mesurées par la jauge de déformation pour les essais à T_{amb}, lesquelles reflètent directement la réponse mécanique de l'éprouvette, indépendamment de la compliance du dispositif d'essai. (Figure 57).

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

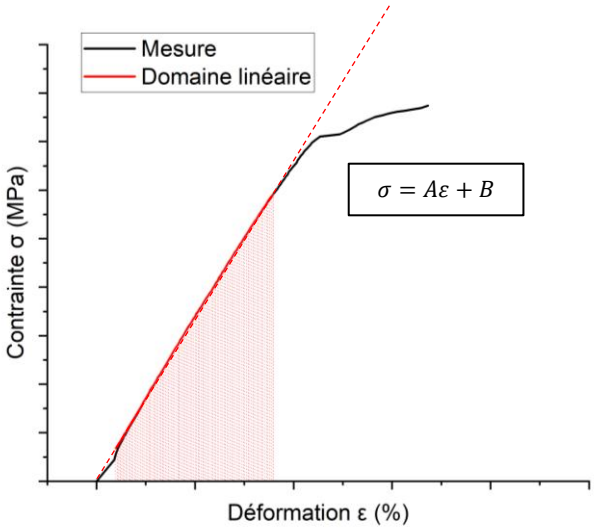


Figure 57 : Illustration de la détermination du module d'Young de flexion par régression linéaire de la zone élastique.

Enfin, des mesures du module élastique E par résonance acoustique en température ont pu être réalisées au CEA du site de Saclay. Pour cela, des éprouvettes spécifiques de dimensions 12 x 40 x 2 mm^3 ont été usinées dans des pastilles composites. Un dispositif de mesure en température spécifique (RFDA HT1600) a été mis en place pour que la mesure du module par résonance soit réalisée toutes les minutes pendant la chauffe sous air du système jusqu'à 1300 °C (Figure 58). Les rampes de températures sont fixées ± 5 $°C.min^{-1}$ et la température de palier (1300 °C) est maintenue pendant trois heures.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

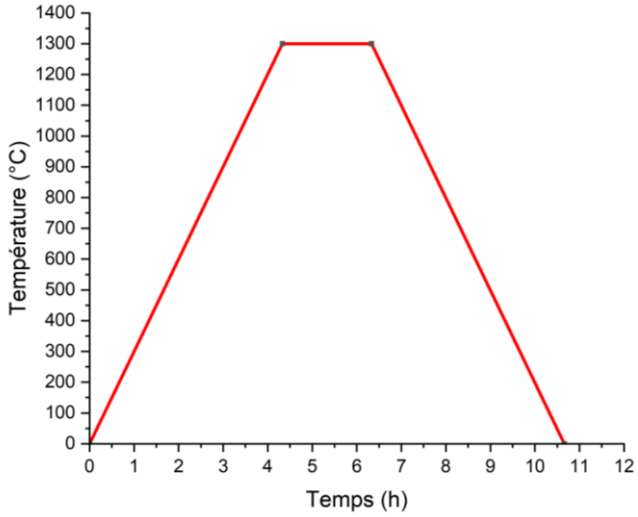


Figure 58 : Cycle thermique appliqué lors des essais de mesure du module d'Young par résonance acoustique

4.3. Ténacité

La mesure de la ténacité des différentes compositions est réalisée par des essais flexion 4 points sur éprouvette entaillée. La méthode SENB (*Sigle Edge Notched Beam*) est employée. Des éprouvettes de dimensions 25 x 4 x 3 mm^3 ont été utilisées pour ces essais. Les entailles de préfissuration ont été réalisées à l'aide d'une de scie droite de 0,3 mm dans la largeur de l'éprouvette. La profondeur d'entaille correspond à 33 % de la largeur de l'éprouvette, soit 1,2 mm, volontairement élevée afin d'amorcer le plus tôt la fissure et faire apparaître un domaine d'accroissement instable mesurable. L'entaille de préfissure a été réalisée à l'aide du dispositif illustré sur la Figure 59. La profondeur et la largeur de l'entaille sont contrôlées par microscopie optique. Les éprouvettes entaillées sont ensuite soumises à un essai de flexion 4 points. L'intervalle des entre appuis supérieurs et inférieurs est de 10 et 20 mm respectivement.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés



Figure 59 : Dispositif d'entaille à scie droite pour les essais SENB

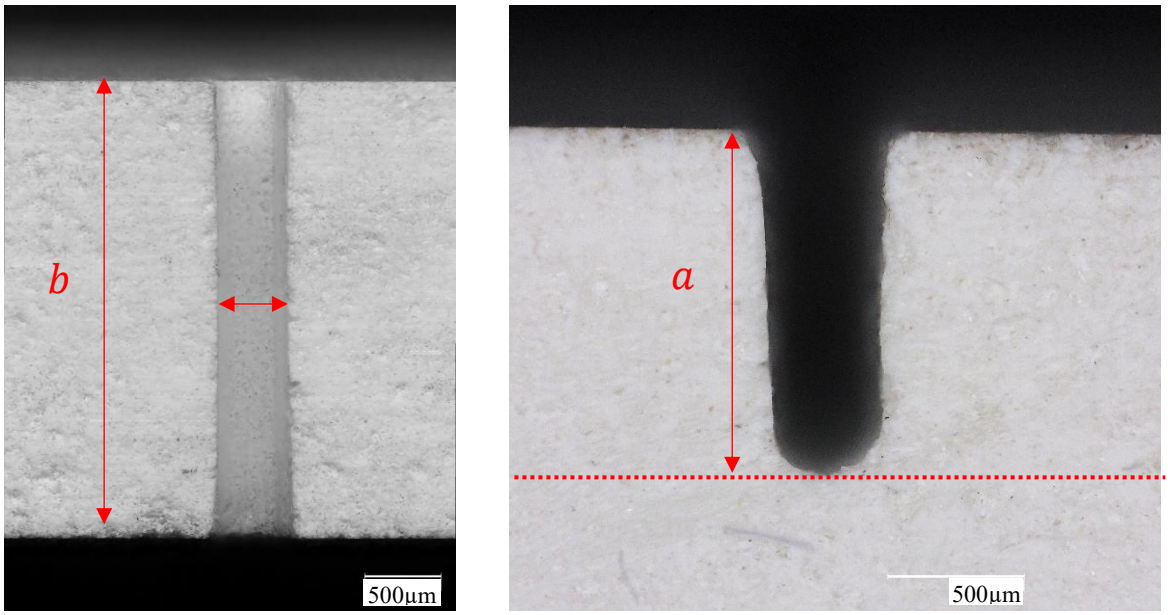


Figure 60 : Mesure de la largeur et de la profondeur d'entaille de préfissure pour les essais SENB

La ténacité à la rupture K_I est calculée à partir de la charge à rupture σ mesurée lors de l'essai SENB, de la profondeur d'entaille, de la largeur de l'éprouvette et d'une fonction géométrique $F\left({}^{a}/_{b}\right)$ dépendant du rapport ${}^{a}/_{b}$:

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

$$K_I = \sigma\sqrt{\pi a}\, F(a/b) \qquad \text{Équation 17}$$

Pour le domaine $1 < a/b < 1{,}2$, la fonction géométrique peut être exprimée sous la forme polynomiale approchée suivante :

$$F\left(a/b\right) = 1{,}122 - 0{,}231\left(a/b\right) + 10{,}550\left(a/b\right)^2 - 21{,}710\left(a/b\right)^3 + 30{,}382(a/b)^4 \qquad \text{Équation 18}$$

4.4. Caractérisations post-mortem

La caractérisation dite *« post-mortem »* consiste à observer les éprouvettes testées mécaniquement. La plupart des essais menant à la rupture des éprouvettes, les faciès de rupture ont été caractérisés par microscopie optique et quand cela est nécessaire par microscopie électronique. Cela permet d'observer le mode de propagation de la fissure et de constater la présence ou non de décohésions fibre/matrice par exemple. Les observations *post-mortem* complètent et enrichissent les analyses concernant les mécanismes de déviation de fissures.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Chapitre 3 - Méthode d'Elaboration du Composite à Matrice Céramique à Fibres Courtes (FC-CMC)

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

1. Sélection du liant d'alumines monolithiques

L'élaboration de CMC oxyde/oxyde par voie humide nécessite la préparation d'une barbotine céramique capable d'imprégner des préformes fibreuses. Cette étape consiste en la mise en suspension d'une poudre dite « matricielle » (qui constituera dans le matériau final la matrice) à l'aide d'un liant. Dans le cas de l'élaboration de composites à fibres courtes (ou discontinues), les propriétés de la suspension ne sont pas celles recherchées pour l'imprégnation de préformes. En effet, la performance de la suspension est régie par sa capacité à incorporer les fibres courtes dispersées dans le volume du matériau final et constituer une pièce crue solide et intègre après mise en forme. Il a été choisi d'utiliser le moulage comme technique de mise en forme car celle-ci offre la possibilité d'obtenir des pièces de forme.

La première partie de chapitre ainsi est consacrée au développement de suspensions d'alumine avec l'utilisation de trois liants polymère de natures différentes. L'objectif est de mettre en œuvre un monolithe d'alumine avec une densité relative supérieure à 65 % pour une microstructure fine et homogène comportant peu de macropores. Ces critères sont choisis de manière optimiser les propriétés mécaniques de la matrice alumine et répondre aux exigences du concept de matrice faible [112], [113]. Enfin, il a été choisi d'utiliser un frittage naturel d'une heure à 1200 °C sous air comme traitement thermique, température assurant la préservation des propriétés mécanique des fibres Nextel610^{TM} [33].

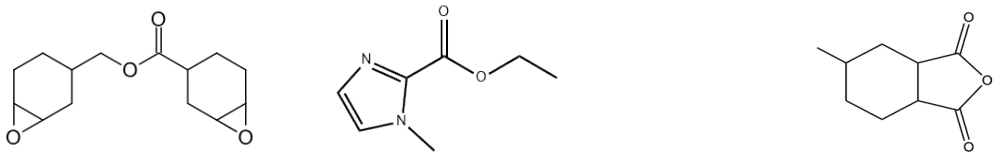
Toutes les étapes de mise en suspension sont détaillées dans les sous-parties suivantes ainsi que les étapes de mise en forme associées selon la nature du liant utilisé (thermodurcissable, thermoplastique et précurseur de silice). La caractérisation des suspensions est réalisée à partir du niveau de viscosité et de leurs capacités à être manipulées pour le moulage de la pièce « crue ». La fraction volumique (ou massique) optimale correspond à la fraction maximale de poudre d'alumine pour laquelle la suspension reste manipulable et de viscosité adaptée pour moulage. Une fois la fraction massique de liant et la fraction volumique de charge déterminées, le matériau cru est mis en forme pour ensuite être traité thermiquement. Les calculs associés à la détermination des fractions massiques des différents composants sont détaillés en annexe 1. Le monolithe d'alumine est ensuite analysé quant à sa densité et sa microstructure. Enfin, le monolithe d'alumine satisfaisant l'ensemble de ces critères sera sélectionné comme la matrice alumine de référence pour l'élaboration du FC-CMC.

1.1. Liant thermodurcissable (réactif)

Le liant thermodurcissable utilisé pour cette étude est un liant époxy bi-composants : la partie A est composée d'un monomère diépoxydé portant deux fonctions époxy cycloaliphatique associé avec 1 % d'éthylméthlimidazole (EMI) jouant le rôle d'accélérateur

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

de polymérisation ; la partie B est un durcisseur, l'anhydre méthylhexahydrophtalique (MHHPA). Leur structure chimique sont indiquées sur la Figure 61 et conduit à l'issue d'une étape de polymérisation, à un réseau époxy donc insoluble et infusible. L'utilisation de ce système réactif thermodurcissable permet d'obtenir une barbotine chargée sans ajout de solvant pour ensuite être mise en forme par réticulation à chaud (120 °C/30 min puis 180 °C/3 h). La réaction de réticulation par polyaddition en température commence par l'ouverture du cycle époxy sous l'action du durcisseur. Les groupes hydroxyle formés peuvent ensuite réagir avec d'autres groupes époxy ou anhydride, conduisant à la formation d'un réseau tridimensionnel de liaisons covalentes. La réaction se poursuit jusqu'à ce que la plupart des groupes réactifs (époxy et anhydride ou amine) soient consommés.



Base époxyde EMI MHHPA

Partie A **Partie B**

Figure 61 : Structures chimiques des co-monomères du liant thermodurcissable

L'utilisation d'un liant réactif époxy pour la mise en œuvre de barbotine d'alumine permet de s'affranchir de solvant et d'obtenir une tenue mécanique élevée après réticulation. Cependant, son utilisation conduit à un taux d'organique élevé dans les pièces crues.

1.1.1. Détermination de la fraction volumique optimale d'alumine

La première étape du protocole consiste à mélanger les parties A et B du liant réactif époxy dans un rapport massique 130/100. L'étape de dispersion est réalisée au SpeedMixer® à faible vitesse de rotation pendant 5 minutes. La poudre d'alumine ALTEO est ensuite ajoutée progressivement par fractions de 10 %vol jusqu'à 50 %vol. Chaque ajout est suivi d'une étape de mélange manuelle (spatule) pour éliminer les macro-agglomérats de poudre puis les charges sont dispersées dans le liant au SpeedMixer® à la vitesse de rotation maximale. Pour prévenir un échauffement excessif de la barbotine lors du mélange par SpeedMixer®, susceptible de provoquer un début de polymérisation, voire une réticulation prématurée du liant époxy, la durée de mélange a été limitée à une minute à la vitesse maximale. À l'issue de chacun des ajouts, la barbotine est qualifiée selon sa viscosité et sa capacité à être injectée à travers une seringue de 10 mL (Tableau 10). En considérant ces critères, le taux de charge optimal est atteint avec 30 %vol de poudre d'alumine, selon la composition donnée dans le Tableau 11.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Tableau 10 : Qualification d'une barbotine à base du liant époxy selon le taux de charge volumique de la poudre d'alumine (ALTEO).

Taux de charge (%vol)	10	20	30	40	50
Qualification	Liquide Injectable	Liquide Injectable	Visqueux Injectable	Très visqueux Difficilement injectable	Pâte Non injectable

Tableau 11 : Composition optimale de la barbotine à base du liant époxy pour mise en œuvre d'une alumine (ALTEO).

Constituants	Fraction massique (%m)	Fraction volumique (%vol)
Poudre	61,3	30,0
Liant	38,7	70,0
Solvant	0,0	0,0

1.1.2. Mise en forme

30,34 $\pm$ 0,01 grammes de suspension à base de liant époxy sont introduits dans un moule en aluminium (Figure 62) maintenu ouvert. Le moule est ensuite placé dans une étuve sous air ventilée à 120 °C pendant 30 minutes puis à 180 °C pendant 3 heures. À l'issue du cycle thermique, l'ensemble du système est réticulé (réticulation par polyaddition), étape s'effectuant sans perte de masse. Une pastille durcie est obtenue après refroidissement à température ambiante. La masse volumique apparente est obtenue à partir de la mesure géométrique du volume de la pastille et de sa masse après réticulation. La géométrie de la pastille est illustrée sur Figure 62 et le volume est calculé à partir de l'Équation 19. La masse volumique apparente est mesurée à 1,73 $\pm$ 0,05 g.cm^{-3}. La pastille est prête à être introduite dans le four de traitement thermique pour déliantage (élimination de la phase liant) et frittage.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

$$V_{cône\ tronqué} = \frac{h}{3} \cdot \left(A_{sup} + A_{inf} + \sqrt{A_{sup} \cdot A_{inf}} \right) \qquad \text{Équation 19}$$

avec $A = \pi(\frac{D}{2})^2$

Dimensions du moule : D_{inf} = 3,5 cm ; D_{inf} = 4,5 cm ; h = 1,5 cm

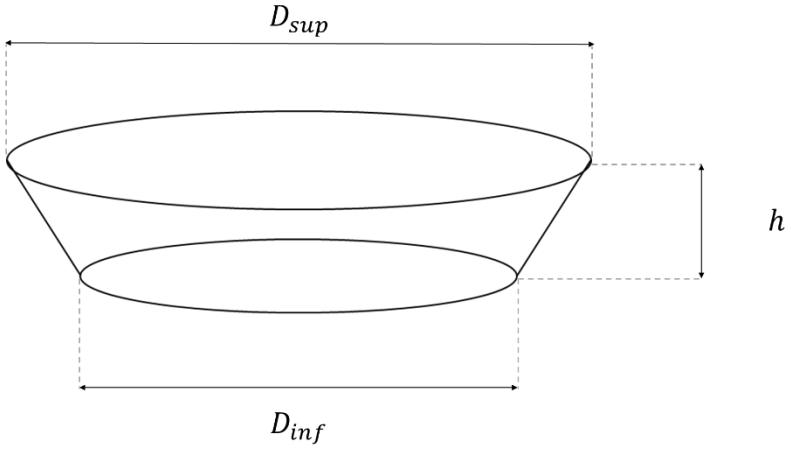


Figure 62 : Volume de la pastille après réticulation du liant époxy

1.1.3. Traitement thermique

Afin de définir la plage de température de dégradation du polymère, une analyse thermogravimétrique (ATG) a été réalisée sur la résine époxy réticulée (Figure 63). La perte de masse d'environ 3 % entre 0 et 150 °C correspond à l'élimination de l'eau. La perte de masse reste ensuite stable jusqu'à 300 °C puis augmente lorsque la dégradation du polymère débute. L'élimination du polymère se déroule essentiellement sur la plage de températures [320 – 400 °C] et devient totale à partir de 520 °C. Le thermogramme met en évidence l'élimination brutale du liant époxy, c'est-à-dire sur une plage de températures réduite et la masse de résidus carbonés finale correspond à 0,137 % de la masse initiale introduite, confirmant l'élimination de la quasi-totalité du polymère en température (caractère fugitif). La plage de température de déliantage est choisie avec une marge de température pour s'assurer que la dégradation du polymère ait lieu lors de la rampe lente de température. Elle est fixée entre 250 et 550 °C pour ce liant époxy. Le cycle thermique appliqué pour le frittage de cet échantillon est donné sur la Figure 64. À l'issue du traitement thermique, une pastille d'alumine monolithique est obtenue.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

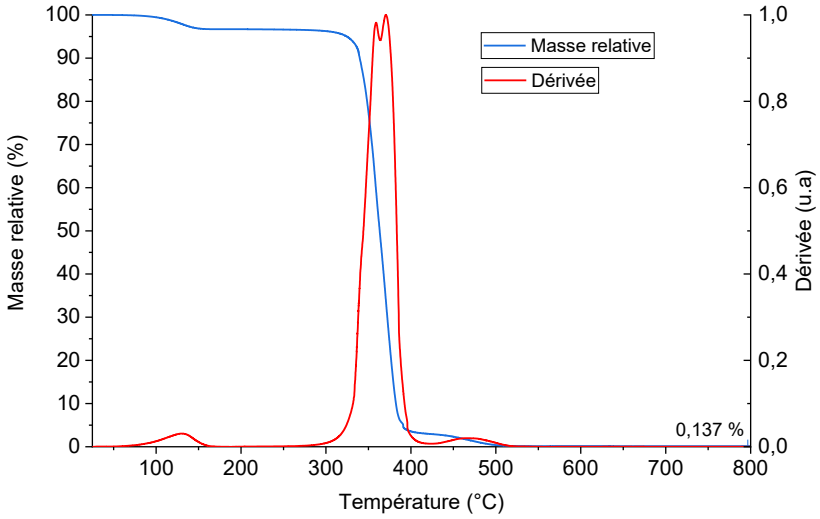


Figure 63 : Thermogramme s (perte de masse et dérivée en fonction de la température) du liant réactif époxy cycloaliphatique réalisée sous air à 10 °C.min^{-1} jusqu'à 800 °C

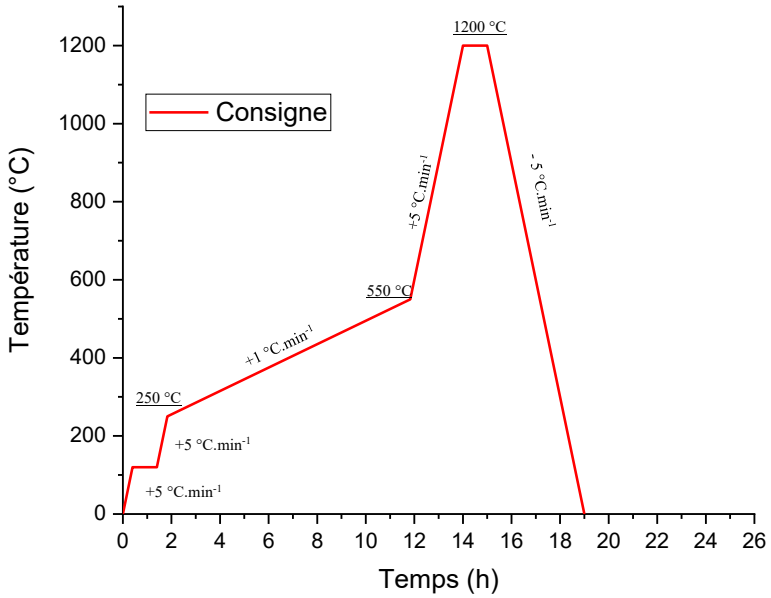


Figure 64 : Cycle thermique adopté pour le frittage naturel (PS) à 1200 °C/1 h pour une pastille d'alumine (ALTEO) élaborée à partir du liant réactif époxy

Le tableau 3 présente l'évolution de la masse volumique du matériau monolithe avant et après traitement thermique. Un retrait volumique de 24 ± 1 % est constaté entre la pastille crue et la pastille frittée. Pour autant, la masse volumique apparente mesurée géométriquement est plus faible après traitement thermique. Cela peut s'expliquer par le fait que le retrait volumique ne compense pas la perte de masse liée à l'élimination de la partie organique du matériau cru. Ainsi, les densités relatives obtenues par mesures géométriques et par pesée hydrostatique ne sont que de 39 ± 1 % et 42,6 ± 0,1 %. L'écart de densité relative peut

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

s'expliquer par le fait que la pastille possède des surfaces très irrégulières, des aspérités importantes et des canaux de porosité. Le volume mesuré géométriquement est ainsi surestimé, conduisant à une plus faible densité relative. Enfin, les résultats de mesures par pesée hydrostatique montrent que la porosité est exclusivement ouverte, traduisant la présence d'un réseau poreux constitué de canaux interconnectés. La perte de masse après traitement thermique correspond exactement à la masse initiale de liant époxy réticulé présent dans la pastille, indiquant que la totalité de la partie organique a été éliminée.

Tableau 12 : Masses volumiques, densités relatives et retrait volumique d'une pastille d'alumine (ALTEO) monolithique obtenue à partir du liant époxy et après un traitement thermique de 1200 °C/1 h ; (1) Mesures géométriques ; (2) Mesures par pesée hydrostatique.

Traitement thermique	Retrait volumique (1) (%)	Masse volumique apparente (1) ($g.cm^{-3}$)	Densité relative (1) (%)	Masse volumique apparente (2) ($g.cm^{-3}$)	Densité relative (2) (%)
1200 °C 1 h	24 ± 1	1,55 ± 0,05	39 ± 1	1,69 ± 0,01	42,6 ± 0,1

Les observations par MEB du cœur de la pastille rapportées Figure 65 mettent en évidence la présence importante de macropores de plusieurs centaines de microns de diamètre. La présence de ces nombreux macropores résiduels peut être attribuée à l'élimination du liant époxy. En effet, la dégradation rapide (c'est-à-dire sur une plage de températures étroite) de ce type de polymère créée un réseau poral interconnecté important, sans que la densification de la matrice ne soit suffisamment importante pour les combler. De plus, quelques agglomérats de particules frittées de quelques dizaines de microns de diamètre sont observées alors que dans d'autres zones, l'état de frittage est peu avancé. Ces hétérogénéités morphologiques révèlent des problèmes de dispersion initiale de la poudre d'alumine dans le liant époxy avant réticulation.

Ces observations confirment les résultats obtenus par mesure de densité. La teneur trop élevée en liant époxy, celle-ci représentant 70 % en volume dans la pastille crue, est un facteur limitant pour l'obtention d'une matrice alumine frittée à 1200 °C suffisamment dense et homogène pour être envisagée pour l'élaboration du composite à fibres courtes.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

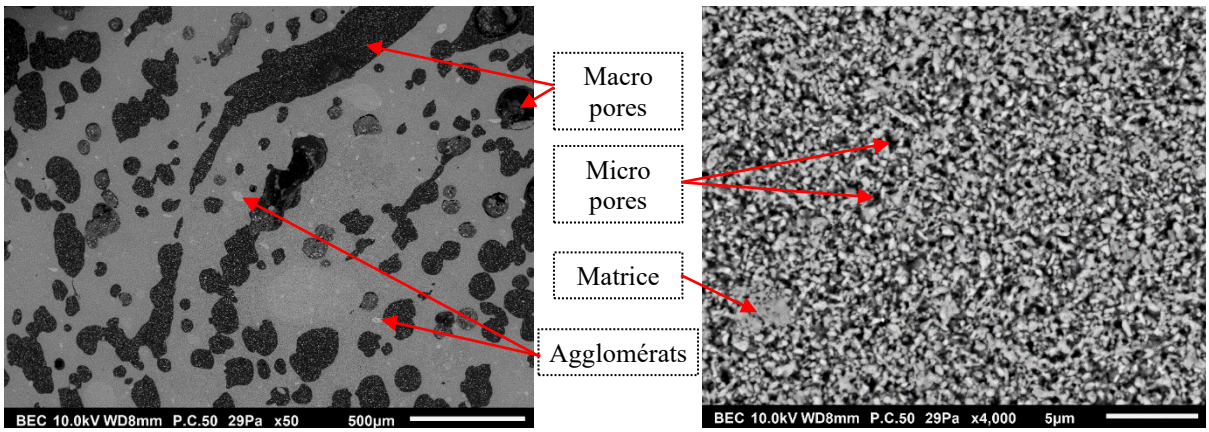


Figure 65 : Micrographies MEB d'un monolithique d'alumine (ALTEO) enrobé-poli élaboré à base du liant époxy. À gauche, observation à faible grandissement ; à droite, observation à fort grandissement.

1.2. Liant thermoplastique

Le liant thermoplastique choisi pour ces travaux est le polyvinylalcool (PVA). Il s'agit d'un polymère couramment utilisé comme liant dans la littérature [114]–[118] pour la formulation des O-CMC car soluble dans un grand nombre de solvants, notamment l'eau ou l'éthanol, facilitant sa mise en œuvre.. Le PVA est obtenu par hydrolyse du poly(acétate de vinyle) laissant le plus souvent des groupements acétate secondaires en faible proportion [117]. Ces groupements résiduels permettent de stabiliser le polymère (PVA) limitant la réaction de dépolymérisation [119]. La structure du polymère est donnée ci-dessous (Figure 66).

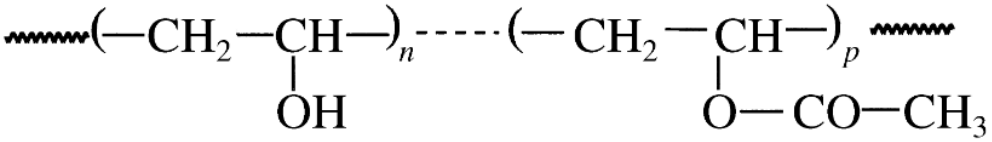


Figure 66 : Structure chimique du-polyvinylalcool (PVA)

1.2.1. Détermination du taux de charge volumique optimal en alumine

Plusieurs taux massiques de PVA ont été évalués (1, 2, 5 et 10 %m par rapport à la masse totale de la suspension) afin de garantir la bonne tenue du cru après pressage à chaud. Suite à ces tests, le taux massique de PVA a été fixé à 5 % puisqu'une bonne homogénéité quel que soit le taux de charge en poudre et une tenue mécanique du cru suffisante sont assurés. Pour ce faire, le PVA, sous la forme de granulés, est dissout à 25 %m dans de l'eau déionisée sous agitation magnétique à 70 °C pendant 24 h. Une solution mère homogène de faible viscosité est

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

ainsi obtenue après le refroidissement naturel à température ambiante. La première étape du protocole de mélange de la barbotine à base de liant PVA consiste en l'ajustement de la concentration massique de PVA par l'incorporation progressive d'eau déionisée. Cette étape est réalisée à l'aide d'un mélangeur de type SpeedMixer® à la vitesse moyenne (env. tr/min) pendant 5 minutes à température ambiante. Une première moitié de la masse de poudre d'alumine (ALTEO) est ajoutée à la suspension avant d'être mélangée à la spatule pour ensuite être dispersée au SpeedMixer® à vitesse maximale pendant 2 minutes. La seconde moitié de la masse de poudre est ajoutée en suivant les mêmes étapes de mélange. Les barbotines obtenues sont qualifiées avec les mêmes critères que pour les barbotines obtenues à base du liant époxy (Tableau 13). Le taux de charge 40 % en volume a été identifié comme optimal pour la fabrication de pastilles d'alumine monolithiques à partir de 5 %m de liant PVA (Tableau 14).

Tableau 13 : Caractéristiques d'une barbotine à base du liant PVA (5% massique par rapport à la masse totale de la suspension) selon le taux de charge volumique de la poudre d'alumine (ALTEO).

Taux de charge (%vol)	10	20	30	40	50
Qualification	Liquide Injectable	Liquide Injectable	Visqueux Injectable	Visqueux Injectable	Pâte Non injectable

Tableau 14 : Composition de la barbotine monolithique optimale à base du liant PVA (5% massique par rapport à la masse totale de la suspension)

Constituants	Fraction massique (%m)	Fraction volumique (%vol)
Poudre	71,8	40,0
Liant	5,00	8,71
Solvant	23,2	51,3

1.2.2. Mise en forme

La mise en forme par pressage à chaud est utilisée pour la barbotine obtenue à partir du liant PVA. 35,19 ± 0,01 grammes de barbotine sont introduits dans une matrice de pressage cylindrique de diamètre 32 mm. La suspension est ensuite séchée très progressivement jusqu'à 120 °C avant d'être pressée à chaud sous une pression de 25 MPa. La pastille monolithique obtenue à partir du liant PVA possède une masse volumique apparente de 2,23 ± 0,05 $g.cm^{-3}$. Le pressage à chaud avec 5 %m de PVA permet d'obtenir une pastille facilement démoulable présentant une bonne tenue mécanique.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

1.2.3. Traitement thermique

L'élimination de ce polymère est possible par traitement thermique sous atmosphère oxydante. *Dunn et al.* [119] ont étudié les mécanismes de la décomposition par traitement thermique du PVA. Ils expliquent que deux réactions peuvent intervenir ; *(i)* l'élimination de l'eau et de l'acide acétique correspondant à 80 % de la perte de masse ; *(ii)* la dépolymérisation du polymère conduisant à la formation d'acétaldéhydes et d'aldéhydes insaturés représentant 20 % de la perte totale de masse.

Afin de d'observer les différents mécanismes de dégradation de ce liant, une analyse thermogravimétrique (ATG) (Figure 67) a été réalisée sur le liant PVA seul (Mewiol, Sigma Aldrich, $M_w = 31\ 000$ g.mol^{-1}). Une perte de masse (≈ 4 %) est constatée entre 50 et 200 °C correspondant à l'évaporation de l'eau résiduelle à la surface de la poudre polymère. La dégradation du PVA débute à 230 °C et semble se terminer à 550 °C. La dégradation du polymère comporte trois parties : la dépolymérisation, l'élimination et la cyclisation. D'après *Je-Kueng Shie et al* [120], la dépolymérisation et la déshydratation ont lieu dans premier temps ([230-470] °C) pour ensuite laisser place à la cyclisation intramoléculaire et la pyrolyse des monomères dans un second temps ([470-550] °C). La cyclisation intramoléculaire est provoquée par les résidus issue dépolymérisation lors de la première étape de dégradation. L'ensemble de ces mécanismes permettent l'élimination progressive et quasi-totale du PVA dans une plage de température plus large que celle observée pour le liant époxy. Cependant, des résidus carbonés au-delà de 750 °C sont présents à hauteur de 1,64 %m, certainement issus de la cyclisation du polymère.

La plage de déliantage choisie de [170-600] °C permet donc de s'assurer que l'élimination progressive du liant PVA soit effective lors de la rampe de 1 °C.min^{-1}. Ainsi, la pastille crue de 27,02 ± 0,01 g est ensuite introduite dans le four de frittage pour subir le cycle thermique donné sur la Figure 68.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

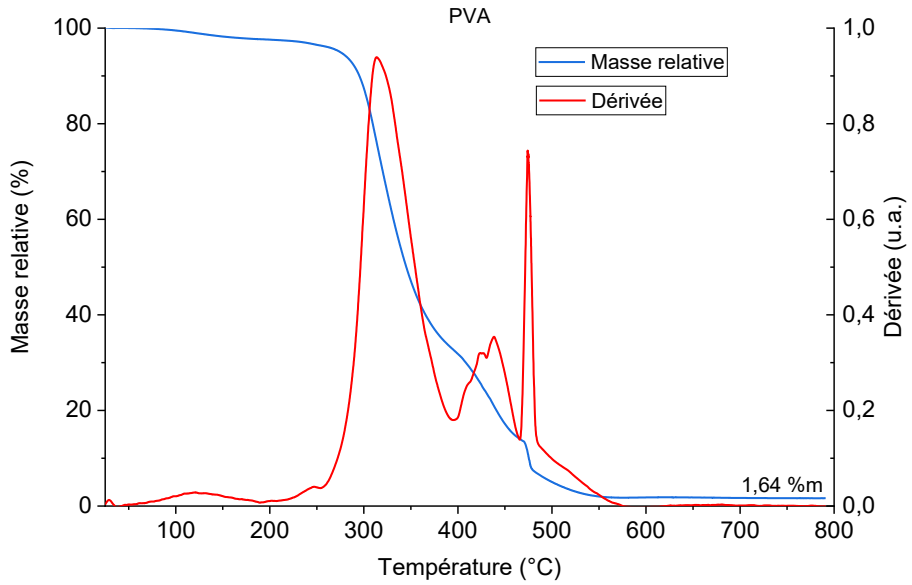


Figure 67 : Thermogrammes ATG (perte de masse et sa dérivée) du liant PVA seul réalisée sous air à 10 °C.min^{-1}.

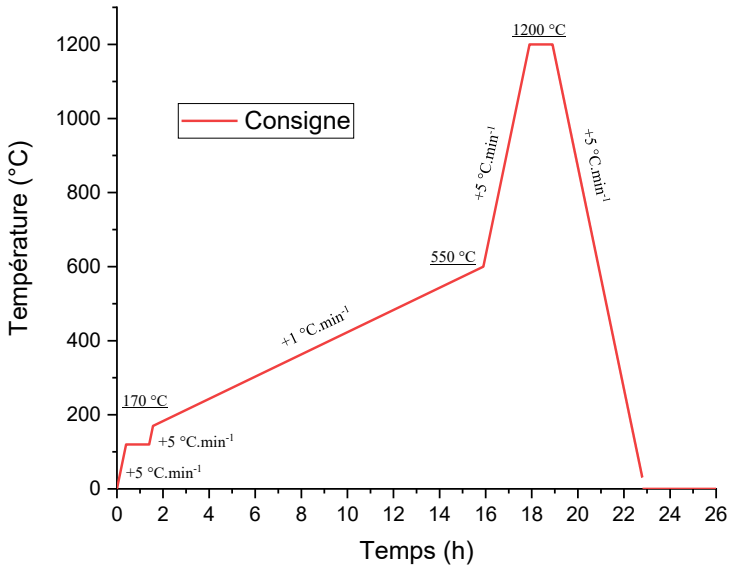


Figure 68 : Cycle thermique par frittage naturel (PS) à 1200 °C/1 h pour une pastille monolithique élaborée à partir du liant PVA.

La mesure de la masse volumique et de la densité sont mesurées avant et après traitement thermique afin d'évaluer la densification de la pastille (Tableau 15). Le retrait volumique de 15 ± 1 % mesuré à l'issue du frittage à 1200 °C pendant 1 h de la pastille élaborée à partir du liant PVA est plus faible que celui observé pour la pastille à base de liant époxy (24 ± 1 %). Cependant, un gain de densité relative de 20 % est observé, traduisant la meilleure densification de la pastille pour un traitement thermique identique (densité relative de 62,7 ± 0,1). Par ailleurs, aucune porosité fermée n'est observée pour cette dernière.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Tableau 15 : Masses volumiques, densités relatives et retrait volumique d'une pastille d'alumine (ALTEO) monolithique obtenue à partir du liant PVA et après un traitement thermique de 1200 °C/1 h ; (1) Mesures géométriques ; (2) Mesures par pesée hydrostatique.

Traitement thermique	Retrait volumique (1) (%)	Masse volumique apparente (1) ($g.cm^{-3}$)	Densité relative (1) (%)	Masse volumique apparente (2) ($g.cm^{-3}$)	Densité relative (2) (%)
1200 °C 1 h	15 ± 1	2,39 ± 0,05	60 ± 1	2,49 ± 0,01	62,7 ± 0,1

Les micrographies MEB de la Figure 69 mettent en évidence une microstructure nettement plus homogène que pour le liant époxy. Les macropores sont de plus petites tailles tout comme les agglomérats. La dégradation plus lente du liant PVA permet d'évacuer progressivement la partie organique contrairement à l'élimination sur une plage de température étroite du liant époxy. L'image à plus haut grandissement montre que l'état de densification de la pastille proche de celui de la pastille obtenue à partir du liant époxy. Cependant, les zones de frittage sont de plus petites dimensions traduisant une meilleure homogénéité de frittage. La meilleure dispersion initiale de la poudre d'alumine dans la suspension à base de PVA permet ainsi d'obtenir une microstructure plus fine et homogène.

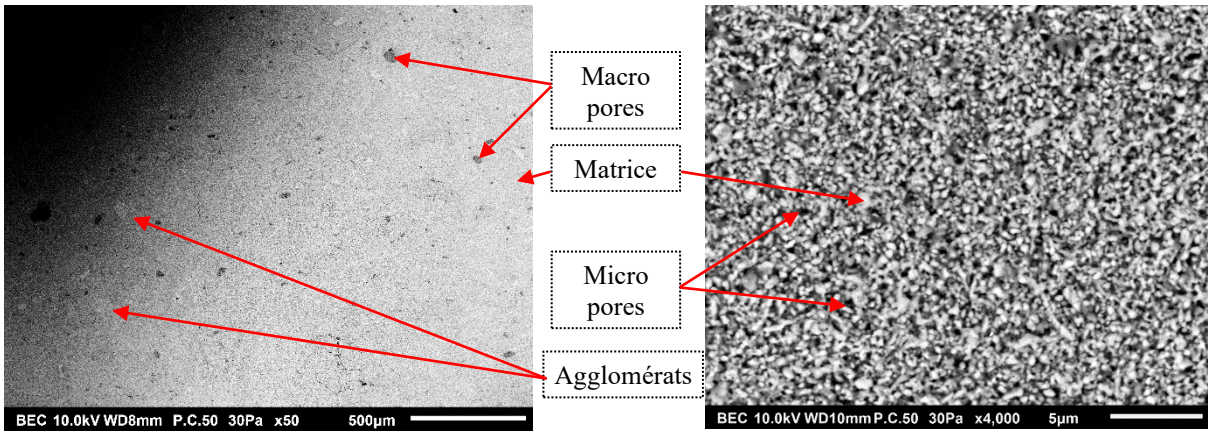


Figure 69 : Micrographies MEB d'un monolithique d'alumine (ALTEO) enrobé-poli élaboré à base du liant PVA. À gauche, observation à faible grandissement ; à droite, observation à fort grandissement.

L'utilisation du liant PVA et la mise en forme par pressage à chaud permettent d'obtenir une masse volumique plus élevée à l'issue du frittage que par l'utilisation du liant époxy. Cependant, la densité relative matricielle minimale de 65 % après un frittage d'une heure à 1200 °C n'est pas atteinte avec l'utilisation de la poudre d'alumine ALTEO. C'est pour cette raison qu'une seconde poudre d'alumine (AKP-53), plus fine et présentant une meilleure

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

réactivité au frittage, a été utilisée pour l'élaboration d'une nouvelle pastille monolithique à partir du liant PVA.

1.2.4. Utilisation de la poudre AKP-53

La poudre AKP-53, présente un optimum de température de frittage voisine de 1250 °C, soit près de 180 °C plus bas que celle de la poudre ALTEO. Cette poudre se présente donc comme une candidate prometteuse dans l'optique d'atteindre une densité matricielle minimale de 65 % (densité relative) après un frittage à 1200 °C pendant 1 h.

Pour ce faire, une seconde barbotine à base de 5 %m de PVA et 40 %vol de poudre d'alumine AKP-53 a été mise en œuvre à partir du même protocole que celui décrit dans la partie 1.2.1. Aucun changement d'aspect rhéologique ou de sédimentation n'ont été observés par rapport à la mise en suspension de la poudre ALTEO. La mise en forme est réalisée par pressage à chaud dans une matrice de 32 mm de diamètre après un séchage progressif de 30 g de suspension, selon les mêmes conditions expérimentales. Après mise en forme, une pastille d'alumine monolithique (AKP-53) est obtenue avec une masse volumique à cru de $2{,}34 \pm 0{,}05$ g.cm^{-3}, semblable à celle obtenue avec la poudre ALTEO. Cette seconde pastille a suivi le même traitement thermique que décrit par la Figure 68 jusqu'à 1200 °C pendant 1 heure.

Les mesures de masse volumique et de densité données dans le Tableau 16 montrent une densification améliorée par rapport à la poudre ALTEO. En effet, à partir d'une pastille crue présentant des caractéristiques identiques, le retrait volumique est de 28 ± 1 %, soit près de 13 % supérieur à celui obtenu à partir de la pastille alumine ALTEO.

Tableau 16 : Masses volumiques, densités relatives et retrait volumique d'une pastille d'alumine (AKP-53) monolithique obtenue à partir du liant PVA et après un traitement thermique de 1200 °C/1 h ; (1) Mesures géométriques ; (2) Mesures par pesée hydrostatique.

Traitement thermique	Retrait volumique (1) (%)	Masse volumique apparente (1) (g.cm^{-3})	Densité relative (1) (%)	Masse volumique apparente (2) (g.cm^{-3})	Densité relative (2) (%)
1200 °C 1 h	28 ± 1	$2{,}98 \pm 0{,}05$	75 ± 1	$3{,}0 \pm 0{,}01$	$75{,}5 \pm 0{,}1$

Les micrographies MEB de la Figure 70 illustrent l'homogénéité de la microstructure obtenue avec l'utilisation de la poudre AKP-53. À faible grandissement, aucun agglomérat de frittage n'est constaté contrairement à ce qui avait été observé pour la poudre ALTEO. A plus fort grandissement, la croissance granulaire est nettement plus importante, traduisant une

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

densification significative de la matrice. L'absence de porosité fermée déterminée par pesée hydrostatique indique qu'il s'agit toujours d'une densification partielle, recherchée dans le cas pour l'élaboration d'un FC-CMC. Les observations par MEB confirment l'augmentation de la densification de la pastille monolithe à partir de la poudre AKP-53 en comparaison avec le matériau à base de poudre ALTEO.

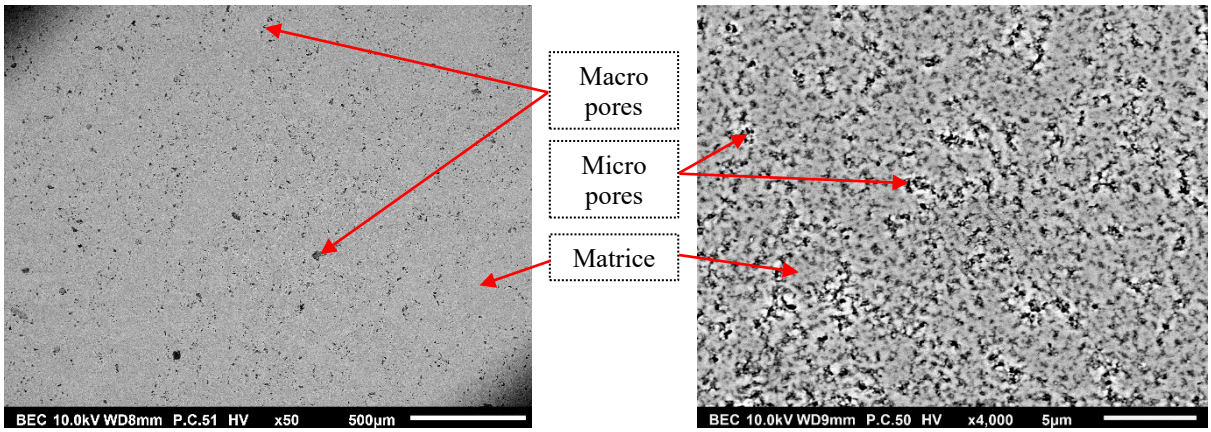


Figure 70 : Micrographies MEB d'un monolithique d'alumine (AKP-53) enrobé-poli élaboré à base du liant PVA. À gauche, observation à faible grandissement ; à droite, observation à fort grandissement.

En conclusion, l'utilisation de la poudre AKP-53 et du liant PVA (5 %m) permet d'obtenir une pastille d'alumine de microstructure homogène et de densité relative supérieure à 65 %, répondant ainsi à l'objectif initial.

1.3. Liant précurseur de silice

Les silicones sont une catégorie de polymères hybrides organiques/inorganiques reconnus pour être résistants aux attaques chimiques et aux UV et possédant une bonne stabilité thermique. En milieu aqueux et en raison de leur caractère hydrophobe, les silicones sont utilisées sous la forme d'émulsions. Ainsi compte-tenu de leur faible tension de surface, les silicones vont jouer le rôle d'agents de surface puisqu'ils mouillent parfaitement des surfaces de type céramique. Cela permet notamment de réduire les interactions particule-particule en facilitant leur dispersion et ainsi améliorer les propriétés rhéologiques de suspensions céramiques. L'architecture macromoléculaire d'une chaîne polymère silicone repose sur des liaisons Si-O-Si, pouvant entraîner la formation de silice (SiO_2) lors de la pyrolyse du polymère. Ce type de polymère peut ainsi être envisagé comme précurseur de silice dans la matrice alumine. L'apport de silice permettrait de préserver l'intégrité des fibres N610^{TM} au-delà de 1200-1300 °C en limitant la croissance de ses grains d'alumine comme rapporté dans la littérature (Chapitre 1 -2.1). Ainsi, des températures de frittage et de fonctionnement plus élevées pourraient être envisagées.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

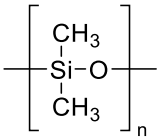


Figure 71 : Structure du poly(diméthylsiloxane) (PDMS) [121]

Les deux émulsions silicone sélectionnées pour ces travaux sont fournies par Elkem et Thermo Fisher, et respectivement notées A et B. Le silicone employé pour ces émulsions est un poly(diméthylsiloxane), noté PDMS (Figure 71). Dans un souci de clarté de la terminologie employée, la Figure 72 présente les différents éléments d'une émulsion silicone. Le PDMS désigne uniquement la partie polymère utile de l'émulsion pour la formation de silice. La masse sèche correspond à la masse de PDMS + les additifs permettant de stabiliser l'émulsion. Elle constitue la masse résiduelle de composés après extrait sec. Le PDMS et les additifs une fois dispersés dans l'eau, correspondent aux émulsions silicone commerciales.

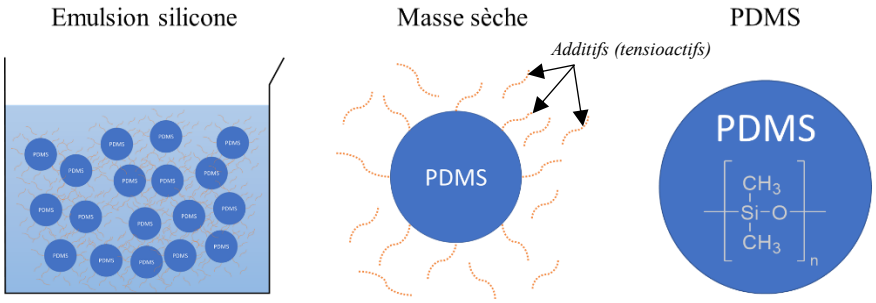


Figure 72 : Terminologie employée des éléments d'une émulsion silicone.

Afin de vérifier les taux d'additifs et de PDMS annoncés par les fournisseurs, des extraits secs obtenus après séchage durant 140 h à 120 °C ont été réalisés sur les émulsions A et B. L'évolution de la masse des extraits secs des deux émulsions est illustrée sur la Figure 73 et les taux de masse sèche mesurés sont donnés dans le Tableau 17. Les mesures sont cohérentes avec les données fournisseur même si le taux de charge issu des extraits secs est légèrement plus élevé.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

.

Tableau 17 : Taux de charges des émulsions silicone A et B (*données fournisseurs ; ** données issues des extraits secs après 140 h à l'étuve à 120 °C sous air)

Emulsions	PDMS* (%m)	Additifs* (%m)	Masse sèche **(%m)
Elkem (A)	38	2	41
Thermo Fisher (B)	45	10	58

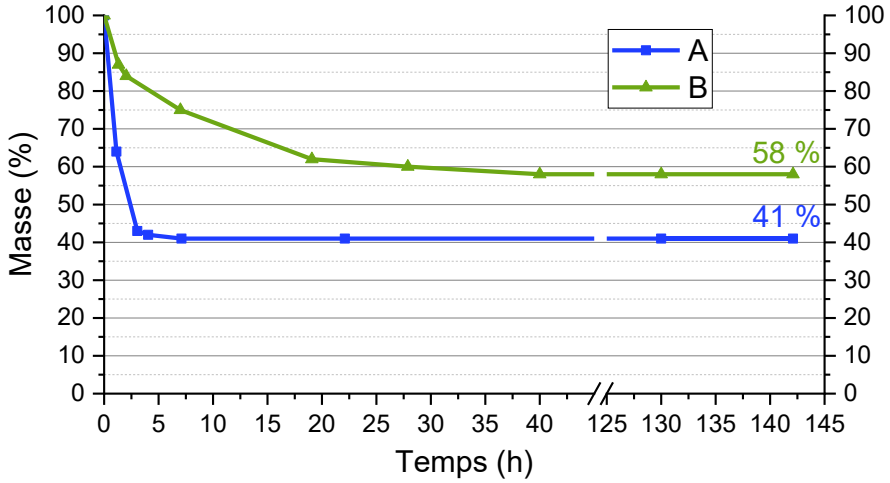


Figure 73 : Évolution en fonction du temps de la masse des émulsions silicone A et B lors du séchage à 120 °C sous air en vue de l'obtention des extraits secs

Des thermogrammes ATG des émulsions A et B ont été réalisés jusqu'à 800 °C sous air pour une vitesse de chauffage de à 10 °C.min^{-1}. Les courbes obtenues, données sur la Figure 74, permettent de définir leur plage de température de dégradation et d'obtenir la masse résiduelle de silicone obtenue. Entre 25 et 150 °C, la partie aqueuse de l'émulsion est rapidement éliminée. Le taux de masse sèche estimé à 200 °C est cependant nettement supérieur aux données fournisseur. Cet écart important peut s'expliquer par l'élimination très lente d'une partie de l'eau présente dans les émulsions. En effet, les séchages ATG ont montré que la masse des émulsions n'était stable qu'à partir de 5 h en étuve à 120 °C pour l'émulsion A et 40 h pour l'émulsion B (Figure 73). La rampe de montée en température des ATG étant fixée à 10 °C.min^{-1}, il n'est pas donc pertinent d'estimer le taux d'extrait sec à partir de ces courbes.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

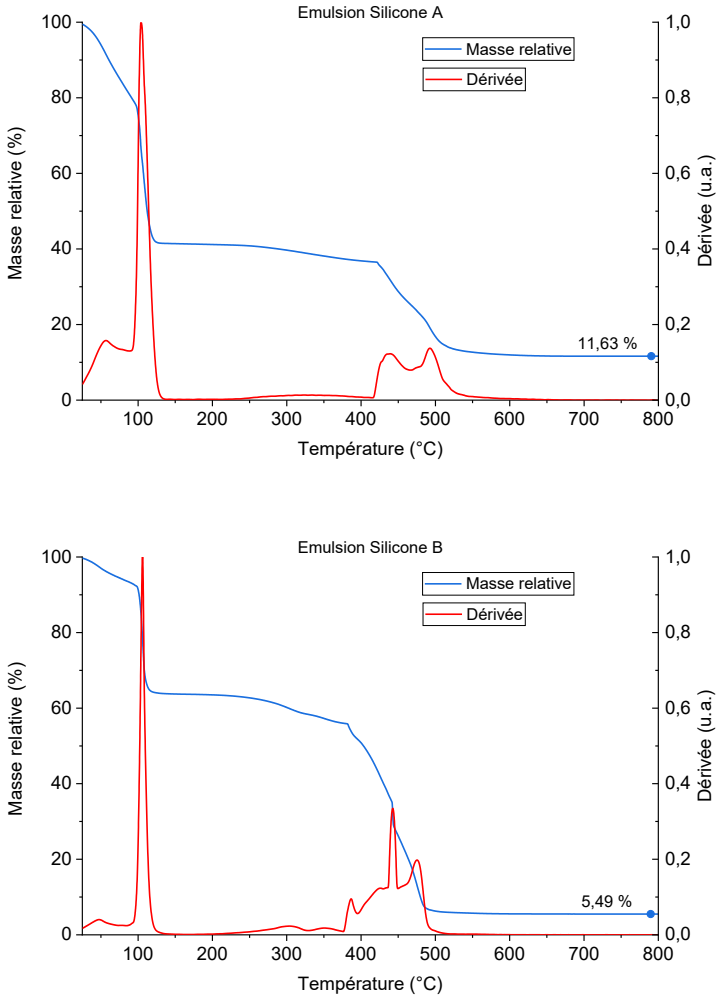


Figure 74 : Thermogrammes ATG des émulsions silicone A (en haut) et B (en bas) réalisés sous air pour une vitesse de chauffage de 10 °C.min^{-1}.

1.3.1. Détermination du taux de charge des constituants

Contrairement aux deux autres types de liants, une certaine proportion de résidu après déliantage sous la forme de silice est désirée à l'issue du traitement thermique. D'après *Schmücker et Mechnich* [28], environ 1 %m de silice (SiO_2) par rapport à la matrice alumine permettrait de limiter la croissance granulaire des fibres d'alumine N610^{TM} au-delà de 1300 °C. Le rendement de la transformation de la charge PDMS en silice peut être estimé à partir de la masse sèche obtenue après un extrait sec et de la masse résiduelle à 800 °C relevée par analyse ATG des deux émulsions. Ainsi, les rendements de la transformation du système silicone en silice sous flux d'air sont d'environ 28 % pour l'émulsion A et d'environ 9 % pour l'émulsion B.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

La transformation du PDMS en silice résulte de l'oxydation d'oligomères (sous forme de composés volatils) issus des chaînes Si-O (Figure 75). Le dépôt de silice obtenu par re-déposition lors de l'oxydation de ces oligomères. Il dépend donc de la géométrie de l'environnement (surface disponible, tortuosité,…) dans lequel le PDMS est dégradé [122]. Les mécanismes de formation de silice à partir du PDMS peuvent par ailleurs se rapprocher de ceux de l'infiltration chimique en phase vapeur (CVI), employé dans le cas de dépôt d'interphase ou de densification de NO-CMC. Aussi, une différence de rendement peut être anticipée lors du traitement thermique d'une pastille d'alumine élaborée à partir d'un liant silicone par rapport à celui étudié par thermogravimétrie ATG.

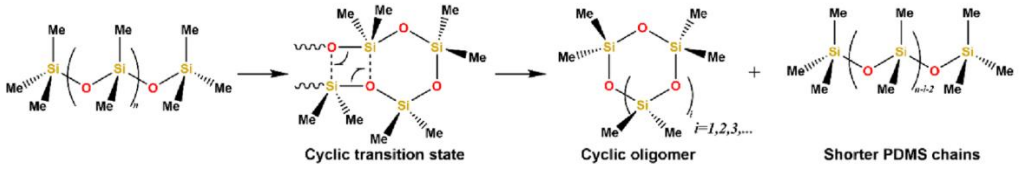


Figure 75 : Mécanismes de décomposition du PDMS en température [123]

Afin d'obtenir un taux de silice résiduelle significatif et mesurable par rapport à la masse matrice d'alumine, les barbotines obtenues à partir des émulsions silicone sont élaborées avec 5 %m de de masse sèche (PDMS + additifs) par rapport à la masse totale de la suspension. Le taux de masse sèche permet d'évaluer l'influence du PDMS et de ces additifs sur les propriétés de mise en forme, notamment par rapport au liant PVA.

En tenant compte du taux de charge optimal obtenu pour la barbotine à base de PVA et de la poudre AKP-53, la fraction volumique de poudre d'alumine choisie est de 40 %vol. Pour chacun des deux liants silicone A et B, une barbotine a été mise en œuvre. La charge silicone se présentant sous la forme d'une émulsion, l'étape de dilution n'est pas nécessaire. La première étape du protocole consiste en l'ajout de la masse d'eau nécessaire pour que la masse sèche charge silicone corresponde à 5 %m par rapport à la masse totale de la suspension. Ensuite, les étapes de mélange sont identiques à celles décrites pour la mise en œuvre des suspensions à base de PVA (partie 1.2.1).

Les suspensions à base des émulsions silicone A et B présentent une fluidité supérieure à celle des suspensions obtenues à base de PVA, ce qui révèle le caractère mouillant du PDMS réduisant la viscosité de la suspension à taux charge de poudre équivalent. La composition des suspensions à base des émulsions A et B est indiquée dans le Tableau 18.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Tableau 18 : Composition des barbotines (AKP-53) à base des émulsions silicone A et B

Constituants	Taux massique (%m)	Fraction volumique (%vol)
Poudre	72,6	40,0
Masse sèche (PDMS + additifs)	5,0	11,2
Solvant	22,4	48,8

1.3.2. Mise en forme

La mise en forme des barbotines à base des émulsions de silicone est réalisée par pressage à chaud comme pour les suspensions à base de PVA (partie 1.2.2). Une trentaine de grammes de suspension sont séchées progressivement jusqu'à 120 °C et l'élimination totale de l'eau pour ensuite être pressés à chaud à 25 MPa. À l'issue de l'étape de mise en forme, les pastilles possèdent une masse volumique apparente de $2{,}22 \pm 0{,}05$ g.cm^{-3} et de $2{,}34 \pm 0{,}05$ g.cm^{-3}, respectivement. Leur tenue mécanique est satisfaisante, mais beaucoup plus faible que celle obtenue à partir des deux autres liants, même si le liant silicone semble s'être réparti de façon homogène. De plus, le démoulage des pastilles est facilité par le caractère lubrifiant du silicone. Une légère perte de masse par rapport à la masse sèche introduite (poudre et charge silicone) peut être observée en raison de la friabilité des pastilles.

1.3.3. Traitement thermique

Les analyses thermogravimétriques menées sur les émulsions ont permis d'ajuster la rampe de déliantage selon la plage de température de dégradation de la charge silicone, comprise entre 250 et 600 °C. Les pastilles crues élaborées à partir des émulsions silicone A et B sont introduites dans le four de frittage pour suivre le cycle thermique donné Figure 76.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

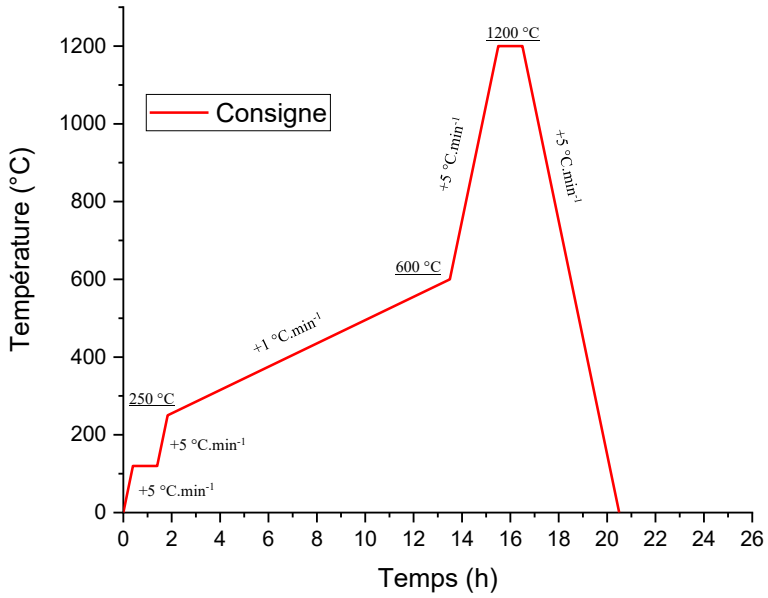


Figure 76 : Cycle thermique par frittage naturel (PS) à 1200 °C/1 h pour une pastille d'alumine (AKP-53) élaborée à partir d'un liant silicone.

La différence de masse avant et après le traitement thermique doit être mesurée précisément. En effet, cette mesure permet d'estimer la masse de silice issue de la dégradation en température du PDMS. Les masses des pastilles frittées sont supérieures à celles de la masse de poudre d'alumine initialement présente dans la pastille. Cela signifie donc qu'une partie de la masse charge silicone s'est transformée en silice au sein des pastilles. Afin de s'assurer de la reproductibilité de la proportion de silice et du rendement du précurseur, deux autres pastilles mises en œuvre à partir de chacune des émulsions ont été élaborées exactement dans les mêmes conditions. Les incertitudes données pour le gain de masse et le rendement correspondent aux écarts types standards des valeurs obtenues pour les 3 pastilles obtenues à partir de chacune des émulsions.

Le gain de masse moyen correspond à 2,7 $\pm$ 0,6 %m et 2,2 $\pm$ 0,4 %m pour les pastilles élaborées à partir des émulsions A et B, respectivement (Tableau 19). Cela correspond à des rendements de transformation de la masse sèche (PDMS + additif) en silice de 39 $\pm$ 9 % pour l'émulsion silicone A et de 30 $\pm$ 4 % pour l'émulsion silicone B. Le rendement estimé à partir de ces mesures est donc nettement supérieur à celui déterminé par ATG sur les émulsions silicone seules. Cette différence peut s'expliquer par le fait que les oligomères volatils issus de la dégradation en température du PDMS peuvent être piégés entre les grains de poudre de la matrice alumine, entraînant la formation d'un dépôt de silice à leur surface. Cela permet alors d'améliorer le rendement de conversion du PDMS en silice lorsque la distribution est homogène au sein de la pastille alumine.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Tableau 19 : Proportion massique de silice (SiO_2) issue de la transformation du liant PDMS dans 3 pastilles monolithiques après traitement thermique sous air : comparaison des émulsions silicone A et B et rendement de céramisation en SiO_2 associé.

Emulsions	Proportion massique moyenne de silice dans les pastilles (%m)	Rendement moyen de la masse sèche en silice (%)
A	2,7 ± 0,6	39 ± 9
B	2,2 ± 0,4	30 ± 4

La présence de plusieurs pourcents massiques de silice amorphe dans la pastille monolithique conduit à des pastilles obtenues à partir des émulsions faites de la coexistence de deux céramiques. La masse volumique théorique doit alors être calculée à partir de la masse de chacune des phases en présence. Ainsi, en considérant la proportion massique de silice $\tau_{m(SiO_2)}$ issue de la céramisation du PDMS, la densité relative de chaque pastille est obtenue à partir de la masse volumique théorique $\rho_{th_{(Al_2O_3-SiO_2)}}$ calculée par loi des mélanges :

$$\rho_{th_{(Al_2O_3-SiO_2)}} = \tau_{m(SiO_2)} \cdot \rho_{th_{(SiO_2)}} + \tau_{m(Al_2O_3)} \cdot \rho_{th_{(Al_2O_3)}} \quad \text{Équation 20}$$

avec $\rho_{th(SiO_2)}$ = 2,20 g.cm^{-3} et $\rho_{th(Al_2O_3)}$ = 3,97 g.cm^{-3}

Pour la suite de l'étude, une pastille par précurseur considérée comme représentative a été choisie comme référence pour la présentation des résultats de densité. Les valeurs données dans Tableau 20 mettent en évidence l'absence de frittage des pastilles élaborées à partir des émulsions silicone. En effet, le retrait volumique d'environ 2 % pour les deux pastilles montre qu'il y a peu de variation de volume. Les densités relatives obtenues par pesée hydrostatique pour ces pastilles sont nettement inférieures à celle obtenue pour la pastille élaborée à partir du liant PVA (poudre AKP-53), avec 17 à 18 % d'écart.

Tableau 20 : Masses volumiques, densités relatives et retrait volumique de pastilles d'alumine (AKP-53) monolithique obtenue à partir des silicones A et B, après un traitement thermique 1200 °C/1 h ; (1) Mesures géométriques ; (2) Mesures par pesée hydrostatique.

Traitement thermique	Emulsions	Retrait volumique (1) (%)	Masse volumique apparente (1) (g.cm^{-3})	Densité relative (1) (%)	Masse volumique apparente (2) (g.cm^{-3})	Densité relative (2) (%)
1200 °C 1 h	A	≈ 2	2,17 ± 0,05	57 ± 1	2,22 ± 0,01	57,9 ± 0,1
1200 °C 1 h	B	≈ 2	2,27 ± 0,05	58 ± 1	2,28 ± 0,01	58,9 ± 0,1

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Les images MEB à faible grandissement de la Figure 77 révèlent davantage de macropores pour le matériau préparé avec l'émulsion A qu'avec l'émulsion B. L'élimination plus lente de l'eau pour l'émulsion B observée lors des extraits secs semble limiter la taille et le nombre de macropores résiduels. Ce constat est confirmé sur les images à fort grandissement avec la présence de nombreux pore de taille micrométrique pour l'émulsion A. La microstructure de la pastilles obtenues à partir de l'émulsion B est significativement plus homogène une bonne distribution de pores de plus petites tailles. L'émulsion B offre une meilleure dispersion de la matrice alumine. Cependant, même si la matrice alumine/silice issue de l'émulsion B apparaît comme ayant de bonnes caractéristiques pour une densification optimale, les images à fort grandissement montrent l'absence de densification de la poudre. En comparaison avec l'état de densification de la matrice AKP-53 obtenue à partir du liant PVA (Figure 70), les matrices alumine/silice (A et B) sont caractérisées par l'absence de croissance granulaire et un état de frittage peu avancé. Les taille des grains formés sont du même ordre de grandeur que la taille de particule de poudre initiale (200 nm). Le manque de réactivité au frittage de la matrice alumine/silice à (1200 °C/1 h sous air) ne permet pas la densification des pastilles. La présence de silice influence significativement le frittage de la matrice alumine.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

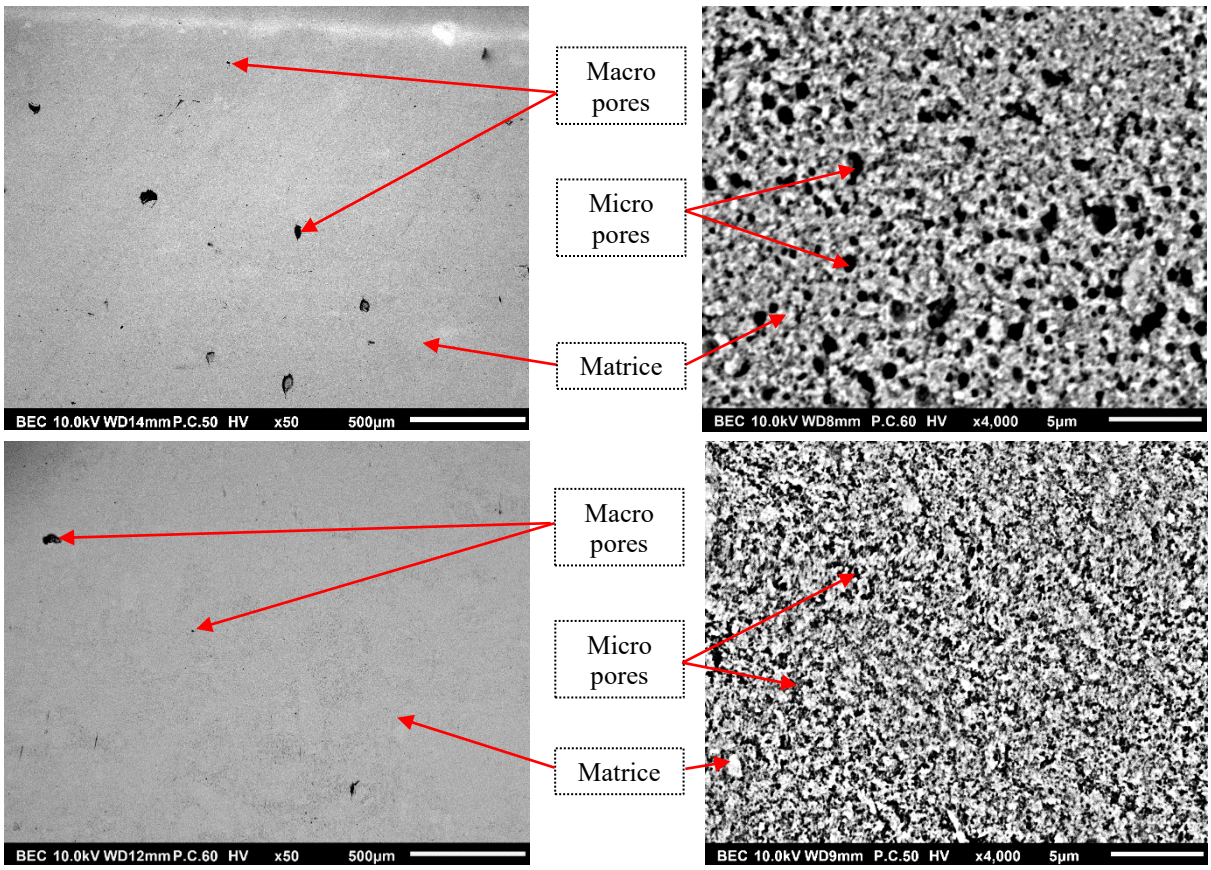


Figure 77 : Micrographies MEB d'un monolithique alumine (AKP-53) enrobé-poli élaboré à base des liants silicone A (haut) et B (bas). À gauche, observation à faible grandissement ; à droite, observation à fort grandissement.

Les travaux de thèse de *N. Louet* [124] décrivent l'influence du dopage de la silice sur le frittage d'une alumine Sumitomo α-Al_2O_3 AKP-50¸ poudre avec des caractéristiques proches de la poudre AKP-53 (D50 = 350 nm; $S_{Spécifique} = 14\ m^2.g^{-1}$). Les résultats de dilatométrie présentés Figure 78 mettent en évidence l'effet néfaste de la silice sur la densification d'une alumine, notamment en dessous de 1400 °C. D'après l'auteur, la densification de l'alumine est contrôlée par la diffusion aux joints de grains de l'oxygène via les lacunes d'oxygène. Dans le cas d'un dopage silicium, les atomes de silicium ont tendance à s'insérer en solution solide aux joints de grain de l'alumine provoquant une diminution de la concentration en lacunes d'oxygène. Cela provoque un ralentissement de la densification qui se manifeste notamment sur les courbes de vitesse de retrait par une décroissance du pic situé dans la région 1 [1100-1400 °C] et l'apparition d'un pic dans la région 2 [1500-1700 °C] aux forts taux de dopage.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

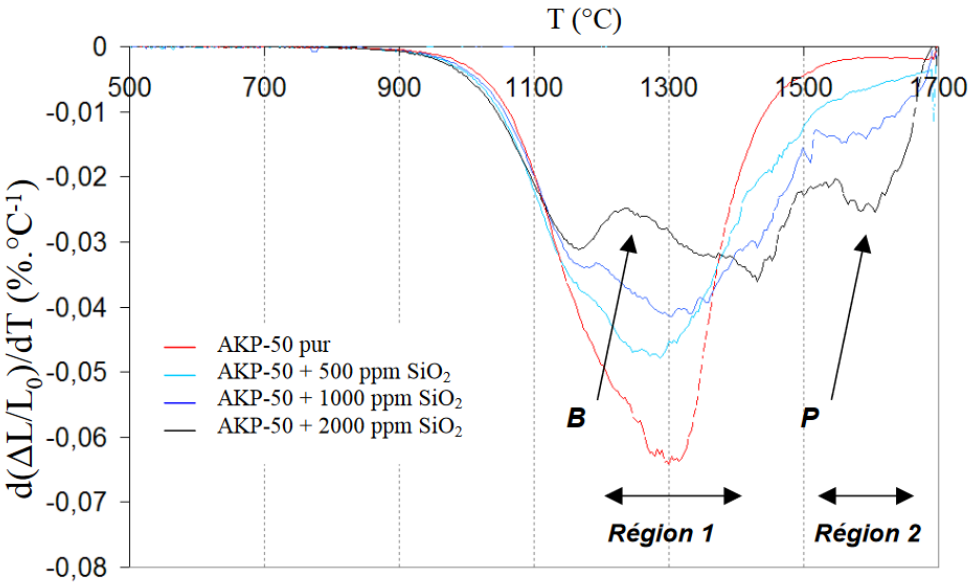


Figure 78 : Courbes de vitesse de retrait obtenues pour différentes concentrations de dopant silice (SiO_2) et issues d'essais de dilatométrie sous air statique à 10 °C.min^{-1} [124].

Ces résultats confirment que l'introduction de silice diminue significativement sa densification. Dans le cadre de ces travaux, même si le taux massique de silice introduit est 10 fois supérieur au taux maximal étudié par *Louet et al.* [124], il semble influencer significativement la densification du système Al_2O_3-SiO_2. Ainsi, les résultats obtenus confirment que l'utilisation d'une émulsion silicone comme précurseur de silice est efficace pour introduire plusieurs pourcents en masse de silice au sein d'une matrice alumine. Néanmoins, même si le système matriciel Al_2O_3-SiO_2 permettrait de préserver les propriétés de fibres N610^{TM} au-delà de 1200 °C, sa densification demeure insuffisante après un frittage à 1200 °C pendant 1 heure.

1.4. Conclusions

L'étude de la faisabilité de la mise en œuvre d'une matrice alumine sous forme de pastilles monolithiques à partir de liants de différentes natures a permis d'établir les conclusions suivantes :

- L'élaboration d'une barbotine alumine exploitable avec le liant époxy n'est possible qu'avec 70 %m de composé organique. Cette quantité importante de composé organique permet d'obtenir une pastille crue avec une bonne tenue mécanique mais présentant trop de macropores et par conséquent, une densité relative trop faible pour être envisagée pour la mise en œuvre de la matrice alumine de notre O-CMC.
- La mise en œuvre d'une barbotine alumine à partir du liant PVA permet de diminuer le taux d'organique à 5 %m tout en maintenant une bonne tenue du cru. L'utilisation

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

de la poudre AKP-53 permet d'atteindre 75 % de densité relative à 1200 °C sous air pendant 1 heure. Ce liant apparaît donc comme un bon candidat pour la mise en œuvre de la matrice alumine du composite à fibres courtes.

- Le caractère mouillant des émulsions silicone permet d'obtenir des barbotines moins visqueuses que celles élaborées à partir des liants PVA et époxy (à taux de charge équivalent). La pastille élaborée à partir de l'émulsion C présente peu de macropores et une bonne homogénéité ainsi qu'une tenue mécanique à cru satisfaisante. Après traitement thermique, le gain de masse observé résulte de la conversion du PDMS en silice, confirmant leur aptitude à générer une phase silice au sein du matériau. Cependant, ce dopage de 2 à 3 %m en silice limite très significativement la densification de la matrice alumine/silice par rapport à de l'alumine seule.

Le PVA apparaît donc comme le meilleur liant pour la mise en œuvre de la barbotine de la poudre alumine. L'utilisation du pressage à chaud permet de bénéficier de son caractère thermoplastique et de maintenir une bonne tenue mécanique du cru pour une teneur de seulement 8 %m après séchage. L'objectif de 65 % de densité relative de la pastille alumine à 1200 °C par frittage naturel a été atteint grâce notamment à l'utilisation d'une poudre d'alumine AKP-53 plus réactive que la poudre ALTEO. Ce liant et cette poudre sont donc retenus pour la mise en œuvre des pastilles composites.

Malgré l'effet néfaste de la silice sur la densification de la matrice alumine, la mise en œuvre de pastilles composites à partir d'une émulsion silicone sera également étudiée dans la partie suivante. En effet, le dopage par de la silice de la matrice alumine présente un potentiel pour préserver l'intégrité des fibres N610^{TM} au-delà de 1200-1300 °C. Les paramètres de mise en œuvre et de traitements thermiques pourront être optimisés afin d'augmenter la densité de cette matrice alumine/silice. L'émulsion B est par ailleurs préférée à l'émulsion A car, d'une part la barbotine obtenue est moins visqueuse à taux de charge équivalent, et d'autre part la matrice alumine frittée présente une microstructure plus homogène avec moins de macroporosités.

2. Adaptation du protocole de mise en œuvre pour l'élaboration de composites

Cette partie traite de réalisation des mélanges composites, constitués de liant, de poudre et de fibres courtes N610^{TM} de longueur initiale 3,2 mm avec le protocole présenté au chapitre 2. Les fibres et la poudre constituent la charge céramique des mélanges. Les deux constituants sont ajoutés en respectant le rapport volumique Fibre/Poudre (F/P) fixé à 1/2. Les mélanges obtenus sont ensuite séchés puis mis en forme par pressage à chaud. Les microstructures et densités relatives obtenues après frittage sont discutées ci-après.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

2.1. Liant PVA

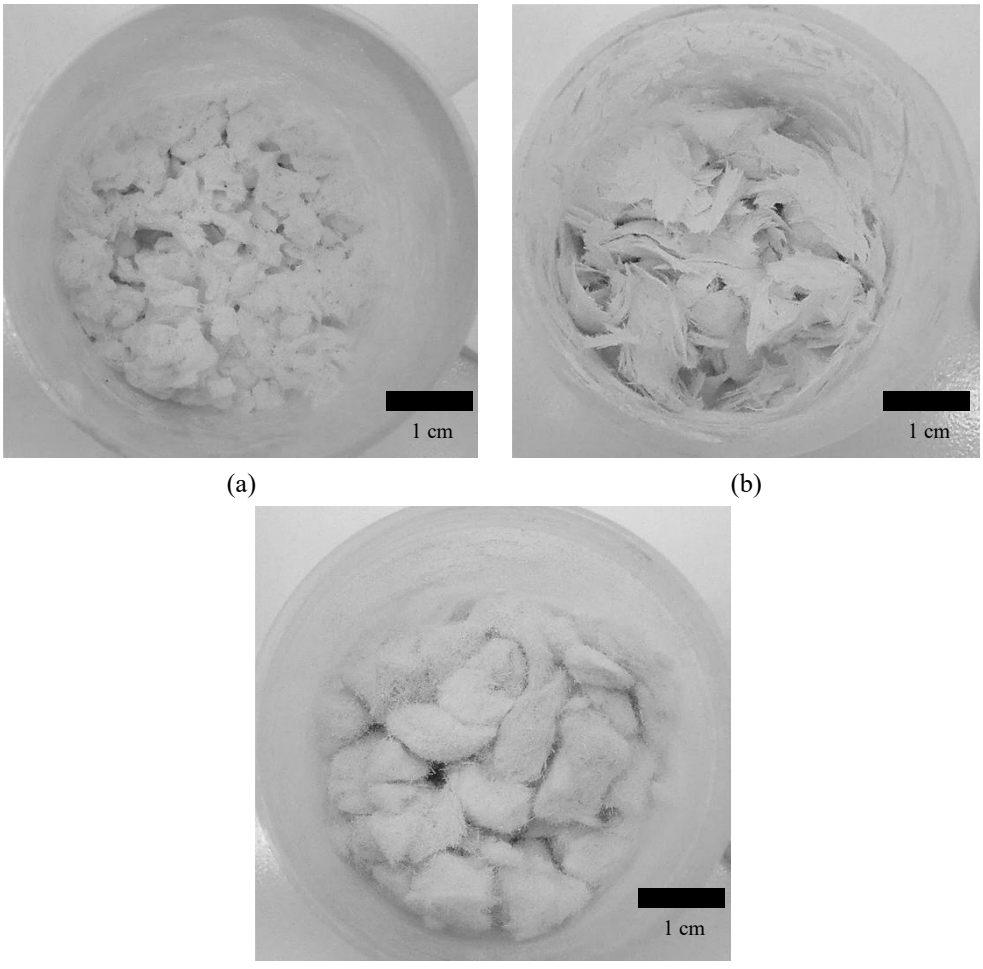
2.1.1. Optimisation du protocole et caractérisation du mélange composite

De nombreux essais de dispersion des fibres dans la barbotine de poudre d'alumine ont été menés. Le premier paramètre est celui de la proportion massique de PVA, fixé à 5 %m par rapport à la masse de mélange. Ce taux minimal de polymère permet d'assurer la bonne tenue du cru après pressage. Ensuite, en respectant le rapport volumique F/P de 1/2, plusieurs proportions volumiques totales de charges ont été testées allant de 30 à 50 %vol.

Le protocole de mélange est identique à celui de la mise en suspension des mélanges monolithiques avec comme dernières étapes, l'ajout des fibres en deux fois, réalisées à vitesse intermédiaire au SpeedMixer®.

Les images Figure 79 montrent la forte influence du taux de charge sur l'aspect des mélanges. Les fibres semblent absorber une quantité d'eau importante, provoquant la formation d'agglomérats sous la forme de « boulettes » de fibres, notamment pour le mélange à 50 %vol de taux de charge (c) pour lequel les « boulettes » sont les plus importantes. A 40 %vol de charge (b), l'état du mélange se présente sous une forme hétérogène de paquets de fibres imprégnées par la barbotine chargée en poudre. Le taux de charge de 30 %vol (a) permet d'obtenir un mélange sous la forme d'une pâte humide contenant de plus petites « boulettes » de fibres imprégnés par la barbotine de poudre, sans excédent important de liquide. Un taux de charge volumique inférieur à 30 %vol crée une phase liquide dans le mélange, le rendant hétérogène et inexploitable. Ainsi, les proportions optimales du mélange composite sont définies dans le Tableau 21 à 30 %vol de charges et 5 %m de liant PVA.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés



(a) (b)

(c)

Figure 79 : Photographies des mélanges composites obtenus avec 30 % (a), 40 % (b), et 50 % (c) de taux volumique de charges (poudre et fibre).

Tableau 21 : Composition des mélanges composites à base du liant PVA, de la poudre d'alumine (AKP-53) et de fibres courtes 3,2 mm N610™

Constituants	Fraction massique (%m)	Fraction volumique (%vol)
Fibres	20,8	10,0
Poudre	41,5	20,0
Liant	5,0	7,5
Solvant	32,7	62,5

Un protocole de dispersion au SpeedMixer a ensuite pu être « optimisé » en interne. Il permet d'obtenir 500 grammes de mélange composite homogène et manipulable, à partir de la composition donnée dans le Tableau 21. Le mélange se présente sous la forme d'une mousse humide, avec peu d'agglomérats de fibres, nommé « mélange optimisé » pour la suite ce chapitre (Figure 80). Des mélanges composites de 500 grammes avec des rapports massiques

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

F/P variables (1/2, 1/4 et 1/6) pour un taux volumique de charge de 30 % ont également été préparés pour une étude rhéologique (protocole de mélange non optimisé). L'ajout des constituants est réalisé de la même manière que ceux obtenus sur la Figure 79, c'est-à-dire, à partir d'un protocole considéré comme « non optimisé ».



Figure 80 : Photographie d'un mélange optimisé composite (30 %vol de charge ; 5 %m de PVA) obtenu par le protocole de dispersion développé en interne.

La caractérisation des mélanges composites est réalisée à l'aide de la technologie BMS couplée à un rhéomètre. Le mélange non optimisé avec un facteur F/P de 1/2 n'a pas pu être analysé avec le dispositif en raison de sa trop forte viscosité. En effet, le couple maximal du rhéomètre a été atteint pour la vitesse de cisaillement la plus faible. Les viscosités et les contraintes de cisaillement obtenues pour le mélange optimisé, noté « 1/2 opti » (en bleu), et les mélanges non optimisés notés « 1/4 non opti » (en rouge) et « 1/6 non opti » (en noir) sont présentées sur la Figure 81 en fonction de la vitesse de cisaillement.

Les résultats obtenus pour les mélanges « 1/6 non opti » et « 1/4 non opti » mettent en évidence l'augmentation de la viscosité du mélange avec la proportion de fibres. La courbe de viscosité de mélange contenant le moins de fibres « 1/6 non opti » est régulière, traduisant un mélange homogène et rhéologiquement stable. La courbe pour le mélange « 1/4 non opti » présente des fluctuations brutales avec des pics de viscosité au cours de la mesure attribués à des instabilités d'écoulement du mélange liés à la mauvaise dispersion des fibres. L'augmentation brutale de la viscosité peut être interprétée comme le moment où le montage mobile de l'appareillage BMS rencontre un agglomérat de fibres. De plus, la viscosité initiale mesurée à faible taux de cisaillement est nettement plus élevée pour le mélange « 1/4 non opti » que celui à « 1/6 non opti » (800 vs. 250 Pa.s à 0,2 s^{-1} -vitesse de cisaillement choisie basse puisque la mise en œuvre est effectuée par coulée-, respectivement), indiquant une structure initiale du système plus rigide. Concernant le mélange avec un rapport « 1/2 opti » préparé en suivant le protocole optimisé de dispersion, un comportement rhéologique intermédiaire est observé. Malgré l'augmentation du taux de fibres dans le système composite, la viscosité

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

initiale mesurée reste moins élevée que celle du mélange « 1/4 non opti » (550 Pa.s à 0,2 s^{-1}). De plus, la diminution de la viscosité avec le taux de cisaillement est régulière et prévisible, sans augmentation ponctuelle.

Les résultats de cette étude rhéologique démontrent que la dispersion optimisée des fibres permet d'obtenir un mélange plus homogène, rhéofluidifiant, sans agglomérat et ce avec une fraction volumique de fibres le plus élevée (F/P = 1/2).

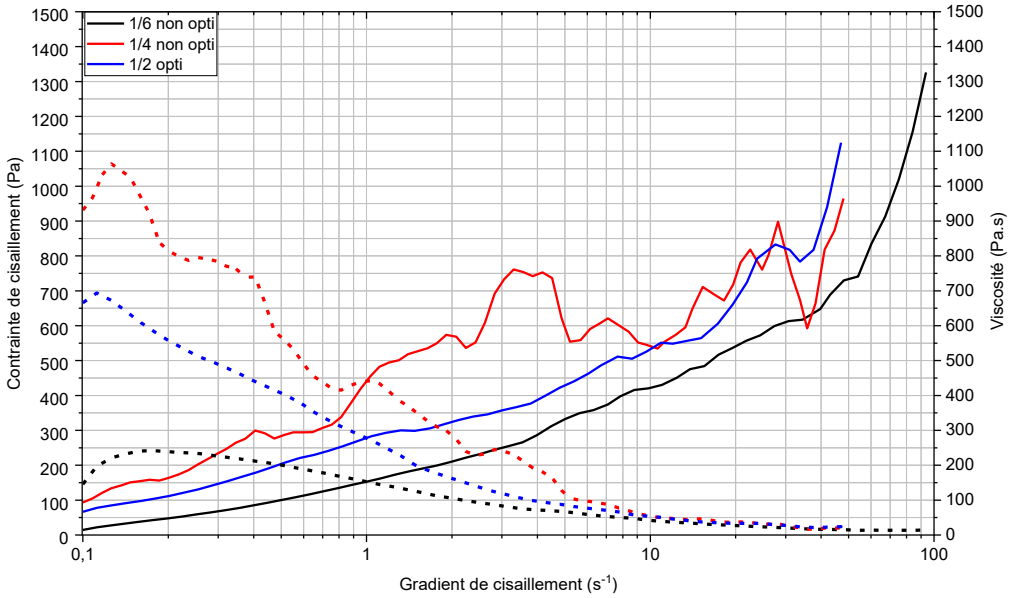


Figure 81 : Contrainte de cisaillement (traits pleins) et viscosité (pointillés) en régime permanent de différents mélanges composites mesurées sur dispositif BMS en fonction du gradient de cisaillement.

Afin de contrôler l'influence de la méthode de dispersion du mélange sur la longueur des fibres, des mesures de leurs longueurs ont été réalisées après l'étape de mélange à partir du protocole. La distribution des longueurs de fibres donnée sur la Figure 82 met en évidence leur diminution après cette étape. En effet, la longueur moyenne initiale des fibres mesurées est de 3094 $\pm$ 31 µm (partie X du chapitre 2) contre 932 $\pm$ 19 µm après l'étape de mélange. Par ailleurs, cette distribution présente une large dispersion comprise entre 500 et 1500 µm. Ces résultats révèlent que l'étape de mélange diminue par 3 la longueur initiale des fibres compte-tenu du caractère fragile des fibres d'alumine. Toutefois, celles-ci conservent une longueur de l'ordre du millimètre, longueur recherchée pour conférer au composite la capacité à ralentir la propagation des fissures lorsqu'il sera sous contrainte (en référence à la longueur critique, l_c, nécessaire pour un transfert de contrainte de la matrice à la fibre selon le modèle de *Kelly-Tyson* [78]).

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

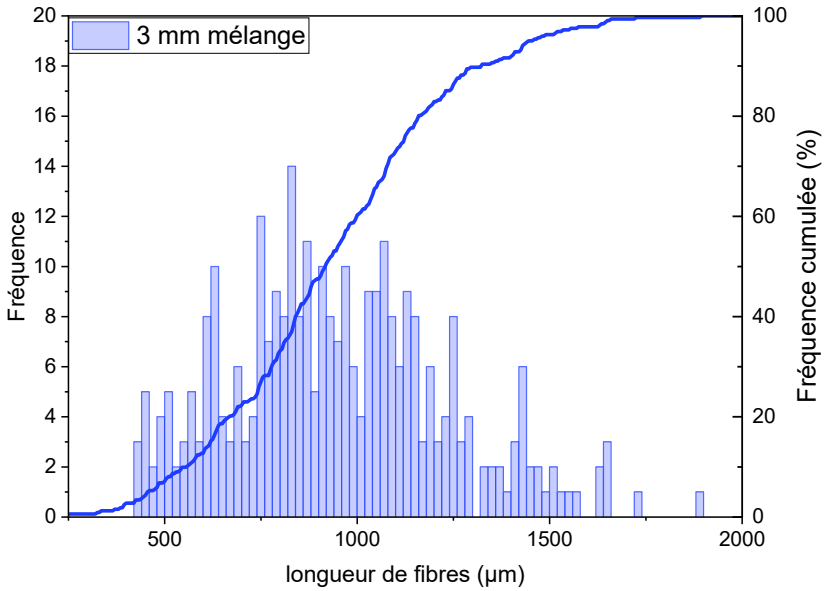


Figure 82 : Distribution des longueurs de fibres N610^{TM} (lot 3,2 mm) après l'étape de mélange optimisée

La mise en forme des pièces composites est réalisée dans une matrice de pressage de 50 mm de diamètre. Pour cela, 110 g de mélange sont introduits dans la matrice pour être séchés progressivement dans une étuve jusqu'à 120 °C. À la différence du séchage complet des mélanges monolithiques (partie 1.2.2), le temps du dernier palier à 120 °C est ajusté afin d'obtenir 5 à 10 %m d'eau résiduelle par rapport à la masse restante de mélange composite. Le taux résiduel d'eau permet d'augmenter la capacité de diffusion de la matière dans la pastille lors du pressage à chaud. Cela donne lieu à l'amélioration de l'imprégnation des fibres par la matrice alumine et l'augmentation de la densité des pastilles composites. La matière liquide résiduelle comble les pores présents dans le mélange partiellement séché, sans induire de perte de matière lors du pressage à 25 MPa à 120 °C. Quatre pastilles ont ainsi été élaborées dans ces conditions, conduisant à une masse volumique apparente moyenne de cru égale à $2{,}60 \pm 0{,}05$ g.cm^{-3} avec un écart-type de 0,04 g.cm^{-3}. L'écart-type de mesure se situant dans l'intervalle d'incertitude, ces résultats démontrent la reproductibilité de mise en œuvre des pastilles composites par pressage à chaud. La masse volumique apparente élevée obtenue indique un bon état de compaction du mélange. Cependant, à la différence du pressage des pastilles monolithiques pour lesquelles le séchage du mélange est total, la masse d'eau résiduelle dans les crus composites augmente significativement la masse volumique. Cette phase aqueuse est ensuite éliminée lors du traitement thermique pouvant créer des porosités dans les pastilles.

Afin de déterminer la longueur des fibres après l'étape de pressage à chaud, une partie du volume d'une des pastilles (considéré comme représentatif) a été prélevée en son centre pour être diluée dans de l'eau distillée. Une fois le mélange de poudre et de fibres dispersé dans un cristallisoir, le mélange est séchée en étuve avant d'être observée par microscope optique. La

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Figure 70 montre une légère diminution de la longueur des fibres avec une population importante autour de 500 µm et une longueur moyenne de 759 ± 15 µm. La longueur de fibres diminue davantage lors de l'étape de mélange que celle de mise en forme. Le pressage à chaud de 25 MPa permet par ailleurs d'obtenir des masses volumiques de crus composites équivalentes à celles obtenues avec les crus monolithiques.

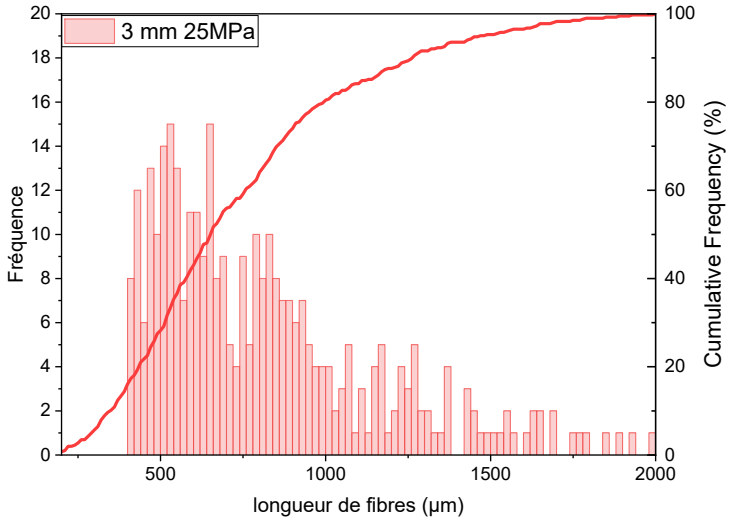


Figure 83 : Distribution des longueurs de fibres N610^{TM} (lot 3,2 mm) après pressage à chaud

Parmi les quatre pastilles mises en forme, la pastille ayant la masse volumique la plus élevée de 2,64 ± 0,05 g.cm^{-3} a été sélectionnée pour être traitée thermiquement. Cette pastille sera considérée comme référence pour le frittage naturel d'un composite élaboré à partir du liant PVA.

2.1.2. Traitement thermique

Le traitement thermique suivi par la pastille composite est identique à celui décrit sur la Figure 68, comprenant un palier de frittage à 1200 °C maintenu pendant 1 heure. À l'issue du traitement thermique, la pastille composite possède une densité relative de 66,8 % (Tableau 22), nettement inférieure à celle de la pastille monolithique (élaborée dans les mêmes conditions et à partir de la même poudre) mesurée à 75,5 ± 1 % (Tableau 16). Par ailleurs, la masse volumique apparente du cru après pressage est du même ordre de grandeur que la masse volumique apparente après frittage. Cela signifie que la présence des fibres a un effet défavorable sur la densification globale de la pastille composite. Le retrait volumique de 9 ± 1 % (contre 28 ± 1 % pour une pastille monolithique) met en évidence l'incapacité de la pastille composite à se densifier par frittage naturel à 1200 °C. Des essais de frittage naturel avec des paliers de frittage plus longs à 1200 °C (jusqu'à 15 heures) et à 1250 °C (jusqu'à 5 h) ont été menés sur des pastilles de densités en cru similaires sans amélioration de la densité des

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

pastilles composites. Afin d'éviter toutes potentielles dégradations en température des fibres lors du frittage, il a été choisi de ne pas augmenter la température et la durée du palier de frittage.

Tableau 22 : Masses volumiques, densités relatives et retrait volumique d'une pastille composite obtenue à partir du liant PVA, après un traitement thermique de 1200 °C/1 h ; (1) Mesures géométriques ; (2) Mesures par pesée hydrostatique.

Traitement thermique	Retrait volumique (1) (%)	Masse volumique apparente (1) ($g.cm^{-3}$)	Densité relative (1) (%)	Masse volumique apparente (2) ($g.cm^{-3}$)	Densité relative (2) (%)
1200 °C 1 h	9 ± 1	2,57 ± 0,05	65 ± 1	2,65 ± 0,01	66,8 ± 0,1

Puisque les masses de poudre d'alumine et de fibres ont été introduites avec un rapport volumique F/P de 1/2, la fraction volumique de fibres et de matrice alumine peut être calculée à partir de la porosité totale de la pastille mesurée par pesée hydrostatique. La composition de la pastille composite obtenue par frittage naturel est indiquée dans le Tableau 23.

Tableau 23 : Fraction volumique des constituants (matrice et fibres) d'une pastille composite obtenue à partir du liant PVA, après un traitement thermique de 1200 °C/1 h.

Traitement thermique	Porosité (%vol)	Fraction volumique de fibres (%vol)	Fraction volumique de matrice alumine (%vol)
1200 °C 1 h	33,2 ± 0,1	22,3 ± 0,1	44,5 ± 0,1

La micrographie Figure 84 à faible grandissement montre une distribution relativement homogène des fibres dans la matrice alumine. Peu d'agglomérats de fibres sont observés. Aucune orientation préférentielle des fibres n'est mise en évidence. Cependant, la présence de macropores de plusieurs dizaines de microns suggère un réseau de porosité important créé lors de l'élimination de l'eau et de la partie organique en température. L'image à plus fort grandissement permet d'observer la bonne imprégnation d'une fibre par la matrice alumine. L'état de densification de la matrice est similaire à celui observé pour la pastille monolithique obtenue après le même traitement thermique (Figure 70), suggérant qu'il n'y a pas d'influence des fibres sur la cinétique de frittage de la matrice seule.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

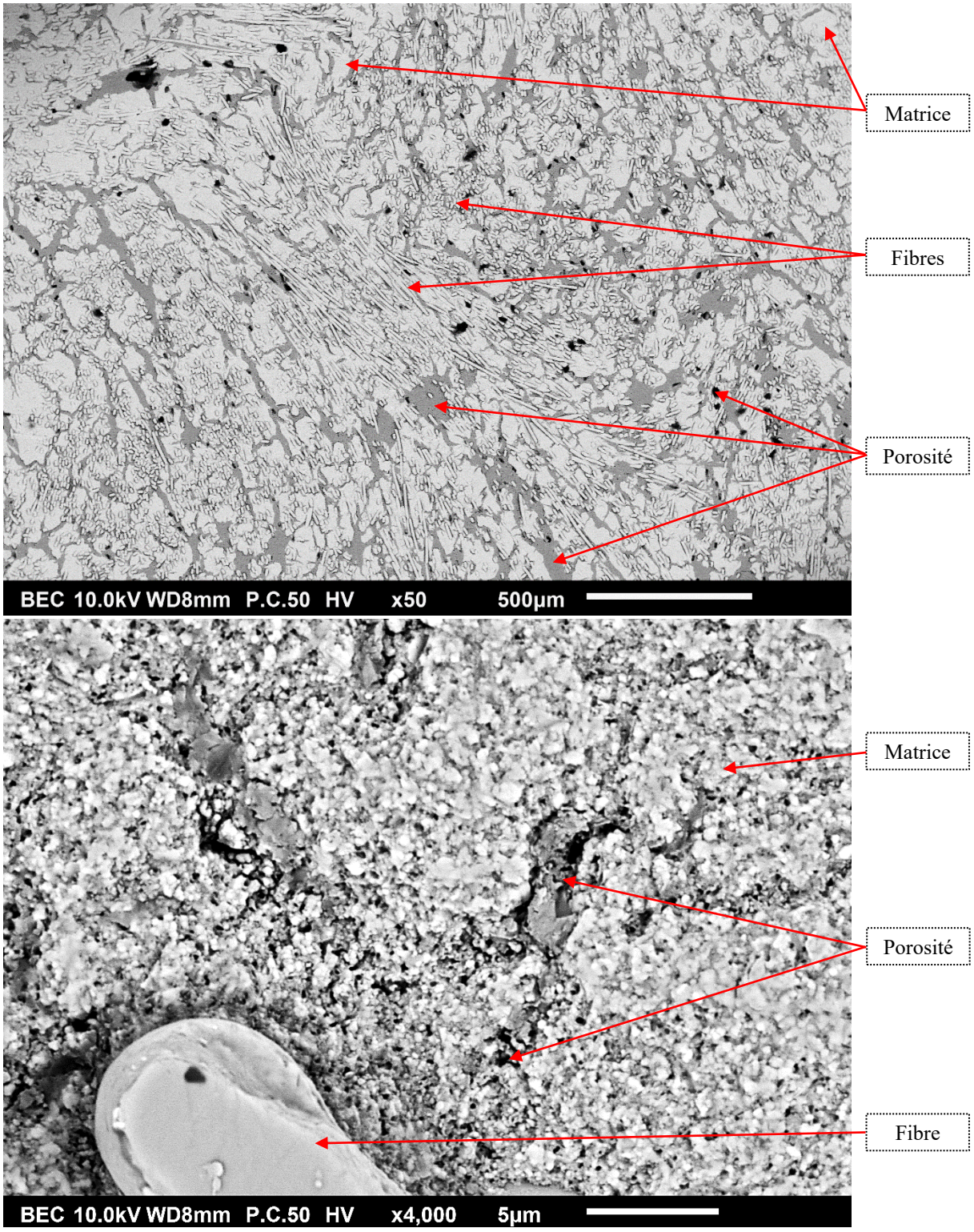


Figure 84 : Micrographies MEB d'un composite enrobé-poli élaboré à base du liant PVA. En haut, observation à faible grandissement de la distribution de la matrice, des fibres et de la porosité à l'échelle macroscopique ; en bas, observation à fort grandissement d'une fibre imprégnée dans la matrice alumine.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

2.2. Liant silicone

2.2.1. Optimisation du protocole et caractérisation du mélange composite

La préparation du mélange composite à partir d'émulsions silicone comme liants a d'abord été réalisée avec les mêmes proportions de constituants que pour le mélange composite avec liant PVA. Un premier mélange a été réalisé avec 30 %vol de charges (F/P = 1/2) et 5 %m de silicone de l'émulsion B (Tableau 24) à partir du protocole de dispersion optimisé.

Tableau 24 : Composition du mélange composite à base de l'émulsion silicone B, de la poudre d'alumine (AKP-53) et de fibres courtes 3,2 mm N610™

Constituants	Fraction massique (%m)	Fraction volumique (%vol)
Fibres	21,0	10,0
Poudre	42,0	20,0
Liant	5,0	9,5
Solvant	32,0	60,5

La Figure 85 (a) du mélange composite met en évidence la forte présence d'agglomérats de fibres et une apparence de mélange « sec ». La plus faible viscosité de la barbotine à base d'émulsion silicone est certainement responsable de cet état de mélange. Une pastille a tout de même été mise en forme par pressage à chaud après le séchage complet du mélange, mais, comme on peut le constater sur la Figure 85 (b), celle-ci présente une très faible tenue mécanique et un aspect hétérogène.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés



(a) (b)

Figure 85 : (a) Mélange composite à base de 5 %m de charge silicone B et 30 %vol de charge (F/P = 1/2). (b) Pastille composite (Ø32 mm) mise en forme à partir du mélange ci-contre.

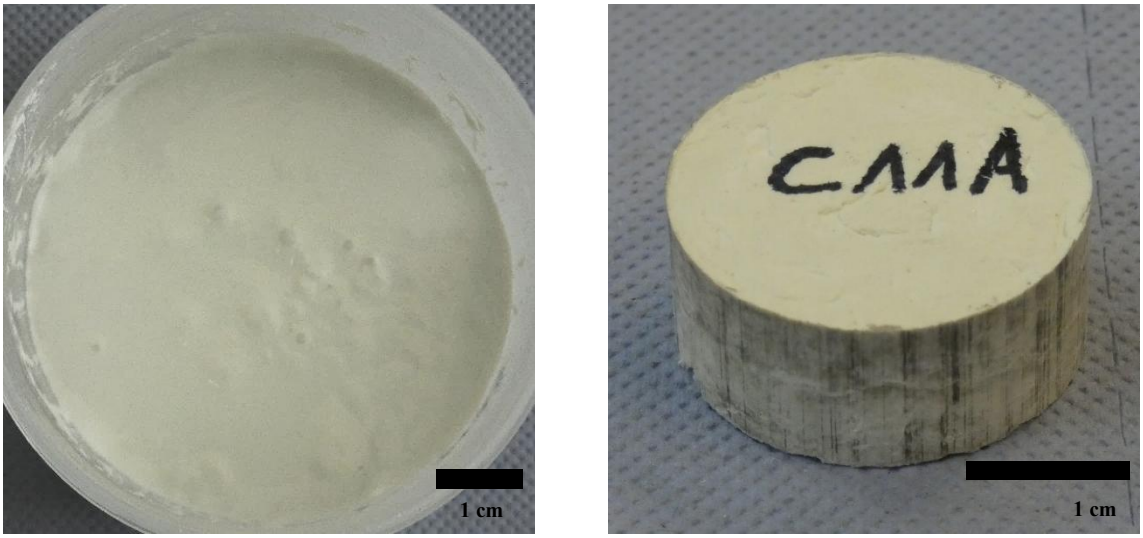
Afin d'assurer la bonne tenue du cru, 5 %m de liant PVA ont été ajoutés pour formuler un mélange à partir des deux liants. Un second mélange, dont les proportions de constituants sont données dans le Tableau 25, a été dispersé à partir du protocole optimisé.

Tableau 25 : Composition des mélanges composites à base de l'émulsion silicone B, du liant PVA, de la poudre d'alumine (AKP-53) et de fibres courtes 3,2 mm N610™

Constituants	Fraction massique (%m)	Fraction volumique (%vol)
Fibres	20,8	10,0
Poudre	41,6	20,0
Liant silicone	5,0	9,8
Liant PVA	5,0	7,5
Solvant	27,6	52,7

L'aspect de mélange donné sur la Figure 86 (a) est nettement amélioré par l'ajout des 5 %m de PVA qui a donc permis d'éliminer les agglomérats de fibres et de mieux les incorporer dans la barbotine céramique. Ainsi, une pastille composite Ø32 mm réalisée à partir de 35 grammes de mélange a pu être mise en forme par pressage à chaud. En opposition avec le séchage partiel des mélanges composites à base du liant PVA seul, le séchage du mélange à base de silicone et de PVA est complet avant pressage à chaud. En effet, le silicone joue le rôle de plastifiant lors du pressage, augmentant la diffusion de matière. Le caractère mouillant du PDMS est ainsi exploité lors de la mise en forme de la pastille. Après pressage, la pastille composite obtenue donnée sur la Figure 86 (b) est uniforme avec une bonne tenue mécanique.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés



(a) (b)

Figure 86 : (a) Mélange composite à base de 5 %m de silicone B, de 5 %m de liant PVA et 30 %vol de charge (F/P = 1/2). (b) Pastille composite (Ø32 mm) mise en forme à partir du mélange ci-contre.

Quatre pastilles Ø32 mm ont été mises en forme à partir du mélange illustré sur la Figure 86 (a) présentant une masse volumique apparente moyenne de $2{,}46 \pm 0{,}05$ g.cm^{-3}. La reproductibilité de la mise en œuvre est confirmée par l'écart-type de mesure évalué à 0,04 g.cm^{-3}, qui se situe dans l'intervalle d'incertitude de mesure confirmant la bonne reproductibilité de la mise en œuvre. Les longueurs de fibres n'ont pas été mesurées pour les mélanges et pastilles obtenues à base de liant silicone.

2.2.2. Traitement thermique

Une pastille composite ($\rho = 2{,}48 \pm 0{,}05$ g.cm^{-3}) est introduite dans le four de frittage naturel pour suivre un cycle thermique identique à celui décrit sur la Figure 76, avec un palier à 1200 °C maintenu pendant 1 heure. À l'issue de ce traitement thermique, aucun retrait volumique n'est constaté. De ce fait, la masse volumique apparente est inférieure à celle de la pièce crue et la densité relative mesurée par pesée hydrostatique n'est que de $51{,}1 \pm 0{,}1$ % (Tableau 26). La masse de silice, calculée par différence entre la masse de la pastille et celle d'alumine (fibre + poudre) introduite est de 2,5 %m, correspondant à un rendement de la transformation du PDMS en silice de 38 %. La composition de la pastille composite frittée à 1200 °C est donnée dans le Tableau 27.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Tableau 26 : Masses volumiques, densités relatives et retrait volumique d'une pastille composite obtenue à partir des liants silicone et PVA, après un traitement thermique de 1200 °C/1 h ; (1) Mesures géométriques ; (2) Mesures par pesée hydrostatique.

Traitement thermique	Retrait volumique (1) (%)	Masse volumique apparente (1) ($g.cm^{-3}$)	Densité relative (1) (%)	Masse volumique apparente (2) ($g.cm^{-3}$)	Densité relative (2) (%)
1200 °C 1 h	0 ± 1	1,97 ± 0,05	50 ± 1	2,01 ± 0,01	51,1 ± 0,1

Tableau 27 : Fraction volumique des constituants (matrice et fibres) d'une pastille composite obtenue à partir des liants silicone et PVA, après un traitement thermique de 1200 °C/1 h.

Traitement thermique	Porosité (%vol)	Fraction volumique de fibres (%vol)	Fraction volumique de matrice alumine/silice (%vol)
1200 °C 1 h	48,9 ± 0,1	17,0 ± 0,1	34,1 ± 0,1

La micrographie MEB à faible grossissement (Figure 87) présente une microstructure avec une bonne distribution des fibres enrobées dans la matrice alumine et peu de macropores. Ces observations confirment l'efficacité du protocole de dispersion des différents constituants. L'évaporation de l'eau semble être facilitée par la présence de l'émulsion silicone. De plus, les 14 %m de phase organique présents dans la pastille crue sont correctement éliminés sans générer de macropores résiduels importants. A plus fort grandissement, l'état de densification peu avancé de la matrice est constaté, comparable à celui observé pour le monolithe (Figure 77). La sous-densification de la matrice créée une différence de dureté avec les fibres. De ce fait, le polissage mécanique des échantillons engendre une différence de marche importante entre le plan de la matrice et celui des fibres, observable sur l'image à fort grandissement de la Figure 87.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

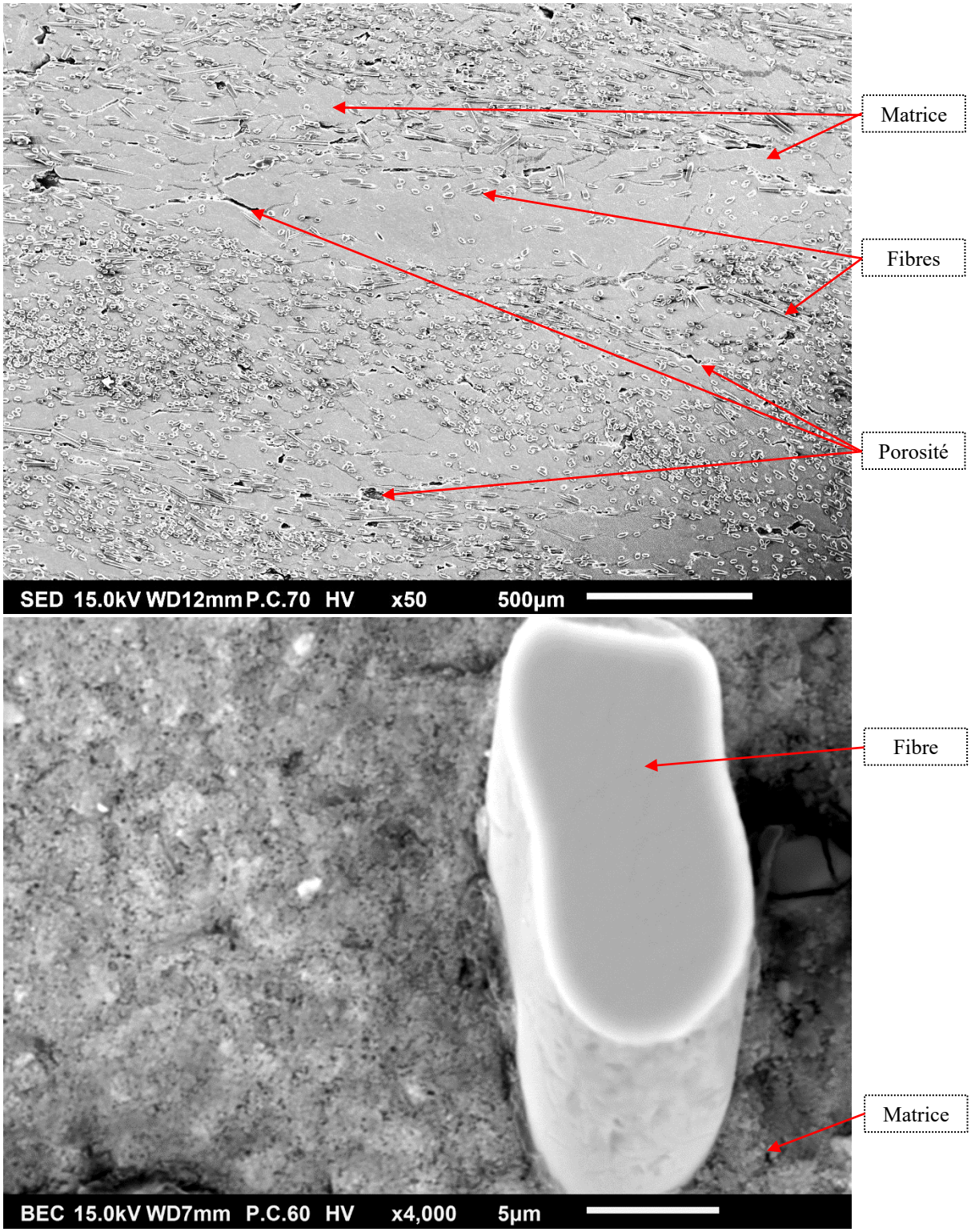


Figure 87 : Micrographies MEB d'un composite enrobé-poli élaboré à base des liants silicone et PVA En haut, observation à faible grandissement de la distribution de la matrice, des fibres et de la porosité à l'échelle macroscopique ; en bas, observation à fort grandissement d'une fibre imprégnée dans la matrice alumine.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Les cartographies EDS menées sur ce même matériau sont données sur la Figure 88 pour les éléments Al, O et Si. L'image en haut à gauche permet d'identifier les différents éléments de la microstructure : les fibres en gris clair, la matrice en gris foncé et la porosité en noir. La différence de hauteur des fibres par rapport au plan de la matrice crée une zone « morte » à la périphérie des fibres (faisceau d'électrons rasants). La cartographie pour l'élément aluminium révèle que cet élément est correctement distribué dans la matrice et ressort particulièrement dans le volume des fibres. Ce constat est similaire pour l'élément oxygène. La microporosité présente dans la matrice est à l'origine de l'intensité plus faible de ces deux éléments par rapport aux fibres, qui sont denses. La cartographie EDS de l'élément silicium met en évidence la distribution homogène de silice dans la matrice. À l'inverse, les quelques signaux détectés au niveau des fibres s'apparentent à du bruit de détection. Cette différence de détection entre les deux constituants s'explique par le fait qu'il existe un facteur 10 de proportion massique de silice entre la matrice (2,5 %m) et les fibres (0,2 à 0,3 %m) [104]. Ces résultats d'analyse EDS confirment la bonne distribution de la silice dans la matrice, attestant de la pertinence de l'utilisation de l'émulsion silicone comme précurseur céramique.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

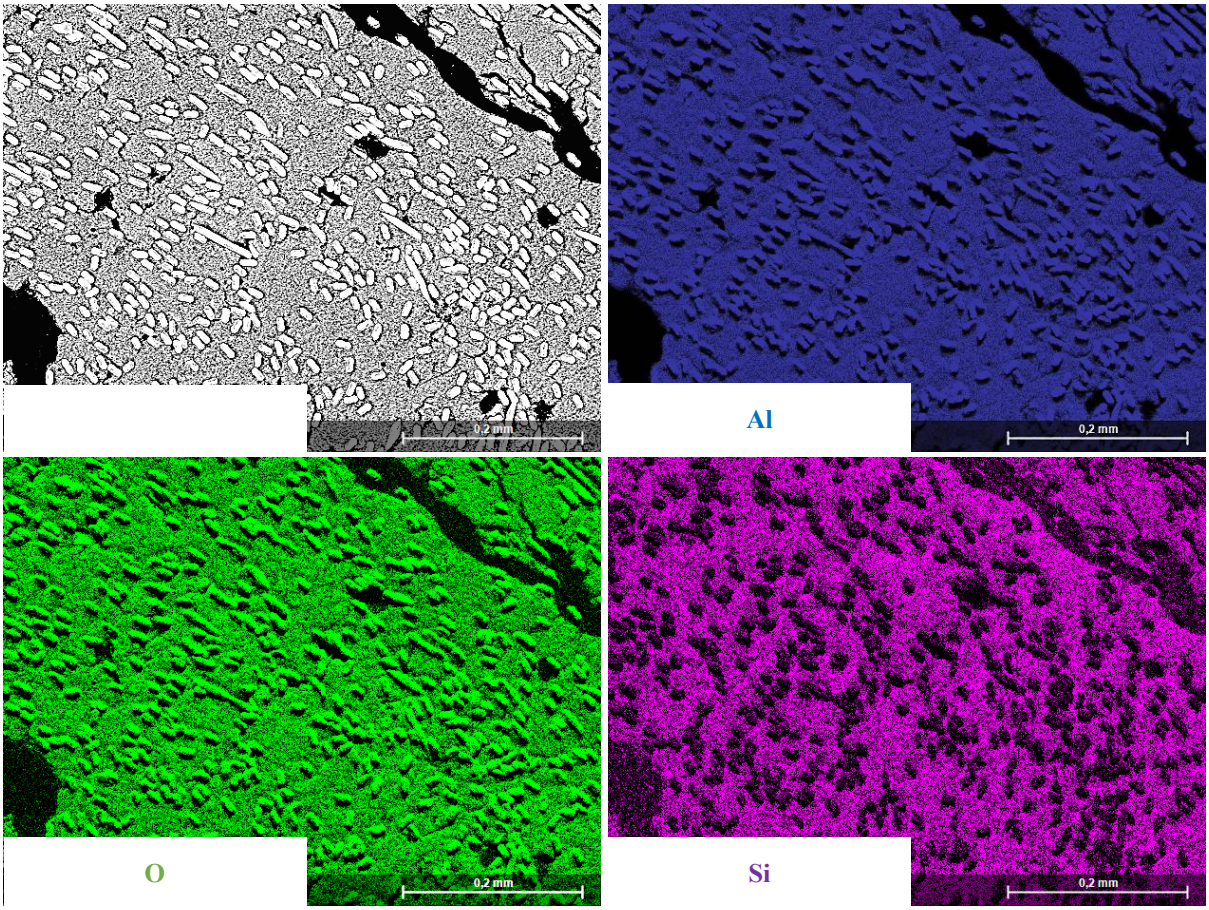


Figure 88 : Cartographies d'analyse EDS répertoriant les éléments Al (haut droite), O (bas gauche) et Si (bas droite) à partir de la microstructure (haut gauche) d'une pastille composite obtenue à partir des liants silicone et PVA.

Enfin, un essai de frittage naturel à 1300 °C pendant 2 heures a été mené à partir d'un cru identique (ρ = 2,50 $\pm$ 0,05 g.cm^{-3}). La densité relative, mesurée par pesée hydrostatique, obtenue pour cette pastille est de 53,1 $\pm$ 0,1 %. Cette valeur indique qu'il n'y a pas d'amélioration significative de la densité de la pastille composite, malgré l'augmentation de la température de frittage.

2.3. Conclusion

L'adaptation du protocole de mise en œuvre avec le liant PVA a permis l'élaboration d'une pièce composite à fibres courtes homogène par frittage naturel. Un protocole optimisé a été mis en place pour la bonne dispersion des fibres dans la barbotine de poudre d'alumine AKP-53 avec un rapport massique Fibre/Poudre égal à 1/2. Celui-ci a conduit à l'obtention d'un mélange avec un volume de charges représentant 30 % du volume de mélange suffisamment fluide et homogène pour la mise en forme de pastilles composites avec des fibres courtes de taille millimétrique. La bonne tenue mécanique des crus composites est obtenue par pressage à

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

chaud (120 °C/25 MPa) grâce à 5 %m de liant PVA par rapport à la masse de mélange introduit dans la matrice de pressage. Une densité relative maximale de 66,8 % a été obtenue après frittage naturel à 1200 °C pendant 1 heure. Les microstructures mettent en évidence la présence importante de macroporosités engendrées par l'élimination de l'eau lors du séchage et de la phase organique lors du traitement thermique. Les micrographies MEB révèlent cependant la bonne distribution des fibres imprégnées par la matrice alumine partiellement densifiée.

Une pastille composite avec une matrice alumine dopée avec de la silice a aussi pu être élaborée à partir du même protocole de mise en œuvre avec l'ajout d'un liant silicone. La combinaison de 5 %m de PVA et du liant silicone s'est apparentée comme une bonne solution, tirant parti des avantages de la nature de chacun des deux liants. Malgré la bonne dispersion de chacun des constituants (matrice, fibres, et silice) et la faible présence de macropores, la densité relative obtenue après frittage naturel à 1200 ou 1300 °C reste inférieure à 52 %. Le dopage par 2 à 3 %m de silice a un effet trop important sur la cinétique de frittage de la matrice alumine pour envisager une densification suffisante d'un composite par frittage naturel, même à 1300 °C.

3. Conclusion du chapitre

Ce chapitre a permis d'explorer et d'optimiser l'élaboration de composites à travers une approche systématique en deux parties. Une étude préliminaire s'est portée sur la formulation de barbotine de poudre d'alumine à partir de trois natures de liant. Les résultats des essais de faisabilité de mise en œuvre ont permis de définir les compositions de mélanges les plus adaptées pour être envisagées comme composantes matricielles. L'utilisation du liant époxy a rapidement été écartée en raison de la trop grande proportion de phases organiques dans le cru monolithique après mise en forme et l'étroite plage de températures de dégradation (déliantage). ***L'utilisation du liant PVA présente un fort potentiel grâce à la bonne tenue du cru et une microstructure homogène après frittage avec tout de même la présence de macropores résiduels***. Enfin, la mise en œuvre de mélange à partir d'émulsions silicone permet d'utiliser le polymère à la fois en tant que liant, mais aussi en tant que précurseur de silice. Plusieurs monolithes ont pu être obtenus avec de bonnes homogénéités et peu de macropores résiduels, grâce au caractère hydrophobe du silicone qui facilite grandement l'élimination de l'eau du mélange. Cependant les densités relatives obtenues avec les silicones A et B sont nettement inférieures à celle obtenue pour le liant PVA, entre 57,9 et 58,95 $\pm$ 0,1 % contre 75,5 $\pm$ 0,1 %, respectivement. L'émulsion B a été sélectionnée pour la mise en œuvre des composites, car elle permet d'obtenir la matrice alumine/silice la plus homogène et la plus dense.

C'est dans un second temps que des composites ont pu être mis en forme. Tout d'abord, ***les fibres courtes introduites dans les barbotines affectent considérablement l'aspect et la***

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

viscosité du mélange, influençant ainsi les caractéristiques rhéologiques du système. Un taux de charge de 30 % volumique a été défini comme étant le taux optimal (fibres et poudre comprises) dans le mélange, introduites avec un rapport massique fibre/poudre égal à 1/2. Le développement d'un protocole optimisé de dispersion de type SpeedMixer® permet d'obtenir un mélange composite homogène et manipulable tout en maintenant une longueur moyenne de fibres de l'ordre du millimètre. Après une mise en forme par pressage à chaud et un traitement thermique à 1200 °C pendant 1 heure, ***une pièce composite de 50 mm de diamètre et 15 mm de hauteur a été élaborée avec une densité relative finale de 66,8 ± 0,1 %.*** La présence des fibres réduit fortement le retrait volumique de la pastille menant à un réseau de porosité important. De la même manière que pour les monolithes, ***la densification d'un composite à partir d'une matrice alumine dopée à hauteur de 2,5 %m de silice est quasi inexistante par frittage naturel à 1200 °C ou 1300 °C*** (densité relative inférieure à 52 %).

En conclusion, cette partie du travail a abouti à la définition d'un protocole de mise en forme des composites crus, en s'appuyant sur les données expérimentales exposées. ***Seul le liant PVA a permis d'élaborer un composite à fibres courtes par frittage naturel avec une densité relative dans la gamme de densification recherchée, se situant entre 65 et 75 %.*** La microstructure du matériau présente une bonne dispersion et incorporation des fibres de la matrice. ***Cependant, la présence importante de macroporosités peut compromettre les performances mécaniques du matériau***. C'est pourquoi l'utilisation de moyens de frittage non conventionnels sera discutée dans le chapitre suivant. En effet, grâce à la pression mécanique appliquée lors du traitement thermique, les procédés de « Hot-Pressing » (**HP**) et de « Spark Plasma Sintering » (**SPS**) devraient permettre d'atteindre des densités finales des composites plus élevées. Le chapitre suivant présentera et interprétera l'influence de ces procédés de frittage sur la cinétique de frittage, les interactions fibres/matrice et le comportement mécanique des composites frittés à 1200 °C

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Chapitre 4 - Etude des Matériaux FC-CMC Elaborés à 1200 °C

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

1. Elaboration des matériaux FC-CMC à 1200 °C

Cette partie traite de l'étude des matériaux composites élaborés à 1200 °C selon plusieurs méthodes de frittage : frittage naturel ou *Pressureless Sintering*, pressage à chaud ou *Hot-Pressing*, et frittage flash ou *Spark Plasma Sintering*, méthodes notées respectivement dans la suite du chapitre PS, HP et SPS. L'ensemble de ces matériaux sont obtenus à partir de la poudre AKP-53 et du lot de fibres N610^{TM} 3,2 mm. Pour rappel, le mélange composite, défini dans le chapitre précédent, est composé de 30 %vol de charges (rapport volumique fibre/poudre égal à 1/2) et de 5 %m de liant PVA (Tableau 18 du Chapitre 3). Les mélanges sont séchés puis mis en forme par pressage uniaxial à 120 °C. Une pièce crue pour chaque traitement thermique est obtenue sous la forme d'une pastille de 50 mm de diamètre et 15 mm d'épaisseur. La masse volumique apparente moyenne des trois pastilles à l'issue du pressage est de 2,63 ± 0,05 g.cm^{-3} avec un écart-type de mesure de 0,03 g.cm^{-3}, considérées comme identiques et comparables.

Les matériaux élaborés pour cette partie se distinguent par le procédé de frittage employés. A des fins de clarté et de simplification, ils seront dénommés à partir de la nomenclature suivante :

[Procédé]_[Température de frittage (°C)]_[Temps de palier (min)]

Ainsi, le composite noté **PS_1200_60** est issu d'un frittage naturel réalisé à 1200 °C maintenu pendant 60 minutes. Le composite **HP_1200_60** est obtenu à partir d'un frittage par HP en suivant exactement le même cycle thermique. Enfin, le composite **SPS_1200_10** est issu d'un frittage par SPS à 1200 °C maintenu pendant 10 minutes. Les cycles thermiques associé à chacun de des procédés sont détaillé dans la partie 1.3 du Chapitre 2.

1.1. Traitement thermique

Les pastilles crues sont chacune traitées thermiquement selon les trois procédés de frittage. Le déliantage associé aux traitements thermiques HP et SPS est réalisé en amont, afin d'éviter la pollution par les éléments organiques des fours sous vide. Le déliantage pour le procédé par frittage naturel est quant à lui réalisé au cours du même cycle que celui du frittage. Les masses volumiques apparentes des pastilles déliantées **HP_1200_60** et **SPS_1200_10** sont de 2,32 ± 0,05 et 2,31 ± 0,05 g.cm^{-3}, respectivement. Cela indique que l'élimination de la phase organique est similaire pour ces deux pastilles. Par analogie, la masse volumique apparente de la pastille déliantée **PS_1200_60** est considérée comme étant du même ordre de grandeur.

Les caractéristiques de chaque pastille frittée selon le procédé de frittage sont indiquées dans le Tableau 28. Le retrait volumique engendré par le frittage naturel de la pastille **PS_1200_60** n'est que de 9 $\pm$ 1 %, conduisant à une densité relative mesurée par pesée

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

hydrostatique de 66,8 ± 0,1 % (pastille identique à celle étudiée dans le Chapitre 3). Les pastilles **HP_1200_60** et **SPS_1200_10** présentent un retrait au frittage deux fois plus important, conduisant à une densité relative supérieure à 75 % pour les deux pastilles. L'application de la pression mécanique lors du traitement thermique améliore significativement la densité finale des composites à une température identique à celle d'un frittage naturel. Les différences de densités relatives entre mesures géométriques et pesée hydrostatique s'expliquent par la rugosité de surface des pastilles et leur géométrie imparfaite.

La densité relative plus élevée pour la pastille **HP_1200_60** par rapport à la pastille **SPS_1200_10** (80,2 contre 77,4 ± 0,1 %) peut s'expliquer par le temps de cycle thermique significativement plus court pour le procédé SPS. A titre de comparaison, le cycle thermique appliqué par HP a une durée d'environ 10 heures vs. 1 heure pour le cycle thermique SPS, temps de refroidissement compris. De plus, la durée du palier par SPS est réduite à 10 minutes contre 60 minutes par HP et frittage naturel (PS). Enfin, malgré la durée de cycle réduite pour la pastille **SPS_1200_10**, la densité atteinte est nettement supérieure à celle de la pastille **PS_1200_60**, indiquant une réactivité au frittage de la matrice plus importante avec ce procédé de frittage.

Tableau 28 : Masses volumiques, densités relatives et retrait volumique des pastilles composites selon plusieurs méthodes de frittage à 1200 °C ; (1) Mesures géométriques ; (2) Mesures par pesée hydrostatique.

Composites	Paramètres de frittage	Retrait volumique (1) (%)	Masse volumique apparente (1) ($g.cm^{-3}$)	Densité relative (1) (%)	Masse volumique apparente (2) ($g.cm^{-3}$)	Densité relative (2) (%)
PS_1200_60	1200 °C 1 h	9 ± 1	2,57 ± 0,05	65 ± 1	2,65 ± 0,01	66,8 ± 0,1
HP_1200_60	1200 °C 1 h	25 ± 1	3,10 ± 0,05	78 ± 1	3,18 ± 0,01	80,2 ± 0,1
SPS_1200_10	1200 °C 10 min	23 ± 1	3,00 ± 0,05	76 ± 1	3,07 ± 0,01	77,4 ± 0,1

Les fractions volumiques de porosité, de fibres et de matrice des pastilles sont définies à partir des densités relatives mesurées par pesée hydrostatique et à partir du rapport volumique F/P égal à 1/2 (Tableau 29). D'une part, la porosité du matériau **PS_1200_60** est exclusivement ouverte, indiquant un réseau poreux interconnecté qui est certainement issu de l'élimination de la phase aqueuse et organique lors des traitements thermiques. D'autre part, les matériaux **HP_1200_60** et **SPS_1200_10** possèdent une faible proportion de porosité fermée (0,4 et 0,3 ± 0,1 %, respectivement), révélant que la porosité est majoritairement interconnectée (ouverte) avec quelques pores emprisonnés lors du traitement thermique.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Tableau 29 : Fraction volumiques des constituants (matrice et fibres) des composites obtenus selon plusieurs méthodes de frittage à 1200 °C. Les volumes de porosité ouverte et fermée sont issus des résultats de mesure par pesée hydrostatique.

Composites	Paramètres de frittage	Porosité ouverte (%vol)	Porosité fermée (%vol)	Fraction volumique de fibres (%vol)	Fraction volumique de matrice alumine (%vol)
PS_1200_60	1200 °C 1 h	33,2 ± 0,1	0,0 ± 0,1	22,3 ± 0,1	44,5 ± 0,1
HP_1200_60	1200 °C 1 h	19,4 ± 0,1	0,4 ± 0,1	26,8 ± 0,1	53,4 ± 0,1
SPS_1200_10	1200 °C 10 min	22,3 ± 0,1	0,3 ± 0,1	25,9 ± 0,1	51,5 ± 0,1

Le niveau de porosité obtenu pour les matériaux **HP_1200_60** et **SPS_1200_10** reste trop faible par rapport à la fenêtre de porosité [25-35 %vol] définie par la littérature [112], [113], [125] afin d'obtenir une matrice faible pour la dissipation de l'énergie de fissure et des propriétés mécaniques d'intérêt pour le composite final. Pour ces deux composites, la matrice représente plus de 50 % du volume de la pastille et les fibres environ 25 %vol. A l'inverse, pour le composite **PS_1200_60**, le niveau de porosité se situe dans la gamme haute de porosité (33,2 ± 0,1 %vol).

1.2. Morphologie des FC-CMC

La caractérisation de la morphologie du matériau composite constitue une première approche quant à la prédiction de son comportement mécanique. Le niveau de porosité matricielle est un paramètre essentiel pour obtenir le comportement mécanique désiré. L'analyse de la microstructure permet de s'assurer de la bonne distribution des constituants (fibre et matrice) ainsi que de l'état d'avancement et de l'homogénéité du frittage de la matrice. La détection des défauts de microstructure dans le composite est un indicateur de la qualité du procédé de mise en œuvre ainsi que de l'influence de chacun des procédés de frittage utilisés.

1.2.1. Porosimétrie mercure

Etant donné que le réseau poreux des FC-CMC est essentiellement ouvert et interconnecté, la mesure de la distribution de la taille de pore par intrusion de mercure est réalisable et représentative pour ce type de matériau. Entre 0,5 et 1 cm^3 sont prélevés au centre des pastilles selon le niveau de porosité des pastilles (Chapitre 2 -2.6). Les résultats des mesures de porosimétrie mercure sont donnés sur la Figure 89 pour les trois matériaux. Le volume d'intrusion correspondant au diamètre de pore de 500 à 300 µm est lié à la rugosité de surface des morceaux prélevés. Pour ces analyses, le volume de porosité de taille [300-1] µm est associé

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

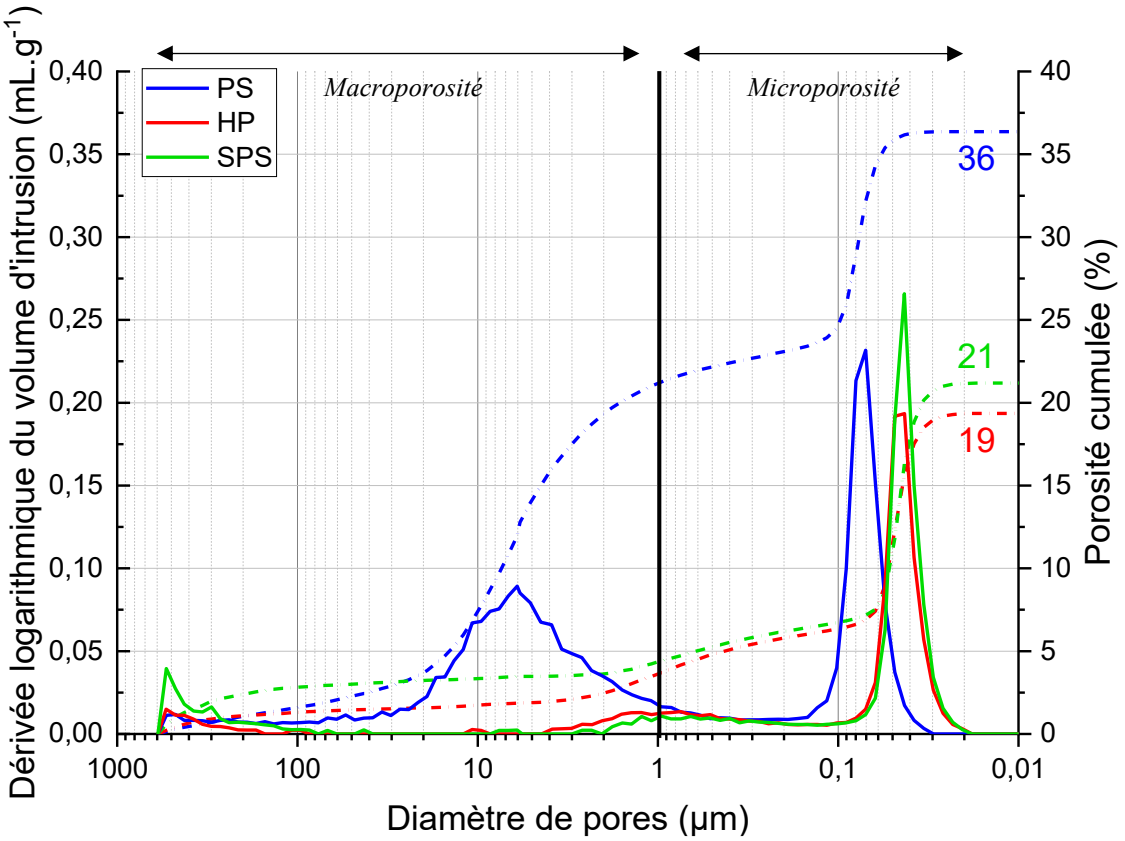
à la macroporosité tandis que les tailles de pores sur l'intervalle [1-0,02] µm correspond à la microporosité. L'origine de la macroporosité est liée aux défauts microstructuraux issus de la mise en œuvre et résultant du départ de la phase aqueuse et organique. A l'opposé, la microporosité est associée à l'état de frittage de la matrice, correspondant au volume de porosité intergranulaire. Par ailleurs, la porosité cumulée par porosimétrie mercure (Figure 89 b) est cohérente avec les ordres de grandeur obtenues par pesée hydrostatique pour les trois matériaux (Tableau 29).

La distribution du volume de porosité bimodale pour le composite **PS_1200_60** indique qu'il existe deux types de porosités dans le matériau. Le large pic d'intrusion centré sur 6 µm révèle un volume de macroporosité important. Elle peut être attribuée aux différents défauts microstructuraux (macropores) présents dans le composite, tels que la mauvaise imprégnation des mèches de fibres d'alumine ou bien la porosité résiduelle résultante de l'élimination des phases aqueuse et organique lors du traitement thermique. La microporosité est quant à elle représentée par un pic d'intrusion moins large se situant entre 0,03 et 0,1 µm. Ce type de porosité est attribuée à de la porosité intergranulaire de la matrice.

Les distributions du volume de porosité des matériaux **HP_1200_60** et **SPS_1200_10** sont proches. Leur volume de macroporosités est nettement inférieur à celui du matériau **PS_1200_60**. En effet, la majorité de la porosité pour ces matériaux correspond à de la microporosité intergranulaire. Leur pic d'intrusion situé à environ 0,02-0,05 µm indique un état de frittage de la matrice alumine proche et suggère une microstructure plus fine que celle obtenue pour le matériau **PS_1200_60**.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

(a)



(b)

Composites	PS_1200_60	HP_1200_60	SPS_1200_10
Porosité totale (%vol)	**36 ± 1**	**19 ± 1**	**21 ± 1**
Macroporosité (%vol)	23 ± 1	3 ± 1	4 ± 1
Microporosité (%vol)	13 ± 1	16 ± 1	17 ± 1

Figure 89 : Mesures de porosimétrie mercure des matériaux PS_1200_60 (bleu), HP_1200_60 (rouge), et SPS_1200_10 (vert), frittées à 1200 °C. (a) Les courbes en traits pleins représentent la distribution de la taille de pores, tandis que les courbes en pointillés représentent le cumul du volume d'intrusion, correspondant au volume cumulé de porosité dans le composite ; (b) quantification de la macro et microporosité.

L'analyse de la distribution de la porosité au sein des FC-CMC a permis de mettre en évidence la suppression d'un grand nombre de défauts microstructuraux présents dans le composite **PS_1200_60** par l'application d'une pression mécanique lors du traitement thermique des matériaux **HP_1200_60** et **SPS_1200_10**. En effet, non seulement cette méthode offre la possibilité d'atteindre des niveaux de densité plus élevés que par frittage naturel, mais permet aussi d'affiner la taille de la porosité intergranulaire. L'ensemble de ces interprétations pourront être vérifiées par l'analyse de la microstructure des matériaux.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

1.2.2. Caractérisations microstructurales

Les microstructures de chaque composite fritté à 1200 °C (**PS_1200_60**, **HP_1200_60** et **SPS_1200_10**), sont données sur la Figure 90. Le faible grandissement utilisé pour ces observations permet de caractériser une surface représentative. La microstructure du matériau **PS_1200_60** présente un certain nombre de défauts microstructuraux (imprégnés par la résine d'enrobage en gris) sous la forme de fissures, de canaux de porosités et de macroporosités. Cependant, la dispersion des constituants demeure satisfaisante : les fibres sont correctement incorporées par la matrice sans former d'amas importants. L'orientation des fibres dans le plan d'observation semble aléatoire.

À cette échelle, des microstructures comparables sont observées pour les composites **HP_1200_60** et **SPS_1200_10**. Des défauts microstructuraux, principalement sous forme de macroporosités, sont détectés, tandis que la présence de fissures et de canaux de porosité est nettement moins prononcée qu'au sein du matériau **PS_1200_60**. Le retrait volumique plus important engendré par la pression mécanique au frittage permet de d'éliminer un grand nombre de défauts microstructuraux. Cette approche permet de supprimer les canaux de porosité résiduels engendrés par le départ de la phase aqueuse et organique. Les microstructures des matériaux **HP_1200_60** et **SPS_1200_10** sont plus homogènes avec une bonne distribution des fibres dans la matrice. Toutefois, pratiquement aucune fibre n'est observée dans le sens vertical des micrographies MEB, traduisant une certaine orientation des fibres perpendiculaire à la direction de la pression uniaxiale appliquée lors de la mise en forme ou lors du traitement thermique dans le cas des matériaux **SPS_1200_10** et **HP_1200_60**.

Ces observations confirment les résultats d'analyses de porosimétrie mercure concernant la proportion importante de macroporosités au sein de la pastille **PS_1200_60.** Alors que les microstructures **HP_1200_60** et **SPS_1200_10** présentent nettement moins de défauts microstructuraux à cette échelle d'observation. Par ailleurs, l'état de surface de ces deux échantillons est également différent de celui de l'échantillon **PS_1200_60**, malgré l'utilisation d'un protocole de polissage identique. Cela traduit la faible cohésion intergranulaire de la matrice **PS_1200_60** par rapport aux deux autres.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

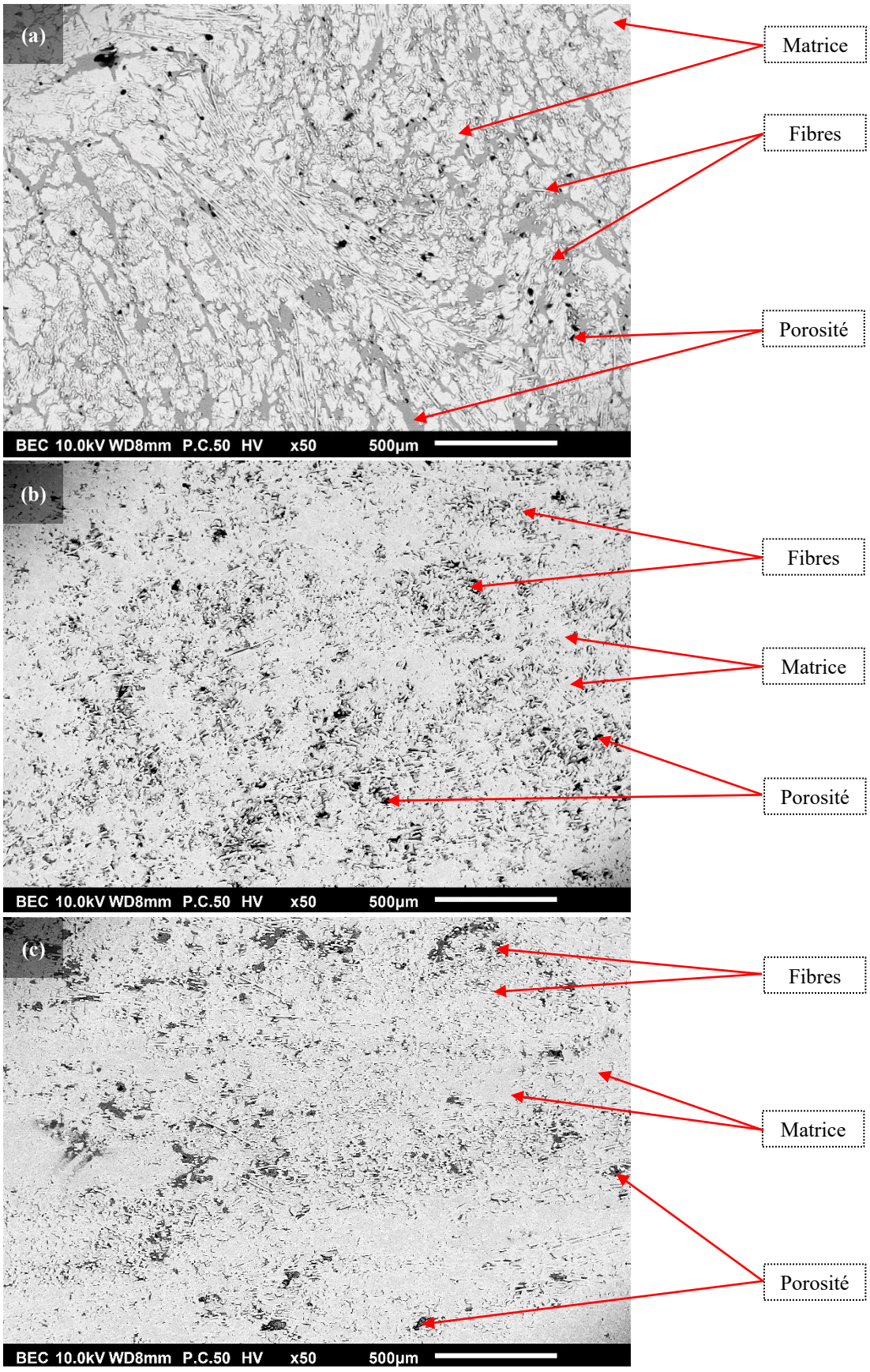


Figure 90 : Micrographies MEB représentatives à faible grandissement des matériaux composites obtenus à 1200 °C ; (a) PS_1200_60 ; (b) HP_1200_60 ; (c) SPS_1200_10.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Les observations des microstructures présentées sur la Figure 91 sont réalisées à plus fort grandissement, au niveau d'une ou plusieurs fibres imprégnées par la matrice. L'état de frittage de la matrice diffère selon la méthode de frittage employée.

En effet, la matrice **PS_1200_60** est caractérisée état de frittage précoce. L'état de surface révèle l'arrachement de nombreux grains d'alumine lors du polissage suggérant une faible cohésion intergranulaire de la matrice. La différence topographique (existence d'une 'marche') de la fibre par rapport au plan de la matrice confirme une dureté nettement plus élevée pour la fibre que pour la matrice sous-frittée.

Cependant, l'état de frittage de la matrice du matériau **HP_1200_60** est plus avancé. Aucune différence de marche n'est observée entre la matrice et les fibres après le polissage de l'échantillon, suggérant une dureté proche entre les deux constituants. L'application de la pression au frittage aide à réduire la porosité et à la réorganisation des particules. L'énergie apportée lors du cycle thermique facilite la densification par diffusion atomique. La combinaison de ces deux paramètres permet au frittage par HP d'atteindre des densités élevées à plus basse température que par le frittage naturel [126]. Dans le cas des pastilles **PS_1200_60** et **HP_1200_60**, le cycle thermique appliqué est identique, ce qui occasionne davantage de densification pour la pastille **HP_1200_60**, comme constaté par mesure de densité. Les résultats de porosimétrie mercure mettent en évidence en premier lieu, la réduction efficace du volume de macroporosité liée à l'élimination des défauts microstructuraux ; et en second lieu, une microporosité plus fine associée au réarrangement des particules.

La microstructure de la pastille **SPS_1200_10** présente un état de frittage « intermédiaire » (c). En effet, la matrice est caractérisée par des grains d'alumine plus fins que ceux de la matériau **HP_1200_60,** mais présente tout de même une légère croissance granulaire homogène pour laquelle les grains sont difficiles à identifier à cette échelle. L'état de surface est caractérisé par peu d'arrachement de grains et une légère différence de hauteur de la fibre par rapport au plan de la matrice qui suggère une légère cohésion matricielle, plus importante que celle observée pour la microstructure **PS_1200_60** mais demeure plus faible que pour la matrice **HP_1200_60**. Malgré un cycle de frittage SPS dix fois plus court que par frittage naturel et hot-pressing, la densification de la matrice alumine a tout de même eu lieu à 1200 °C.

Ces observations à plus fort grandissement confirment l'influence de chacun des procédés de frittage sur la densification de la matrice alumine. La plus faible densité relative pour la pastille **PS_1200_60** s'explique par la présence d'un grand nombre de défauts microstructuraux et un état de densification peu avancé de la matrice. Cela suggère une faible cohésion F/M pour ce composite. En ce qui concerne les matériaux **SPS_1200_10** et **HP_1200_60**, ces procédés de frittage permettent d'augmenter significativement la densité finale des composites et d'accroître la cinétique de frittage de la matrice. L'augmentation de la réactivité au frittage de la matrice peut aussi occasionner une cohésion importante entre la fibre et la matrice, générant une interface F/M forte. Cependant, la caractérisation approfondie de la

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

matrice et de l'interface F/M est limitée ici par l'état de surface des échantillons obtenus par polissage mécanique et par la résolution de la microscopie à émission thermoélectronique. En conséquence, des préparations adaptées ont été réalisées pour des observations à l'échelle micrométrique (MEB FEG). Les analyses correspondantes et leurs interprétations sont détaillées dans la partie suivante.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

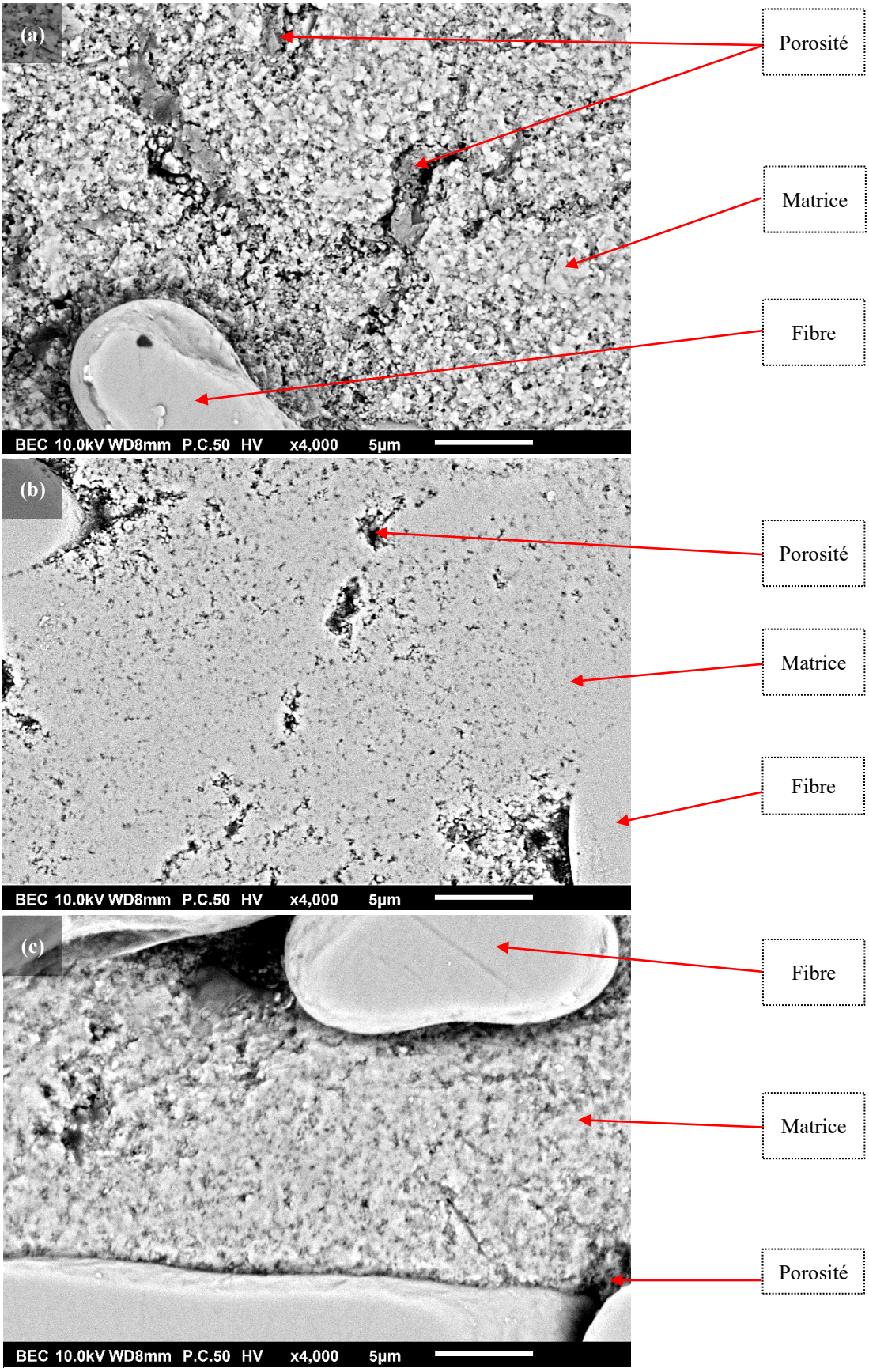


Figure 91 : Micrographies MEB d'une zone de fibres imprégnées dans la matrice alumine des matériaux composites obtenus à 1200 °C ; (a) PS_1200_60 ; (b) HP_1200_60 ; (c) SPS_1200_10.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

1.3. Caractérisations de l'interface Fibre/Matrice (F/M)

La caractérisation de l'interface F/M des composites oxyde/oxyde est primordiale pour la compréhension de leur comportement mécanique. En effet, la densité relative minimale fixée à 65 % par la littérature a pu être atteinte par les trois méthodes de frittage, mais la cohésion F/M doit rester faible pour que la déviation de fissure à l'interface des fibres ait lieu. Afin de caractériser l'influence de chacun de ces trois procédés à l'interface F/M, des observations au MEB FEG de haute résolution ont été réalisées.

Les échantillons ont été préparés par polissage (ou abrasion) ionique afin de s'affranchir de la différence topographique entre le plan de la matrice et les fibres, observée notamment après le polissage mécanique des composites **PS_1200_60** et **SPS_1200_10**. L'intérêt principal du polissage par faisceaux d'ions est qu'il permet de ne pas déformer la surface polie et que l'arrachement de matière est indépendant de la densité du matériau. De ce fait, ce type de polissage est plus précis et il permet l'observation fine de l'interface F/M, mais aussi de la matrice. Cependant, ce type de polissage peut laisser quelques traces sur la microstructure, liées au passage du faisceau d'ions. Par ailleurs, la qualité de l'image de la microstructure **SPS_1200_10** est dégradée à cause d'un effet de texture provoqué par un dépôt trop important d'or avant le dépôt or-palladium. Le dépôt d'or a été remplacé par un dépôt de carbone plus fin afin de limiter les effets de texture pour les échantillons **HP_1200_60** et **SPS_1200_10**.

Les micrographies obtenues sont présentées sur la Figure 92 à deux grandissements. Les fibres et les zones matricielles sont indiquées par les caractères blancs ***F*** et ***M***, respectivement. Les images à faible grandissement permettent de confirmer la bonne incorporation des fibres dans la matrice. La densification de la matrice alumine apparaît comme homogène sur les zones observées, sans croissance granulaire exagérée pour les trois matériaux.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

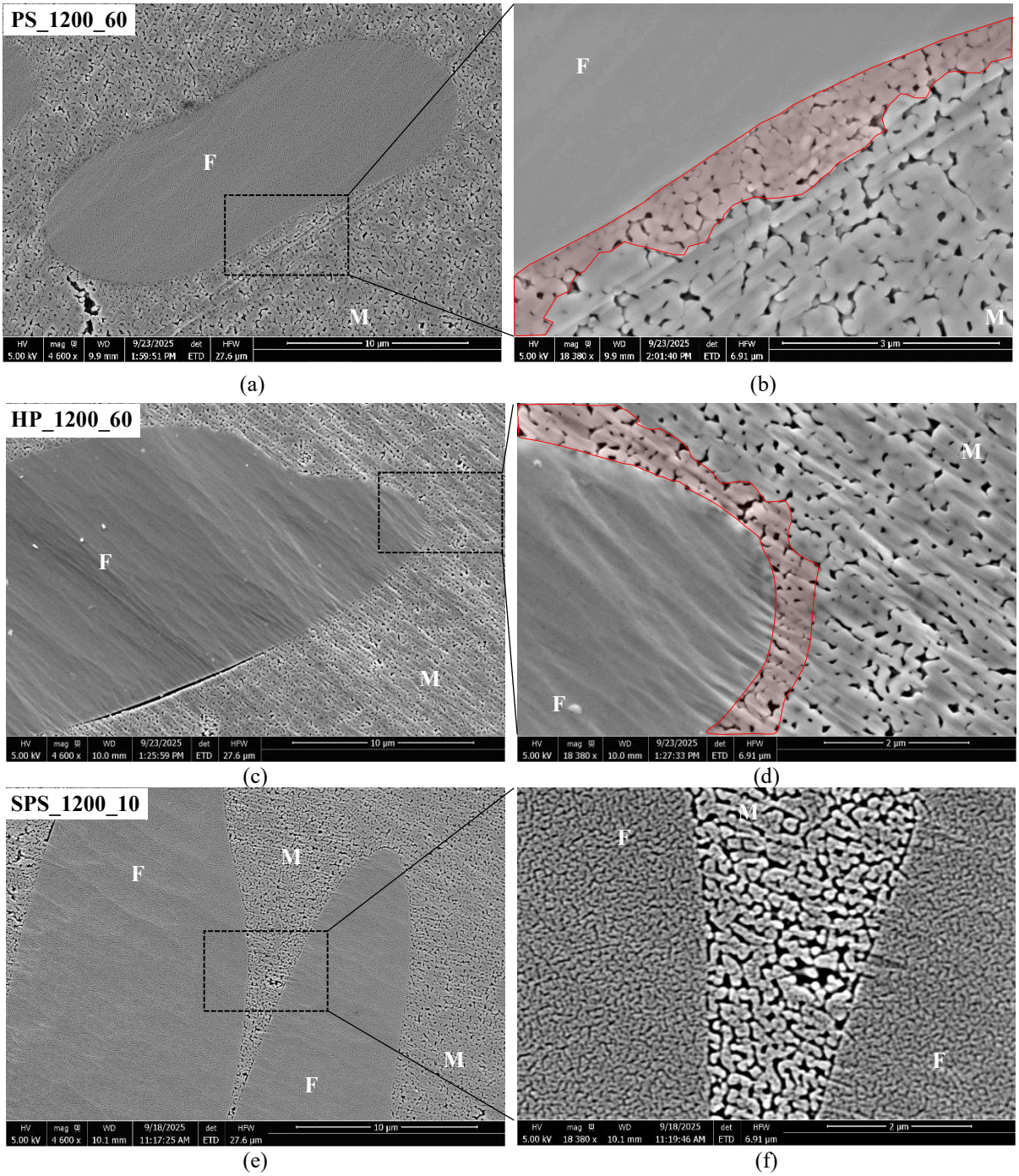


Figure 92 : Micrographies MEB FEG à l'interface F/M après polissage ionique. Les images à faible grandissement (a), (c), et (e) et à fort grandissement (b), (d), et (f) correspondent aux matériaux PS_1200_60, HP_1200_60, et SPS_1200_10, respectivement.

Cependant, la zone matricielle correspondant aux contours de la fibre pour les matériaux **PS_1200_60** et **HP_1200_60** révèle un état de frittage différent. En effet, à fort grandissement pour les micrographies (b) et (d), les premiers grains au contact de la fibre apparaissent plus fins que ceux éloignés de celle-ci. La zone délimitée en rouge, d'une largeur proche de 800 nm, fait apparaître la croissance différentielle des grains de la matrice alumine au voisinage de la fibre. Les microstructure **PS_1200_60** et **HP_1200_60** sont caractérisées par un état de frittage

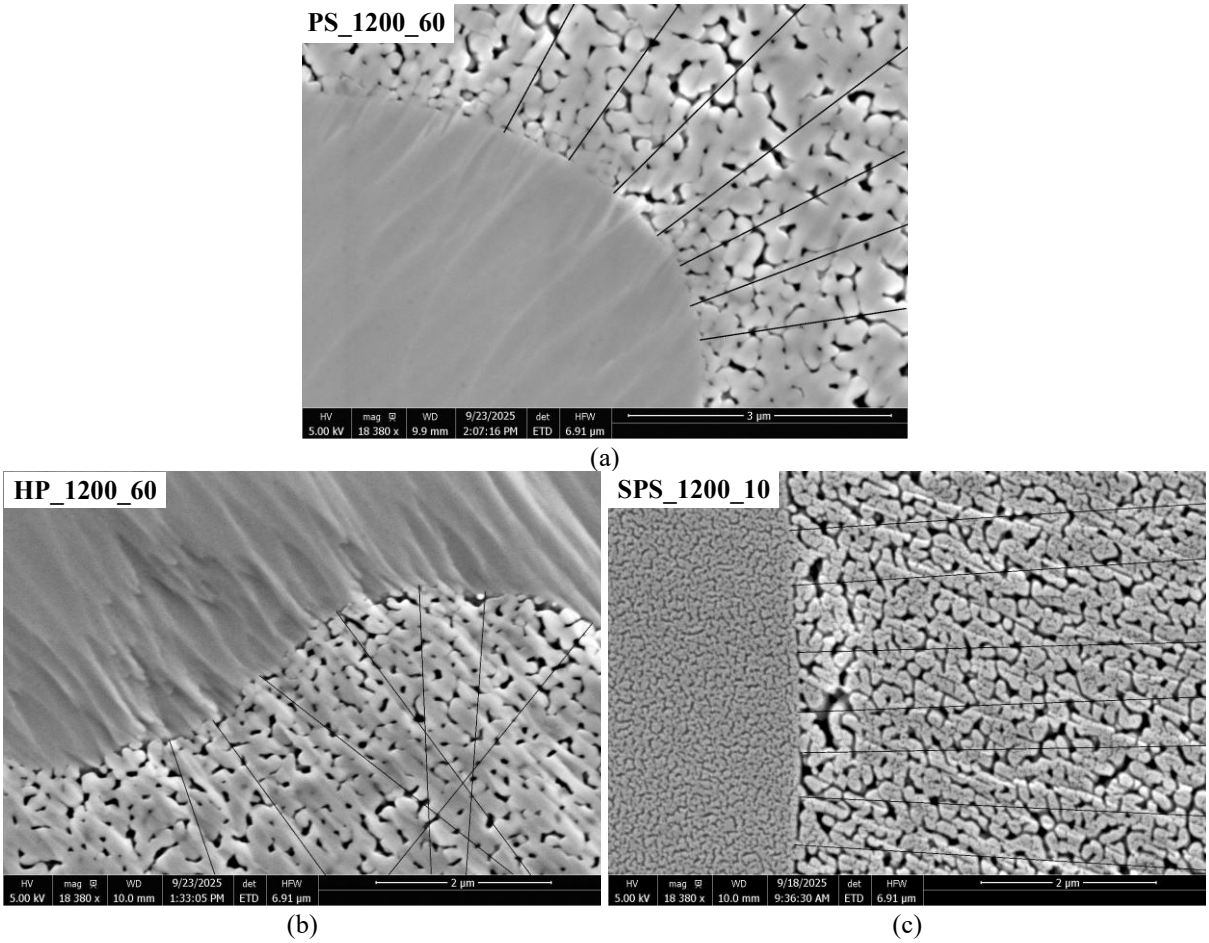
Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

plus avancé que celui de la matrice **SPS_1200_10**, avec des grains de taille plus grande. La densification de la matrice a bien eu lieu, y compris pour le frittage naturel. Les grains ont des dimensions plus grandes (environ 1 µm). Ceux-ci se présentent sous une forme arrondie avec de nombreux points de contacts. Certains amas de grains suggèrent la formation précoce des premiers grains de frittage de plusieurs micromètres, occasionnant l'emprisonnement des porosités intergranulaires. Néanmoins, peu ou pas de porosité fermée n'a été mesurée pour ces deux pastilles et la surface spécifique de ce type de microstructure est encore très élevée, ce qui signifie que l'étape de densification n'en est encore qu'à son début concernant les composites **PS_1200_60** et **HP_1200_60**.

La microstructure de la matrice **SPS_1200_10** (f) présente un état de frittage moins avancé. Elle fait apparaître des grains plus fins que pour les matériaux **PS_1200_60** et **HP_1200_60**. Les ponts de frittage entre les grains sont plus petits et les plus gros grains ont des dimensions ne dépassent pas 500 nm. Ceci est caractéristique du procédé de frittage SPS, dont le cycle thermique beaucoup plus bref. En effet les rampes de chauffage très rapides et les paliers plus courts permettent d'activer plus efficacement la réactivité au frittage de l'alumine, conduisant à une croissance granulaire modérée. Cette combinaison de paramètres se traduit finalement par une microstructure plus fine de la matrice [127], [128]. Enfin, aucune croissance granulaire différentielle n'est constatée au voisinage des fibres pour le composite **SPS_1200_10**.

Afin de mettre en évidence la croissance granulaire différentielle au voisinage des fibres, la mesure de la taille de grains de la matrice alumine a été réalisée par interception linéaire (Chapitre 2 -3.3.3) sur trois images pour chacun des matériaux. La Figure 93 présente un exemple de micrographies MEB utilisées pour ces analyses. Sept lignes de mesure sont tracées perpendiculairement aux contours de la section de la fibre jusqu'à l'extrémité de l'image. Entre 50 et 75 grains sont mesurés sur chaque image. La taille et la distance par rapport à la fibre sont mesurées pour chaque grain. La Figure 94 (a) représente ainsi la moyenne glissante de la taille des grains de la matrice alumine en fonction de la distance qui les sépare de la fibre. La bande d'erreur de $\pm$ 15 nm correspond à l'incertitude de mesure sur la taille d'un grain.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés



(a) (b) (c)

Figure 93 : Exemple de micrographies MEB FEG utilisés pour l'analyse de taille de grain par interception linéaire au voisinage des fibres. Les images a, b, et c correspondent aux matériaux PS_1200_60, HP_1200_60, et SPS_1200_10, respectivement.

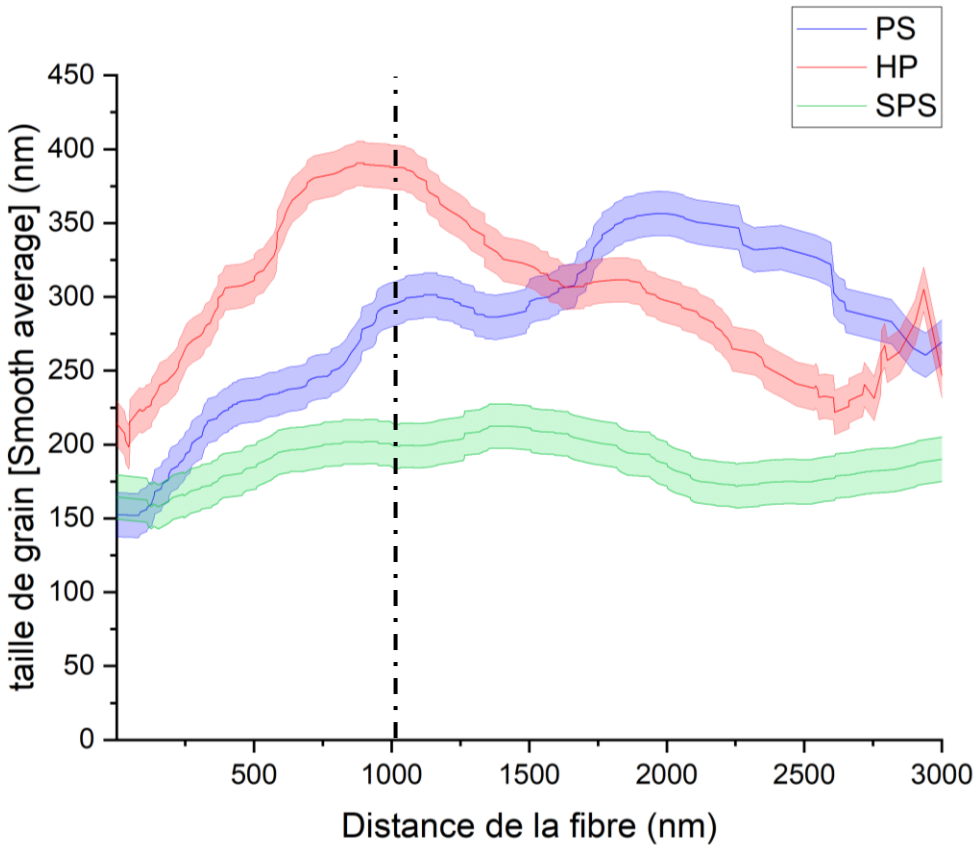
La Figure 94 (a) met en évidence le lien entre la taille des grains proches de la fibre pour les composites **PS_1200_60** et **HP_1200_60**. En effet, la taille moyenne des grains augmente avec la distance qui les sépare de la fibre (< 1000 nm). Au-delà d'une distance de 1000 nm, la taille des grains fluctue et ne semble plus être directement dépendante de leur distance à la fibre. Ces mesures confirment qu'il existe bien un effet des fibres sur la croissance granulaire de la matrice sur une distance de quelques centaines de nanomètres depuis leur surface. Comme mis en évidence précédemment, cette tendance n'est pas observée pour le composite **SPS_1200_10**. La taille des grains semble constante, quelle que soit distance à la surface de la fibre.

Les valeurs rapportées sur la Figure 94 (b) confirment que la taille moyenne des grains de matrice **SPS_1200_10** est plus faible que celle des deux autres. La taille moyenne des grains de la matrice **HP_1200_60** est plus élevée que celle du composite **PS_1200_60**, ce qui est contradictoire avec les résultats de porosimétrie mercure (Figure 89). La taille de microporosités plus faible de la première par rapport à la seconde suggérait en effet une microstructure plus fine pour la matrice **HP_1200_60**. Néanmoins, le réarrangement des particules par l'application de la pression par HP peut aussi réduire significativement les

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

distances inter-particules, menant à une microporosité après frittage plus fine, même avec une taille de grain plus importante que par frittage naturel. De plus, l'écart-type de mesure de la taille des grains pour ces deux matériaux tend à minimiser cet écart de taille moyenne.

(a)



(b)

Composites	Taille moyenne des grains (nm)	Ecart-type (nm)	N (nombre de grains mesurés)
PS_1200_60	253 ± 15	146	186
HP_1200_60	293 ± 15	209	188
SPS_1200_10	190 ± 15	90	216

Figure 94 : Mesure de taille de grains par interception linéaire. (a) Taille de grains de la matrice en fonction de la distance qui les sépare de la fibre ; (b) Taille moyenne des grains et écart-type selon le procédé de frittage.

La croissance différentielle près de la surface des fibres pour les microstructures **PS_1200_60** et **HP_1200_60** peut s'expliquer par une légère diffusion de l'élément silicium (Si). En effet, comme évoqué dans le Chapitre 1, les travaux de *Schmücker et Mechnich* [33] ont mis en évidence que la diffusion du silicium de la fibre vers la matrice était responsable de la dégradation des performances thermomécaniques des fibres N610^{TM}. Au-delà de 1300 °C, la silice (SiO_2) initialement présente dans le volume des fibres et représentant 0,1 à 0,3 %m [104] migrent vers la matrice alumine ce qui a pour conséquence d'accélérer la croissance granulaire des fibres. Les mêmes auteurs ont montré que la diffusion du silicium débute vers 1350 °C et

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

s'intensifie progressivement jusqu'à 1500 °C [129]. En tenant compte des résultats apportés par la littérature, la diffusion du silicium sous forme de silice pourrait être responsable de la croissance granulaire plus faible des grains d'alumine au voisinage des fibres et influencer les propriétés d'interface F/M, pour les composites **PS_1200_60** et **HP_1200_60**. Cette hypothèse serait cohérente puisque la silice est reconnue comme inhibitrice de la densification de l'alumine [124]. C'est par ailleurs ce qui a été constaté dans le chapitre précédent concernant l'introduction de silice dans la matrice alumine. La croissance granulaire différentielle pourrait donc être un marqueur de la diffusion de l'élément Si. Toutefois, il n'a pas été possible de quantifier la teneur en silicium dans la zone de diffusion supposée, celle-ci étant de même dimension que la poire d'interaction EDS (~ 1 µm), la diffusion du silicium ne peut pas être mise en évidence à partir de cette analyse.

1.4. Conclusions

L'influence des différents procédés de frittage (PS, HP et SPS) sur la densification des composites élaboré a pu être évaluée par les caractérisations morphologiques. En effet, les résultats des mesures densités ont révélé que l'application d'une pression mécanique au frittage (HP et SPS) permet d'atteindre une densité relative supérieure à 75 % à 1200 °C, multipliant par 2 le retrait volumique par rapport au frittage naturel (PS). Le volume de défauts microstructuraux a été significativement réduit grâce à l'amélioration de la densification des pastilles **HP_1200_60** et **SPS_1200_10**. La taille de la microporosité, liée à l'état de densification de la matrice et au réarrangement des particules au pressage, est aussi réduite pour ces deux dernières méthodes.

Les caractérisations microstructurales ont confirmé la présence d'un plus grand nombre de défauts microstructuraux pour le matériau **PS_1200_60**. L'application d'une pression mécanique de 20 MPa pendant le traitement thermique améliore l'homogénéité de la matrice. L'état de densification plus avancé pour les microstructures **HP_1200_60** et **SPS_1200_10** est caractérisé une cohésion matricielle plus importante.

Les observations MEB FEG de plus haute résolution ont révélé une croissance granulaire plus importante pour des matrices **PS_1200_60** et **HP_1200_60**. Ces deux matériaux présentent une taille de grain plus fine de la matrice alumine au voisinage des fibres (< 1000 nm), attribuée à la potentielle diffusion de silicium (Si) de la fibre vers la matrice, induite par la durée plus longue des cycles thermiques par comparaison avec le procédé SPS.

L'étude morphologique et microstructurale des matériaux FC-CMC élaborés pendant ces travaux a permis de faire le lien entre les paramètres d'élaboration et leur effet sur la distribution du volume de porosité et l'état de densification de la matrice. Ces résultats apportent des informations fondamentales pour la compréhension de leur comportement

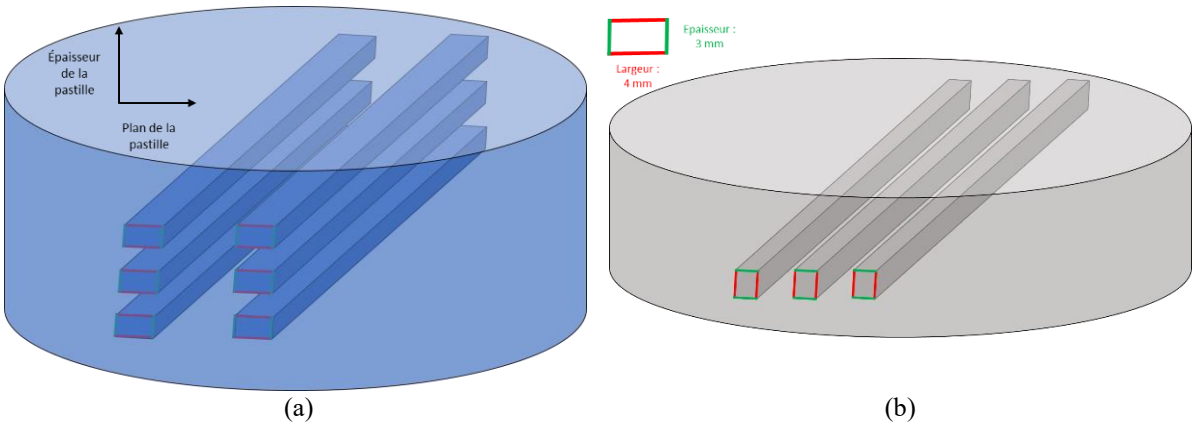
Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

mécanique, notamment en ce qui concerne le niveau de porosité et la nature de l'interface F/M selon le procédé de frittage employé. La partie suivante portera sur le comportement mécanique en flexion des matériaux FC-CMC. L'objectif est de mettre en évidence le lien entre la microstructure avec les mécanismes d'endommagement des composites, ainsi que d'identifier les configurations les plus favorables à l'obtention de propriétés optimisées.

2. Caractérisation mécanique par flexion 4 points

Pour cette étude, les propriétés mécaniques d'intérêt d'un composite sont définies par sa capacité de tolérance à un endommagement. Cela se traduit par l'aptitude de l'interface F/M à dévier efficacement la fissure le long de la fibre. De plus, dans le cas des O-CMC, la matrice poreuse permet de dissiper l'énergie de fissure lors de sa propagation dans le matériau. Pour cela, des essais de flexion 4 points ont été réalisés sur les trois matériaux FC-CMC. L'influence de chacun des procédés est caractérisée à partir des propriétés mécaniques résultant de ces essais. L'analyse des éprouvettes après essai, notée « *post-mortem* », a été menée dans le but de mieux décrire les mécanismes d'endommagement du matériau.

En raison de l'épaisseur des pastilles, seules trois éprouvettes ont pu être usinées pour les pastilles **HP_1200_60** et **SPS_1200_10**, contre six pour la pastille **PS_1200_60**. La largeur des éprouvettes **HP_1200_60** et **SPS_1200_10** est perpendiculaire au plan de la pastille (soit parallèlement à la direction d'application de la pression) tandis que la largeur des éprouvettes **PS_1200_60** est dans le plan de la pastille (Figure 95). Par ailleurs, seules 5 des 6 éprouvettes **PS_1200_60** ont pu être caractérisées en raison de la casse de l'une d'entre-elles après usinage.



(a) (b)

Figure 95 : Représentation du plan d'usinage des barreaux de flexion dans la pastille PS_1200_60 (a) et dans les pastilles HP_1200_60 et SPS_1200_10 (b).

Les modules élastiques mesurés par l'appareil GrindoSonic sont donnés sur la Figure 96 en fonction de la densité des éprouvettes et de leur procédé de frittage.

Les propriétés élastiques du FC-CMC sont étroitement liées à la densité des éprouvettes. En effet, les éprouvettes les plus denses présentent les modules les plus élevés et inversement.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

La courbe de tendance correspondant à la régression linéaire des points met en évidence une relation linéaire entre le module et la densité relative des matériaux sous forme de barreaux. Ce type de comportement élastique est observé pour les alumines monolithiques. En effet, les travaux de *Lam et al.* [46] ont démontré qu'il existait une relation linéaire entre le module élastique et la fraction volumique de porosité d'une alumine. L'auteur mentionne notamment que cette relation doit vérifier que la densité pour laquelle le module est nul doit être équivalente à la densité du cru. La masse volumique moyenne des pastilles FC-CMC crues déliantés a été mesurée à 2,31 ± 0,05 g.cm^{-3}, soit 57,9 ± 1,0 % de densité relative, ce qui est cohérent de la densité relative à cru de 59,2 %, estimée ici par la régression linéaire.

Le module élastique est donc un indicateur pertinent et direct de l'état de densification du composite, et donc de la matrice. Ces mesures confirment l'état de densification de la matrice **HP_1200_60** est plus avancé que celle de du composite **SPS_1200_10**. En revanche, ce sont plutôt les nombreux défauts microstructuraux liés à la mise en œuvre de la pastilles **PS_1200_60** qui réduisent la densité des éprouvettes et par conséquent le module. Par ailleurs, c'est pour ce matériau que la dispersion de densités relatives des éprouvettes est la plus importante, traduisant une certaine hétérogénéité.

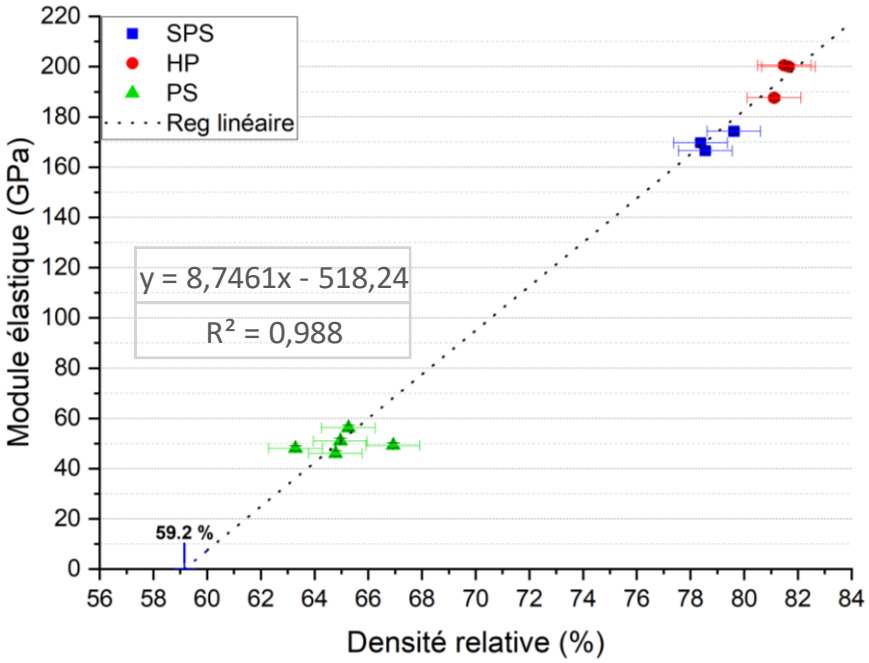


Figure 96 : Module élastique obtenu par mesure d'impulsion ultrasonore (GrindoSonic) des barreaux de flexion issus des pastilles PS_1200_60 (vert), HP_1200_60 (rouge) et SPS_1200_10 (bleu)

Les courbes contrainte-déformation sont obtenues à partir du déplacement non corrigé de la traverse de la machine en flexion et de la force mesurée pour chacune des éprouvettes (en tenant compte des dimensions de leur section). Le module d'Young de flexion est quant à lui calculé à partir de la régression linéaire des courbes contrainte-déformation mesurée par les jauges de déformation placées sur la face en traction de chaque éprouvette. Les courbes

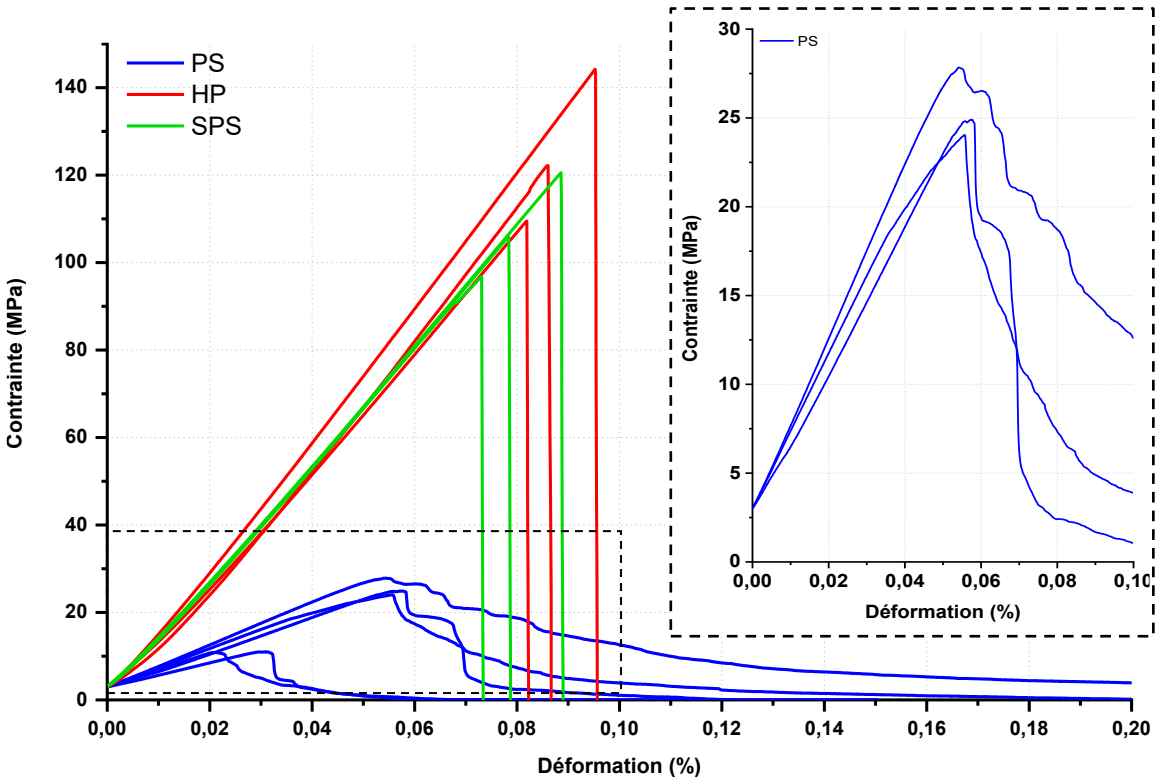
Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

contrainte-déformation sont données sur la Figure 97 (a). Les propriétés mécaniques mesurées lors des essais de flexion 4 points et des mesures d'impulsion ultrasonores sont donnés dans le tableau de la Figure 97 (b). L'incertitude donnée correspond à l'écart-type de mesure entre les éprouvettes issues d'une même pastille. 2 des 5 éprouvettes **PS_1200_60** testées ont subi une rupture prématurée, certainement provoquée par un endommagement à l'usinage. Les valeurs mesurées pour ces éprouvettes (module d'Young de flexion, déformation et contrainte maximale) n'ont dont pas été prises en compte.

Ces résultats révèlent un comportement mécanique purement élastique pour les éprouvettes **HP_1200_60** et **SPS_1200_10**. En effet, la contrainte augmente linéairement avec la déformation jusqu'à la résistance maximale avant d'observer une rupture fragile des éprouvettes. Ces deux matériaux affichent une contrainte maximale moyenne supérieure à 100 MPa. A l'inverse, les éprouvettes **PS_1200_60** affichent des contraintes maximales jusqu'à 4 fois moins élevées, mais un comportement mécanique très différent. En effet, elles présentent aussi un domaine linéaire élastique, mais une rupture de pente avant d'atteindre la contrainte maximale. Ensuite, la rupture des éprouvettes est caractérisée par la diminution progressive de la contrainte.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

(a)



(b)

Composites	Densité géométrique (%)	Module élastique [GrindoSonic] (GPa)	Module d'Young de flexion [Jauges de déformation] (GPa)	Déformation à contrainte maximale (%)	Contrainte maximale (MPa)
PS_1200_60	65,0 ± 1,3	50 ± 4	54 ± 10	0.056 ± 0.002	26 ± 2
HP_1200_60	81,7 ± 0,3	196 ± 7	196 ± 19	0.087 ± 0.006	125 ± 17
SPS_1200_10	78,9 ± 0,7	170 ± 4	166 ± 5	0.082 ± 0.006	105 ± 11

Figure 97 : (a) Courbes contrainte-déformation des essais de flexion 4 points à température ambiante des matériaux FC-CMC frittés à 1200 °C à l'aide de différentes méthodes de frittage. (b) Propriétés mécaniques moyennes par matériaux (PS_1200_60, HP_1200_60 et SPS_1200_10).

La différence de comportement mécanique entre les différents procédés de frittage peut s'expliquer par deux facteurs.

Le premier est celui de la densité des éprouvettes. En effet, les éprouvettes **HP_1200_60** et **SPS_1200_10** présentent une densité moyenne proche de 80 % représentant la gamme haute de densité pour des composites oxyde-oxyde [112]. La porosité matricielle n'est pas suffisante pour dissiper l'énergie de fissure. Cela permet d'atteindre des contraintes maximales et des modules plus élevés, mais ne permet pas de s'affranchir du comportement fragile caractéristique d'une céramique. A l'inverse, la porosité très importante des éprouvettes

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

PS_1200_60 permettrait de dissiper davantage l'énergie de fissure. Ce paramètre se traduit par la microfissuration de la matrice, responsable de la rupture de pente des courbes contraintes-déformation avant l'apparition du domaine pseudo-plastique. Cependant, la porosité se présentant essentiellement sous la forme de macropores et micropores entraîne l'amorce de fissures à des niveaux de contraintes nettement inférieurs.

De plus, le type d'interface F/M constitue le second facteur agissant sur le comportement mécanique du composite. En effet, d'après les observations microstructurales discutées dans la première partie de ce chapitre, la matrice semble avoir réagi avec les fibres lors du frittage par HP et SPS. La formation de nombreux ponts de frittage conduit à une interface F/M forte et cohésive. De ce fait, le concept d'interface faible n'est plus respecté et la fissure se propage à travers les fibres lorsque le matériau est soumis à une contrainte. L'interface F/M pour les composites **HP_1200_60** et **SPS_1200_10** ne peut plus jouer son rôle de fusible mécanique permettant la déviation de fissures à sa surface. Ce phénomène conduit donc à la rupture fragile du composite, identique au comportement d'une céramique monolithique. En revanche, le comportement de tolérance à l'endommagement du matériau **PS_1200_60** suggère que l'interface F/M est faible. En effet, les observations microstructurales ont mis en évidence la faible réactivité de la matrice à l'interface de la fibre. L'absence de cohésion à l'interface permet ainsi de mener à la déviation des fissures et fait apparaître de la reprise d'effort et une rupture progressive du composite.

L'ensemble des hypothèses formulées à partir du comportement en flexion des FC-CMC est en adéquation avec les observations *post-mortem* réalisées sur les éprouvettes (Figure 98). D'une part, le profil de fissuration des matériaux **HP_1200_60** (c) et **SPS_1200_10** (e) met en évidence une propagation de fissure rectiligne et brutale de part et d'autre des éprouvettes. De plus, les micrographies MEB de la surface du faciès de rupture associé (d et f, respectivement) ne montrent aucune décohésion des fibres de la matrice. Cela confirme que la déviation de la fissure à l'interface F/M n'a pas eu lieu et que les fissures se sont effectivement propagées au travers des fibres. Ces observations confirment le comportement fragile de ces deux composites. D'autre part, l'éprouvette **PS_1200_60** présente un profil de propagation de fissure (a) irrégulier et subissant de nombreuses déviations. Aussi, la micrographie MEB du faciès (b) met en évidence le phénomène de « pull-out », correspondant à la décohésion de plusieurs fibres par rapport à la matrice. Ces observations témoignent de la déviation de fissure à l'interface F/M pour ce matériau.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

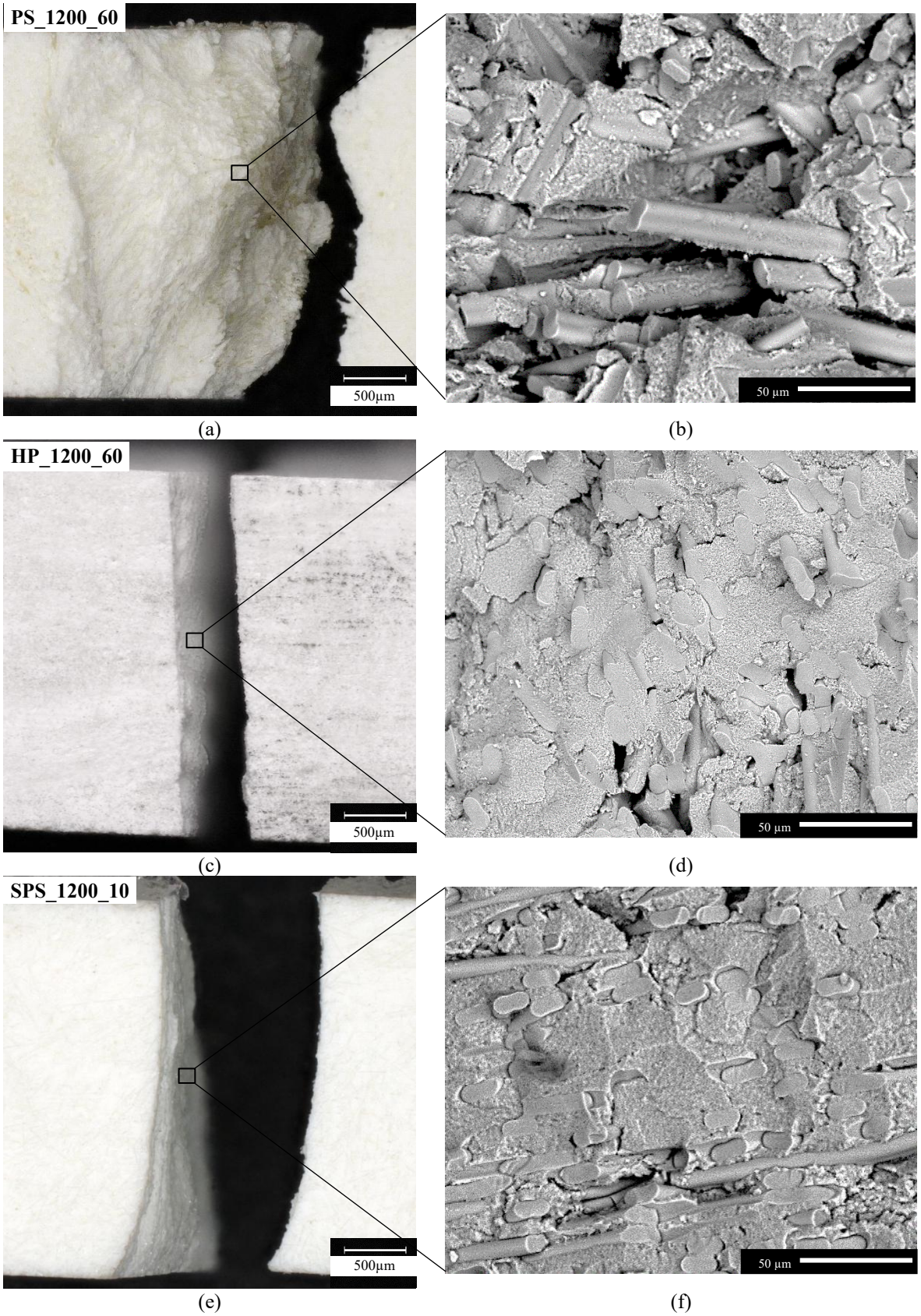


Figure 98 : Observations *post-mortem* des éprouvettes après flexion 4 points des matériaux PS_1200_60, SPS_1200_10, et HP_1200_60. A gauche, images optiques du profil des faciès de rupture de la face en traction (a, c, et e, respectivement). A droite, observations MEB de la surface des faciès (b, d, et f, respectivement).

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Enfin, d'après l'observation de l'ensemble des faciès de rupture des éprouvettes **PS_1200_60**, la longueur de décohésion l_c des fibres ne dépasse pas 100 µm, ce qui signifie qu'elle est 8 fois inférieure à la longueur moyenne des fibres mesurée (l_{moy} = 800 µm). En se basant sur le modèle de cisaillement interfacial (*shear-lag model*) abordé dans le Chapitre 1, partie 3.1, la résistance en cisaillement de l'interface F/M, τ, serait encore trop important. L'interface F/M n'est pas suffisamment faible, ce qui réduit drastiquement la longueur critique à quelques centaines de microns maximum (Équation 5). De ce fait, maintenir une longueur des fibres d'ordre millimétrique (800 µm après mise en forme) ne serait pas nécessaire pour conduire à un comportement de tolérance à l'endommagement dans ces conditions de frittage.

Les travaux de *Winkelbauer et al.* [103] mentionnent cependant que la longueur critique l_c d'un FC-CMC N610^{TM}/Al_2O_3-ZrO_2 peut être évaluée à 3,5 mm. Cette longueur critique est bien supérieure à celle des fibres dans le composite **PS_1200_60** (800 µm après mise en forme). Le niveau de cohésion d'interface F/M est alors certainement différent pour les FC-CMC développés dans ces travaux. Il a par ailleurs été mis en évidence dans cette même étude que l'augmentation de la longueur des fibres courtes (à 7, 14 et 28 mm) se traduit par un accroissement mesurable des propriétés mécaniques des FC-CMC. Les auteurs attribuent ce phénomène à l'amélioration du transfert de charge de la matrice aux fibres plus longues. L'influence de la longueur des fibres sur les propriétés mécaniques sera de nouveau abordée à la fin du chapitre 5 avec l'utilisation de fibres alumine de différentes longueurs.

2.1. Conclusions

L'influence du procédé de frittage sur les propriétés élastiques du FC-CMC est caractérisée par le niveau de densification des composites. Les propriétés élastiques mesurées ont mis en évidence une relation linéaire reliant le module d'élasticité avec la densité des éprouvettes, comme c'est notamment le cas pour les monolithes. La mesure du module élastique (mesure par impulsion ultrasonore) identique à celle du module d'Young de flexion (mesure à partir de la courbe d'essai de flexion), indique que le composite possède des propriétés élastiques isotropes, quel que soit le procédé de frittage.

Les essais de flexion 4 points ont révélé que seul le matériau **PS_1200_60** présente un mécanisme de déviation de fissure. Les courbes issues des essais de flexion 4 points pour ce matériau sont caractérisées par une rupture de pente avant la rupture progressive de l'éprouvette. Les observations post-mortem montrent la présence de fibres extraites de la matrice (« pull-out »), confirmant que la déviation de fissure à l'interface F/M a bien eu lieu. Cependant, si le comportement de tolérance à l'endommagement est souhaitable pour ce type de matériau, le niveau de contrainte maximale demeure 5 à 6 fois plus faible que celui obtenu pour les composite **HP_1200_60** et **SPS_1200_10** (26 ± 2 MPa contre 125 ± 17 et 105 ± 11 MPa, respectivement). En effet, la réduction du volume de défauts

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

microstructuraux grâce à l'application d'une pression mécanique lors du traitement thermique permet de limiter les sites d'initiation de fissure et d'augmenter la contrainte mécanique que peut supporter le composite. Cependant, en contrepartie de l'accélération de la densification de la matrice, la plus haute réactivité au frittage des procédés **HP_1200_60** et **SPS_1200_10** conduit à la création d'une interface F/M forte. Ainsi, le comportement mécanique de ces composites est linéaire-élastique, menant à la rupture fragile des éprouvettes.

3. Conclusions du chapitre

Les résultats du Chapitre 3 ont conduit à l'établissement d'un protocole de mise en forme de crus FC-CMC avec un rapport volumique Fibre/Matrice de 1/2. Ces crus ont ensuite été traités thermiquement selon trois procédés de frittage à 1200 °C : frittage naturel (PS), pressage à chaud (HP) et frittage flash (SPS). Ce chapitre a mis en évidence l'influence de chacun de ces procédés sur la morphologie, la microstructure et le comportement mécanique des matériaux obtenus. La caractérisation microstructurale à l'échelle macroscopique confirme ***la bonne distribution des constituants (matrice et fibres) dans le composite,*** quel que soit la méthode de frittage. En revanche, ***le frittage naturel a montré ses limites quant à la possibilité de densification du FC-CMC.*** Les nombreux défauts microstructuraux résiduels (canaux de déliantage, macropores) constituent des sites d'initiation de fissures, conduisant à une résistance mécanique réduite. L'utilisation de procédés avec application de pression mécanique au frittage tel que les procédés ***HP et SPS a permis d'éliminer la majeure partie des défauts microstructuraux et d'obtenir une résistance maximale à la rupture plus importante.*** Cependant, la densification accrue des composites **HP_1200_60** et **SPS_1200_10** ont fait apparaître des mécanismes d'endommagement différents de ceux observés pour le composite **PS_1200_60**.

En effet, les courbes de flexion pour les éprouvettes ***HP_1200_60 et SPS_1200_10 démontrent un comportement purement linéaire-élastique, tandis que pour les éprouvettes PS_1200_60, un domaine de pseudo-plasticité est observé avant la rupture progressive des matériaux.*** Ces différences de comportement mécanique sont directement liées au niveau de porosité de la matrice et à la nature des interfaces F/M. Les composites **HP_1200_60** et **SPS_1200_10** sont caractérisés par une réactivité au frittage de la matrice avec les fibres plus importante *conduisant à une interface F/M forte*. A l'opposé, ***l'interface F/M PS_1200_60 affiche peu de réactivité au frittage entre les deux constituants conduisant à une interface faible.*** Ainsi, la décohésion F/M a uniquement été constatée pour le matériau **PS_1200_60**. Enfin, la croissance granulaire différentielle observée au voisinage des fibres pour **HP_1200_60** et **PS_1200_60** suggère que les fibres commencent à réagir chimiquement avec la matrice en raison d'une diffusion supposée du silicium des fibres vers la matrice.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

3. Conclusions du chapitre

En conclusion, *le frittage naturel à 1200 °C pendant 1 heure conduit au comportement mécanique recherché* pour un composite Al_2O_3-Al_2O_3. Le procédé de frittage naturel (PS), moins réactif que les procédés HP et SPS, permet d'obtenir une matrice poreuse dissipatrice de l'énergie de fissure et des interfaces F/M faibles, *respectant les critères du concept d'endommagement* dans un composite à matrice faible décrit dans la littérature [112], [130], [131]. Cependant, les contraintes maximales réduites obtenues suggèrent que ***le volume de défauts microstructuraux est trop élevé*** pour obtenir des performances mécaniques globales d'intérêt. Afin de pallier à ces limites, l'utilisation du procédé SPS à plus faible température se présente comme un moyen potentiel d'améliorer les propriétés mécaniques du composite, tout en maintenant une nature d'interface faible. En effet, malgré la réactivité importante de la matrice avec les fibres après un traitement à 1200 °C/10 min, la microstructure ne présente pas de croissance différentielle au voisinage de fibres. De plus, le cycle thermique très court, caractéristique du procédé SPS, limite la croissance granulaire de la matrice. C'est pourquoi le chapitre suivant traitera de l'influence des paramètres de frittage SPS à des températures inférieures à 1200 °C sur l'ensemble des propriétés des FC-CMC élaborés. L'objectif de ce dernier chapitre sera d'extraire les paramètres de frittage SPS pour lesquels le comportement de tolérance à l'endommagement est maintenu tout en améliorant la contrainte maximale par rapport au frittage naturel. L'influence de la longueur des fibres sur les propriétés mécaniques du FC-CMC sera aussi étudiée à partir de matériaux élaborés avec les paramètres de frittage SPS optimisés.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Chapitre 5 - Etude de l'Influence des Paramètres de Frittage SPS et des Paramètres de Mise en Forme

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

1. Influence de la température de frittage par SPS

Les résultats rapportés dans le dernier chapitre ont démontré que le frittage SPS à 1200 °C permet d'obtenir une microstructure fine et homogène, tout en réduisant la taille et le nombre de défauts microstructuraux par rapport à un frittage naturel. Néanmoins, les analyses microstructurales de l'interface F/M ont mis en évidence une forte réactivité entre la fibre et la matrice liée à la cinétique de densification accrue lors du procédé SPS. Le comportement mécanique purement linéaire-élastique observé pour le matériau **SPS_1200_10** confirme l'existence d'une interface F/M forte.

Le potentiel du procédé SPS demeure cependant intéressant. En effet, le cycle thermique très court permet de préserver les fibres et d'obtenir des microstructures très fines. La densification importante par ce procédé rend possible l'ajustement des paramètres du traitement thermique afin d'atteindre la gamme de densité visée pour un CMC à matrice faible (de 25 à 35 % de porosité). Pour ce faire, trois composites ont été élaborés par SPS à des températures inférieures à 1200 °C. Les morphologies et les propriétés mécaniques sont étudiées dans la première partie de ce chapitre. L'objectif est de sélectionner le traitement thermique qui permet de maintenir une interface F/M faible tout en augmentant la contrainte mécanique maximale du composite à fibres courtes.

Les matériaux élaborés pour cette partie se distinguent par la température et le temps de palier de frittage appliqué. A des fins de clarté et de simplification, ils seront dénommés à partir de la nomenclature suivante (identique à celle du Chapitre 4) :

[Procédé]_[Température de frittage (°C)]_[Temps de palier (min)]

Les températures de frittage choisies sont 1150 et 1100 °C, correspondant aux composites **SPS_1150_10** et **SPS_1100_10**, respectivement, avec un palier de température maintenu pendant 10 minutes. Le composite **SPS_1100_02** correspond à un frittage à 1100 °C, mais pour lequel le palier ne dure que 2 minutes.

1.1. Traitement thermique

Trois nouvelles pastilles crues ont ainsi été mises en forme à partir du même protocole d'élaboration que les pastilles du chapitre précédent. Les fractions volumiques de fibres et de matrice restent inchangées, respectant le rapport F/P = 1/2. La masse volumique moyenne après déliantage des trois pastilles est de 2,25 $g.cm^{-3}$ avec un écart-type de 0,03 $g.cm^{-3}$. Cette valeur est légèrement inférieure à celle mesurée précédemment (2,30 $g.cm^{-3}$), mais la différence observée est du même ordre de grandeur que l'incertitude de mesure (± 0,05 $g.cm^{-3}$) et ne

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

permet pas de conclure à une variation significative. La faible dispersion des mesures indique une bonne homogénéité des pastilles obtenues.

L'ensemble des informations concernant la densification des pastilles après frittage SPS est donné dans le Tableau 28 (**SPS_1200_10** inclus). Au regard des résultats obtenus pour la pastille **SPS_1200_10**, la diminution de la température de frittage influence significativement la densification des FC-CMC. Ces premières mesures confirment que le passage de 1200 à 1150 °C permet notamment d'atteindre la gamme de porosité [25-35 %] désirée.

Tableau 30 : Masses volumiques, densités relatives et retrait volumique des pastilles composites frittées par SPS à basses températures ; (1) Mesures géométriques ; (2) Mesures par pesée hydrostatique.

Composites	Paramètres de frittage	Retrait volumique (1) (%)	Masse volumique apparente (1) ($g.cm^{-3}$)	Densité relative (1) (%)	Masse volumique apparente (2) ($g.cm^{-3}$)	Densité relative (2) (%)
SPS_1200_10*	1200 °C 10 min	23 ± 1	3,00 ± 0,05	76 ± 1	3,07 ± 0,01	77,4 ± 0,1
SPS_1150_10	1150 °C 10 min	19 ± 1	2,74 ± 0,05	69 ± 1	2,78 ± 0,01	70,0 ± 0,1
SPS_1100_10	1100 °C 10 min	18 ± 1	2,72 ± 0,05	69 ± 1	2,78 ± 0,01	70,0 ± 0,1
SPS_1100_02	1100 °C 2 min	13 ± 1	2,59 ± 0,05	65 ± 1	2,68 ± 0,01	67,5 ± 0,1

* Résultats du chapitre 4

Cependant, la différence de densification entre les pastilles **SPS_1150_10** et **SPS_1100_10** reste négligeable. Ces mesures suggèrent que l'influence de la température de frittage sur la densification des FC-CMC est faible entre 1150 et 1100 °C pour une même durée de palier.

Enfin, la pastille **SPS_1100_02** possède la densité relative la plus faible avec un retrait volumique mesuré de seulement 13 ± 1 % contre 18 ± 1 % pour **SPS_1100_10**. La diminution du palier de frittage de 10 à 2 minutes apparaît comme le paramètre d'ordre 1 impactant la densification des FC-CMC aux températures inférieures à 1200 °C. Ainsi, la densité finale obtenue pour la pastille **SPS_1100_02** de 67,5 ± 0,1 % est proche de celle obtenue par frittage naturel pour la pièce **PS_1200_60**, mesurée à 66,8 ± 0,1 %.

Le volume de porosité (ouverte et fermée) estimé ainsi que les fractions volumiques de constituants sont indiquées dans le Tableau 29. Comme pour la pastille **SPS** (1200 °C/10 min), la porosité mesurée demeure quasi exclusivement ouverte pour les trois pastilles étudiées dans cette partie.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Tableau 31 : Fraction volumiques des constituants (matrice et fibres) des composites obtenus par SPS à basses températures. Les volumes de porosité ouverte et fermée sont issus des résultats de mesure par pesée hydrostatique.

Composites	Paramètres de frittage	Porosité ouverte (%vol)	Porosité fermée (%vol)	Fraction volumique de fibres (%vol)	Fraction volumique de matrice alumine (%vol)
SPS_1200_10*	1200 °C 10 min	22,3 ± 0,1	0,3 ± 0,1	25,9 ± 0,1	51,5 ± 0,1
SPS_1150_10	1150 °C 10 min	29,7 ± 0,1	0,3 ± 0,1	23,3 ± 0,1	46,7 ± 0,1
SPS_1100_10	1100 °C 10 min	29,6 ± 0,1	0,4 ± 0,1	23,4 ± 0,1	46,6 ± 0,1
SPS_1100_02	1100 °C 2 min	33,2 ± 0,1	0,3 ± 0,1	22,5 ± 0,1	45,0 ± 0,1

* Résultats du chapitre 4

La diminution de la température de frittage SPS a permis d'atteindre le volume de porosité cible de [25-35 %] pour les trois pastilles. L'influence de la température sur la densification de la matrice est significative entre 1200 et 1150 °C alors qu'il est négligeable entre 1150et 1100 °C. Seule la diminution du temps de palier à 2 minutes a permis de réduire plus fortement la densité de la pastille FC-CMC. Les analyses par porosimétrie mercure et microstructurales rapportées dans les sous-parties suivantes permettront de mieux comprendre l'état de frittage de la matrice et d'observer l'influence des paramètres de frittage sur l'interface F/M.

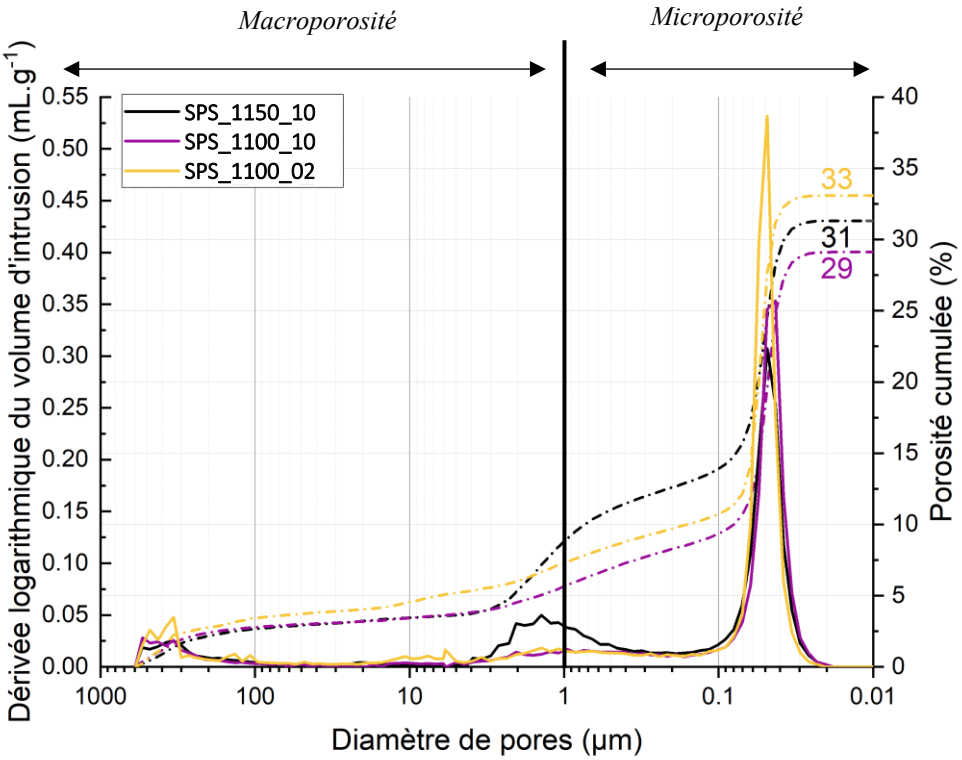
1.2. Porosimétrie mercure

Les résultats de porosimétrie mercure sont présentés Figure 99. Les courbes obtenues sont caractérisées par des pics d'intrusion centrés sur 0,04-0,05 µm pour les trois compositions, suggérant une microstructure matricielle fine. Cette distribution est par ailleurs proche de ce qui avait été obtenue pour le matériau **SPS_1200_10** (Figure 89). Comme pour les analyses du Chapitre 4, les pics au-delà de 300 µm sont attribués à la rugosité de surface.

Le volume de porosité déduit de la porosimétrie mercure est cohérent et du même ordre de grandeur que celui obtenu à partir des mesures par pesée hydrostatique (Tableau 29). Toutefois, la porosité totale plus élevée mesurée pour le composite **SPS_1150_10** par rapport à **SPS_1100_10** (31 ± 1 contre 29 ± 1, respectivement) suggère la présence possible d'un ou plusieurs macro-défauts de taille significative au sein des fragments analysés pour le composite **SPS_1150_10**. La présence de ces défauts pourrait aussi être la cause du pic d'intrusion situé entre 0,5 et 3 µm détecté pour ce dernier.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

(a)



(b)

Composites	SPS_1150_10	SPS_1100_10	SPS_1100_02
Porosité totale (%vol)	**31 ± 1**	**29 ± 1**	**33 ± 1**
Macroporosité (%vol)	9 ± 1	6 ± 1	7 ± 1
Microporosité (%vol)	22 ± 1	23 ± 1	26 ± 1

Figure 99 : Mesures par porosimétrie mercure des matériaux SPS_1150_10 (noir), SPS_1100_10 (violet) et SPS_1100_02 (jaune). (a) Les courbes en trait plein représentent la distribution de la taille de pores alors que celles en pointillé représentent le cumul du volume d'intrusion, correspondant au volume cumulé de porosité dans le matériau ; (b) quantification de la macro et microporosité.

L'analyse de la distribution du volume de porosité révèle que les composites SPS possèdent peu de défauts microstructuraux (à l'exception de **SPS_1150_10**) et des pics d'intrusion très proches, quels que soient les paramètres de frittage utilisés. La quantification du volume de porosité révèle que la microporosité représente la majorité de la porosité totale pour ces trois composites (jusqu'à 80 % pour les compositions **SPS_1100_10** et **SPS_1100_02**). Ces résultats confirment que l'utilisation du procédé SPS à des températures plus faibles (< 1200 °C) permet d'obtenir une densité relative égale ou inférieure à 70 %, tout en maintenant un volume de porosité essentiellement micrométrique.

1.3. Caractérisations microstructurales

Dans une démarche similaire à celle adoptée dans le chapitre précédent, les composites SPS basses températures ont été préparés pour être observés au MEB afin de caractériser la

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

distribution des constituants et l'état de frittage de la matrice. Les images à faible grandissement de la Figure 90 montrent une distribution aléatoire des fibres dans la matrice. Les défauts microstructuraux semblent majoritairement localisés au niveau des zones fibreuses. Les microstructures révèlent tout de même une proportion significative de macropores (environ 10 %, quel que soit le matériau). Quelques microfissures matricielles d'une centaine de microns de long sont aussi observées pour les trois matériaux.

La similitude des densités relatives, combinée à des résultats de porosimétrie au mercure ne révélant pas de différences significatives entre les matériaux, conduit logiquement à des microstructures comparables. Par ailleurs, ces analyses MEB ne révèlent pas davantage de macroporosités pour le matériau **SPS_1150_10,** contrairement à ce qui avait été déduit des analyses par porosimétrie mercure (Figure 99). Cette divergence indique que le volume de macropores détecté résulte de défauts associés à la préparation des échantillons pour la porosimétrie mercure.

Comme pour le composite **SPS_1200_10** étudiée lors du chapitre précédent (Figure 90), une diminution des défauts microstructuraux (macropores) est observée par rapport au frittage naturel, ce qui confirme l'intérêt de cette méthode de frittage pour l'obtention de FC-CMC.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

1. Influence de la température de frittage par SPS

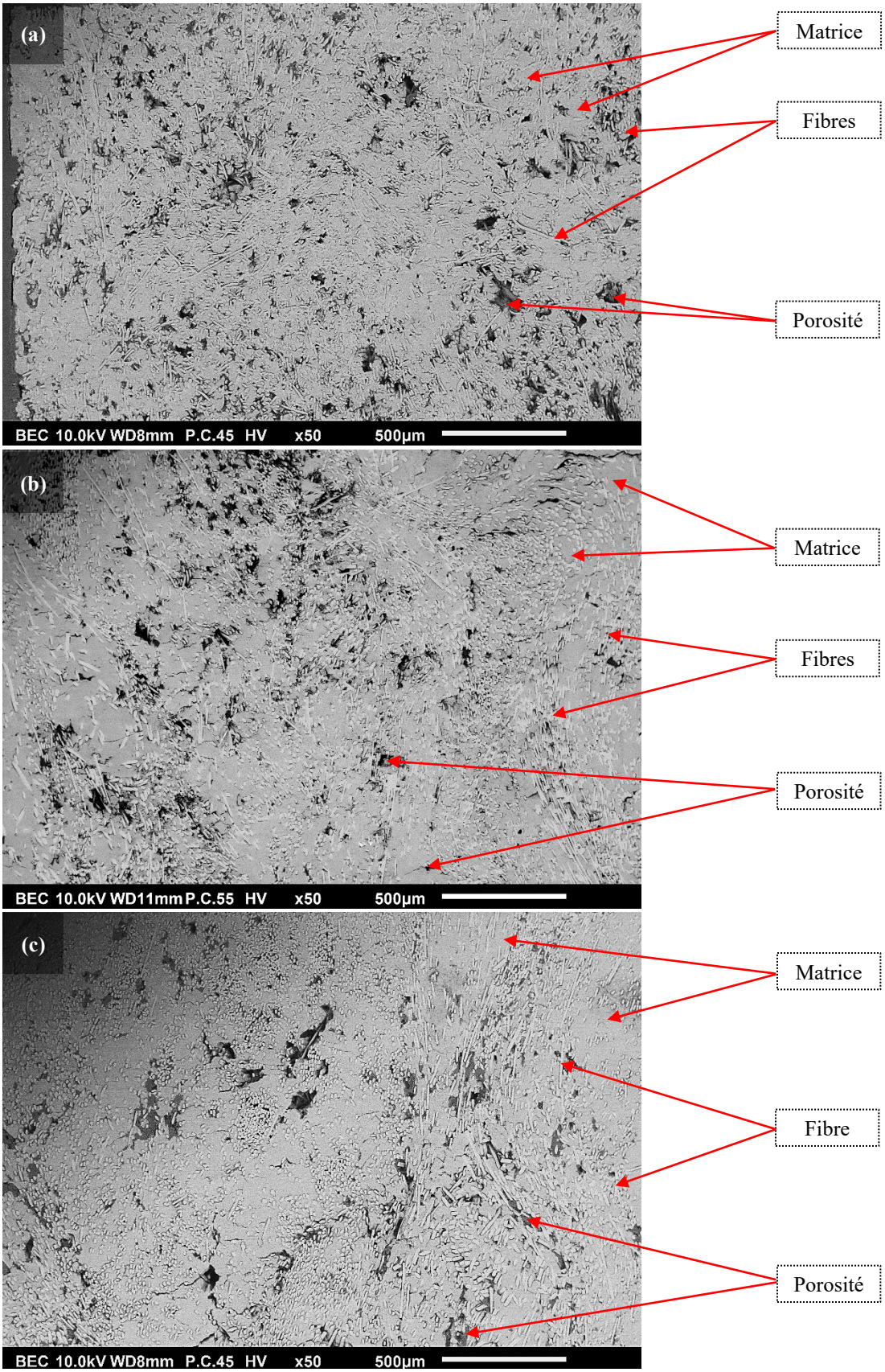


Figure 100 : Micrographies MEB représentatives à faible grandissement des matériaux composites obtenus par SPS à basses températures : (a) SPS_1150_10, (b) SPS_1100_10 et (c) SPS_1100_02

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Les observations à plus fort grandissement de la Figure 101 révèlent des états de densification proches pour les trois matériaux. La matrice est caractérisée par la présence importante de micropores localisés entre les grains. Les micrographies MEB font apparaître une croissance granulaire limitée, révélant une densification de matrice peu développée ainsi qu'une microstructure homogène et fine. La différence topographique (« marche ») importante entre la surface de la fibre et la matrice pour les composites **SPS_1100_10** et **SPS_1100_02** suggère une ductilité importante de la matrice, proche de ce qui avait été observé pour le composite **PS_1200_60**, fritté naturellement à 1200 °C pendant 1 heure.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

1. Influence de la température de frittage par SPS

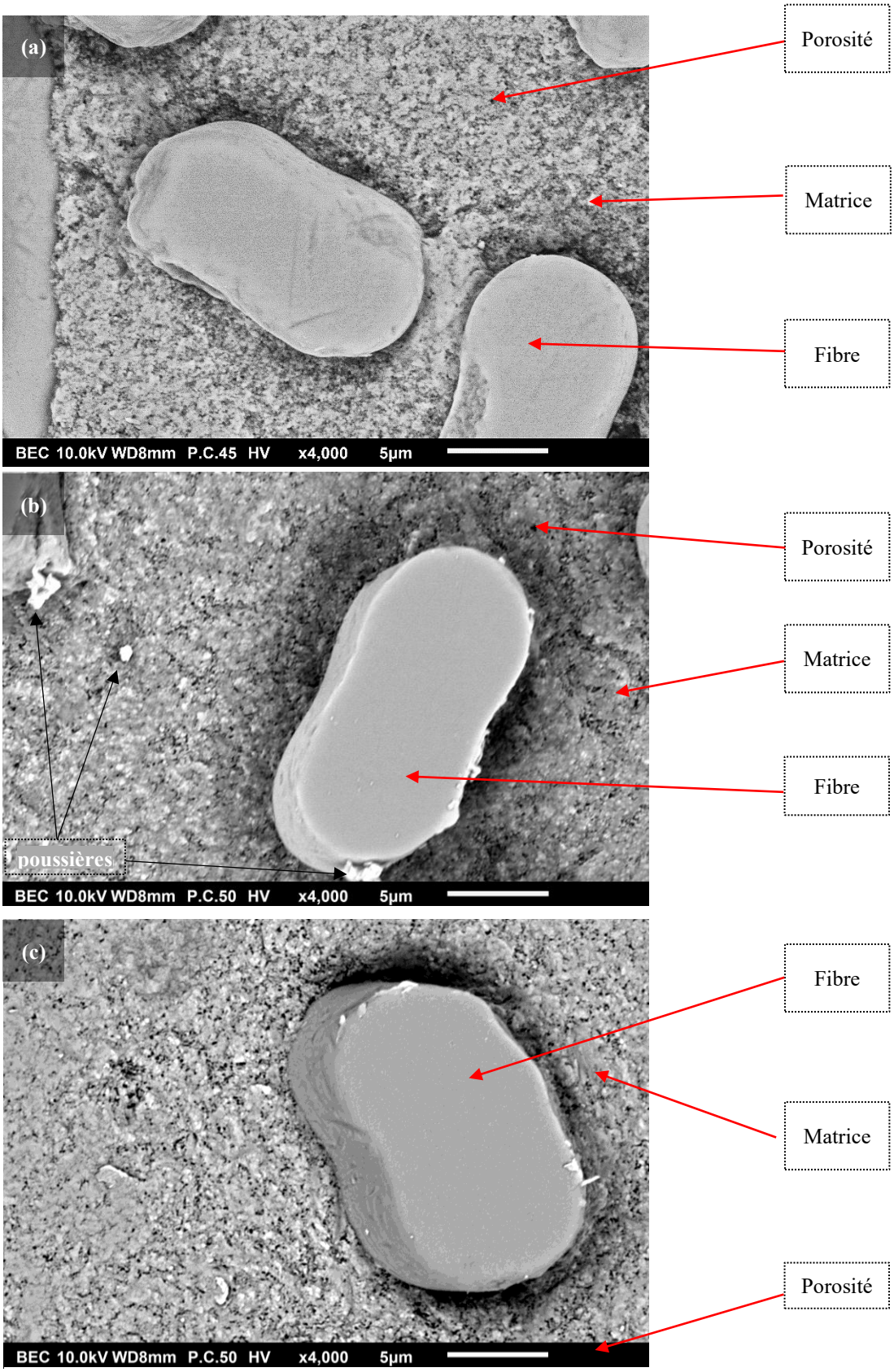


Figure 101 : Micrographies MEB d'une fibre imprégnée dans la matrice alumine des matériaux composites obtenus par SPS à basses températures : (a) SPS_1150_10, (b) SPS_1100_10 et (c) SPS_1100_02.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Ces observations confirment l'influence de la diminution de la température de frittage SPS sur la densification de la matrice. Les matrices obtenues à 1150 et 1100 °C révèlent un état de frittage très peu avancé suggérant peu de cohésion intergranulaire (proche de celui du composite **PS_1200_60**) tout en conservant une croissance granulaire faible et homogène.

Cependant, les observations par microscopie électronique à balayage (MEB) thermoélectronique (filament tungstène) se révèlent limitées par leur résolution compte tenu de la taille des grains submicrométriques et de l'état de surface obtenu par la préparation par polissage mécanique. La sous-partie suivante s'intéresse donc à la caractérisation microstructurale menée à l'échelle des fibres et des grains de la matrice par les observations au MEB FEG.

1.4. Caractérisations à l'interface Fibre/Matrice (F/M)

L'utilisation d'une de la technologie FEG rend possible la caractérisation fine de la microstructure matricielle ainsi que de son interface avec la fibre, notamment grâce à la préparation par polissage ionique. Les micrographies MEB FEG des trois compositions sont donnés pour deux grandissements Figure 92. La préparation par polissage ionique révèle des grains submicroniques avec une morphologie proche pour les trois matériaux (a, c et e). Quelques microfissures sont constatées dans la matrice sans pour autant nuire à son homogénéité. Comme pour le composite **SPS_1200_10**, les fibres observées sont correctement imprégnées par la matrice. De plus, aucune croissance granulaire différentielle n'est a priori mise en évidence, à ce niveau de grandissement, au voisinage de la surface des fibres.

Cependant, les microstructures des composites **SPS_1150_10** et **SPS_1100_10** sont caractérisées par la formation précoce de quelques grains de taille micronique. Les contours de certains d'entre eux ont été mis en évidence sur les micrographies (a) et (c). A l'opposé, le composite **SPS_1100_02** (e) ne montre aucun grain de cette taille en cours de formation.

Les images à plus fort grandissement confirment les tendances observées : les composites **SPS_1150_10** (b) et **SPS_1100_10** (d) sont caractérisés par une microstructure en début du stade intermédiaire de frittage. Les particules de poudre sphériques sont entrées en contact les unes avec les autres via leur surface pour former les premiers joints de grains. Les grains sont ainsi forgés entre eux et les cous de frittage commencent à croître selon le modèle de frittage en phase solide des deux sphères décrit par *Kingery et Berg* [132]. En effet, les cous de frittage se développent par diffusion atomique entre les grains adjacents et sous l'effet de la réduction de leur énergie de surface. La densification significative de la matrice n'ayant pas encore eu lieu, la croissance granulaire reste faible et la morphologie de la porosité inchangée.

La présence des premiers grains micrométriques en cours de formation indique que la matrice est au tout début du stade intermédiaire de frittage et que la diffusion volumique n'est

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

pas le mécanisme de densification majeur. En effet, ce stade de frittage est caractérisé par la densification importante de la matrice, ainsi qu'une croissance granulaire significative. Or, pour les matériaux **SPS_1150_10** et **SPS_1100_10**, seule la croissance des cous de frittage est observée, sans croissance évidente de la taille des grains ni rapprochement des centres des grains.

La microstructure du matériau **SPS_1100_02** (f) est quant à elle caractérisée par une microstructure fine et homogène. Les particules d'alumine ont conservé leur forme initiale de particules sphériques et leur taille (environ 200 nm). Les cous de frittage formés sont fins et les contours des particules d'origine sont préservés. Cela suggère qu'il s'agit du stade initial de frittage [132], [133]. Les échanges par diffusion atomique entres les particules adjacentes restent limités et la densification de la matrice est quasi inexistante.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

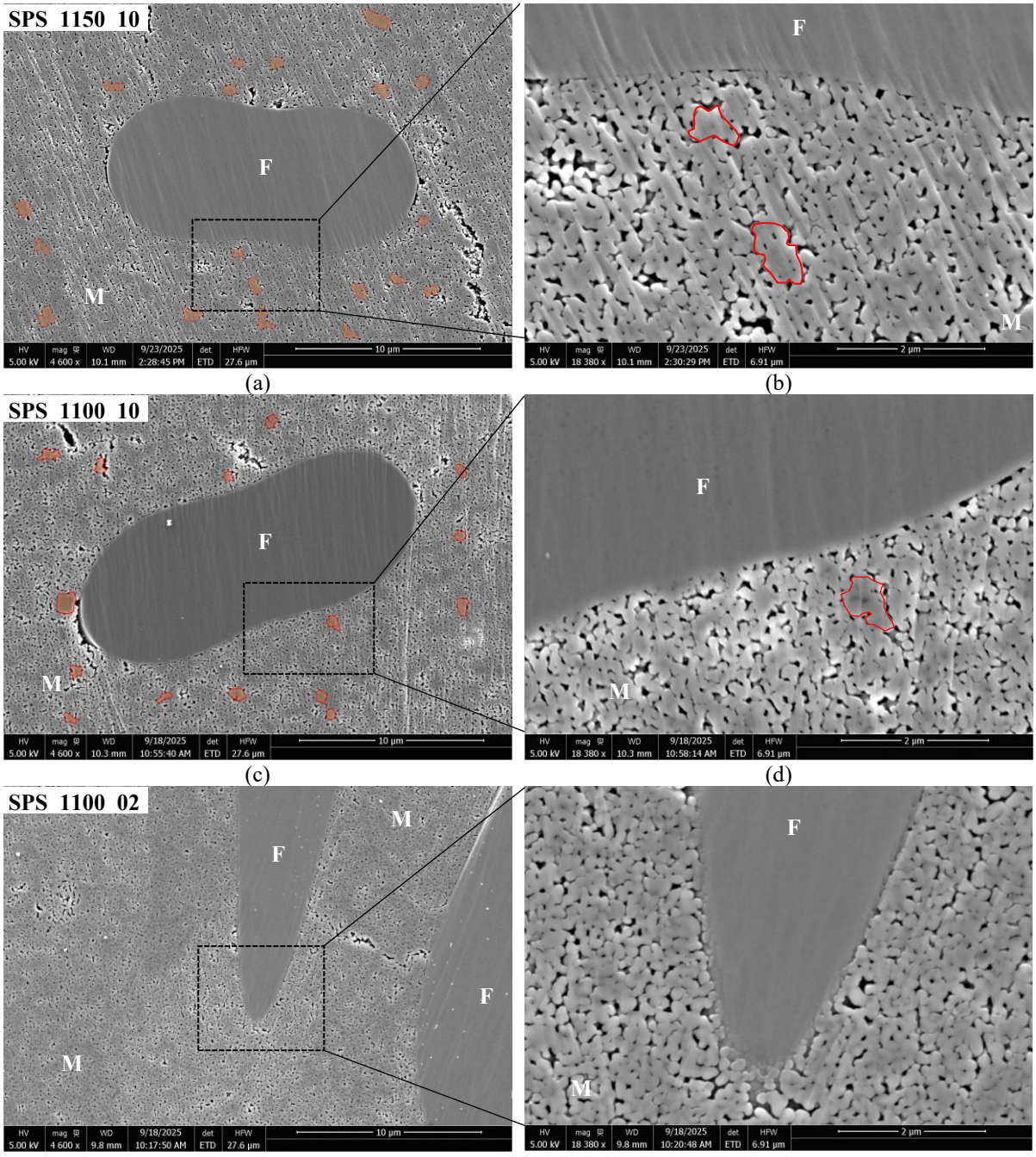


Figure 102 : Micrographies MEB FEG à l'interface F/M après polissage ionique. Les images à faible grandissement (a), (c) et (e) et à fort grandissement (b), (d) et (f) correspondent aux matériaux SPS_1150_10, SPS_1100_10 et SPS_1100_02, respectivement.

A l'interface F/M, des cous de frittages très fins sont observés entre la fibre et les grains de la matrice pour les compositions **SPS_1150_10** et **SPS_1100_10** et les contours des fibres se distinguent clairement de la matrice. La réactivité à l'interface F/M paraît identique pour ces deux composites avec des grains à l'interface qui se sont forgés au contact de la fibre. La formation de cous de frittage des grains à l'interface F/M de du composite **SPS_1100_02** est moins évidente. En effet, la micrographie (f) Figure 92 révèle des grains qui ont conservé leur

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

forme arrondie et circulaire contrairement aux grains dans les composites **SPS_1150_10** (b) et **SPS_1100_10** (d) qui viennent épouser les contours des fibres. Cela indique une réactivité à l'interface du matériau **SPS_1100_02** moins importante que pour les deux autres. La réduction du temps de palier de 10 à 2 minutes permet donc de limiter la densification de la matrice, mais aussi sa réactivité à l'interface avec la fibre.

Les micrographies MEB FEG ont mis en évidence des microstructures très proches pour les composites **SPS_1150_10** et **SPS_1100_10**. L'état de densification précoce de la matrice est caractérisé pour la création de nombreux joints de grains sans croissance granulaire généralisée. Les prémices de la formation des premiers grains frittés marquent le début du stade intermédiaire de frittage de la matrice. La formation des cous de frittage à l'interface F/M peut conduire à une interface cohésive et potentiellement forte pour ces deux matériaux.

Comme pour la densification des matériaux, la microstructure est principalement contrôlée par la durée du palier SPS aux températures inférieures à 1200 °C. Bien que la réduction de la température de 1200 à 1150 et 1100 °C ait permis d'obtenir une densité relative de 70,0 % et une microstructure plus fine, c'est le passage de 10 à 2 minutes de temps de maintien du palier à 1100 °C qui conduit à l'absence de croissance granulaire et à une interface F/M moins réactive.

1.5. Caractérisations mécaniques par essais de flexion 4 points

Les analyses des morphologies et microstructurales ont démontré que la diminution de la température et du temps de palier de frittage par SPS ont un effet significatif sur les microstructures, conduisant à des stades de frittage précoces et moins de réactivité à l'interface F/M. Ces résultats devraient conduire à une réponse mécanique différente de celle du composite **SPS_1200_10**.

Pour chacun des matériaux présentés dans cette partie, quatre barreaux de flexion 45 x 4 x 3 mm^3 ont été usinés (Figure 95), leur largeur se trouvant parallèle au plan de la pastille (orientation identique aux barreaux de la pastille **PS_1200_60**). Dans ce cas, le chargement des essais de flexion 4 points se fera dans la même direction que celle de la pression uniaxiale exercée lors des frittages SPS.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

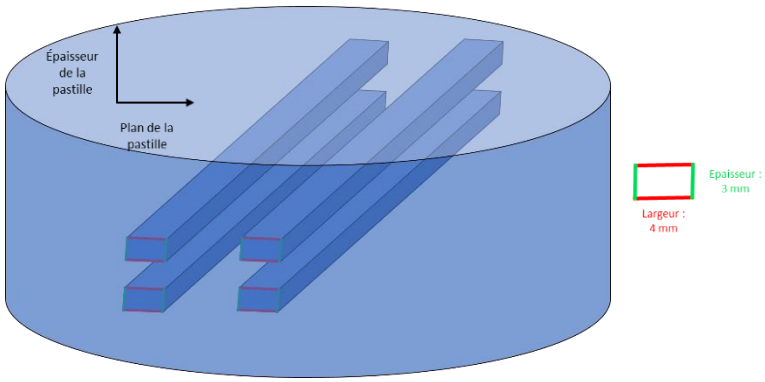


Figure 103 : Représentation du plan d'usinage des barreaux de flexion dans les pastilles SPS basses températures.

Avant les essais de flexion, le module élastique est déterminé par mesure d'impulsion ultrasonore. La Figure 104 donne les modules élastiques en fonction de la densité relative de chaque éprouvette (mesure géométrique). Les tendances observées sont identiques à celle des matériaux au chapitre précédent : une relation linéaire est observée entre le module élastique et la densité relative des composites FC-CMC [46]. Les modules mesurés sont donc cohérents avec la densité relative des barreaux, quel que soit le matériau considéré. Il faut souligner l'importante dispersion de la densité relative des éprouvettes du composite **SPS_1100_10**, conduisant à des valeurs de 71,8 et 72,6 % pour deux d'entre-elles, et, par conséquent, aux modules élastiques les plus élevés. Cette dispersion indique une certaine hétérogénéité pour cette pastille. A partir de la régression linéaire, la densité relative de cru estimée (à module élastique nul) est de 57,2 %, particulièrement cohérente avec la densité relative moyenne de cru mesurée à 56,7 ± 0,8 % (pour une masse volumique moyenne de 2,25 ± 0,3 $g.cm^{-3}$). Ces mesures confirment que le module élastique est un indicateur fiable et résolu du niveau de densification des FC-CMC.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

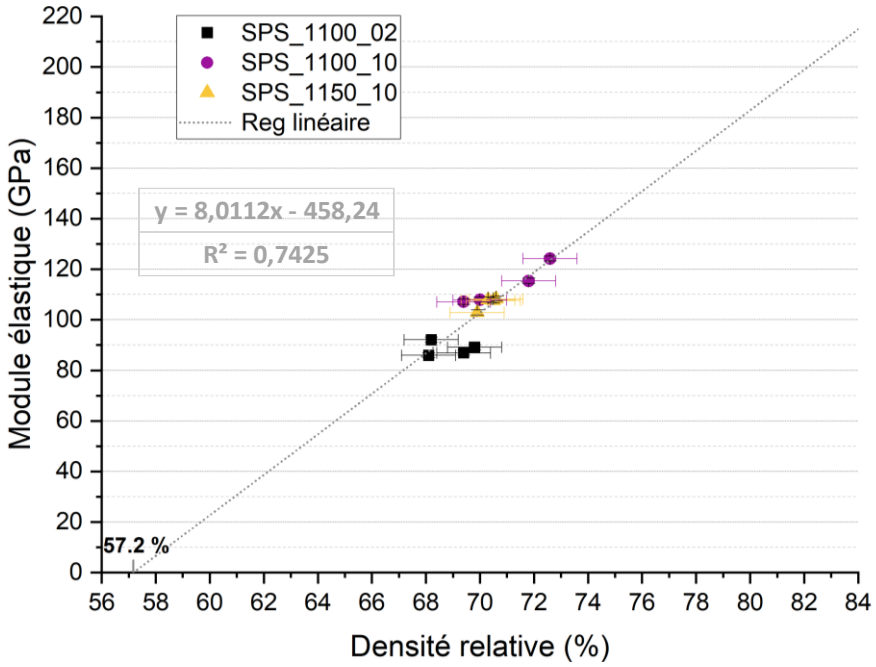


Figure 104 : Module élastique obtenu par mesure d'impulsion ultrasonore (GrindoSonic) des barreaux de flexion issus des pastilles SPS_1150_10 (jaune), SPS_1100_10 (violet) et SPS_1100_02 (noir).

Les courbes contrainte-déformation issues des essais de flexion 4 points sont présentées sur la Figure 97 (a) avec le bilan des propriétés mécaniques de chacun des matériaux caractérisés (b). Les incertitudes indiquées correspondent aux écart-types standards des mesures. Seules les résultats conformes sont présentés (glissement de certaines éprouvettes lors des essais).

Tout d'abord, le module d'Young de flexion déduit de la déformation des jauges est proche du module élastique mesuré par impulsions ultrasonores. Cela indique un comportement élastique homogène pour l'ensemble des composites FC-CMC. De plus, les courbes révèlent des comportements mécaniques différents pour les trois matériaux.

Le comportement mécanique des composites **SPS_1150_10** est purement linéaire élastique, proche de celui du composite **SPS_1200_10**, mais avec des contraintes maximales nettement plus faible (63 ± 3 contre 105 ± 11 MPa). La dispersion des mesures de l'élongation à rupture et de la contrainte maximale reste faible (inférieure à 10 % de la mesure). L'interface F/M reste forte après un frittage SPS à 1150 °C pendant 10 minutes. La diminution du module et de la contrainte à la rupture est liée à la densité relative plus faible de la pastille **SPS_1150_10**. La déformation à contrainte maximale à la rupture reste quant à elle du même ordre de grandeur.

La réponse mécanique du matériau **SPS_1100_10** est hybride ou qualifiée d'intermédiaire. De manière générale, les quatre courbes de flexion enregistrées pour ce matériau montrent une rupture plutôt brutale des éprouvettes avec une reprise d'effort. Les

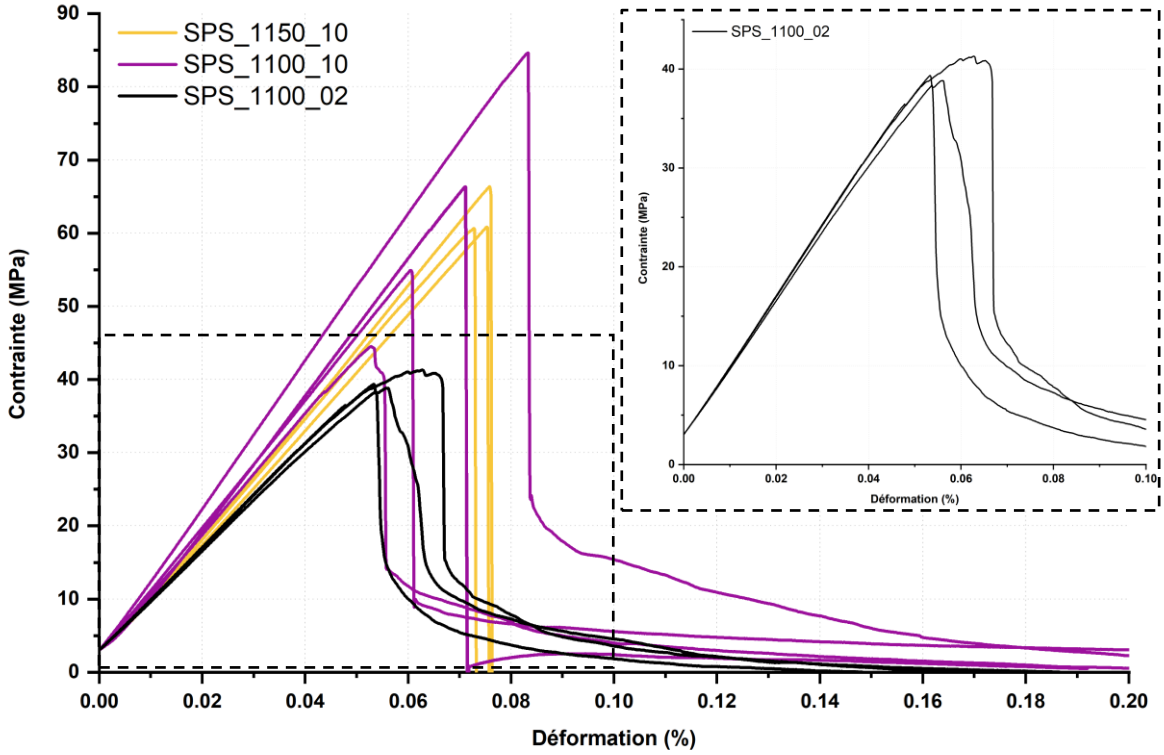
Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

propriétés mécaniques de ces éprouvettes sont bien plus dispersées que pour les autres matériaux. Cette dispersion peut être corrélée à la variation de densité plus importante entre les différentes éprouvettes. Comme attendu à partir des données de densité et de microstructure, les propriétés mécaniques sont proches de celle de **SPS_1150_10**, même si dans ce cas, une reprise d'effort est tout de même observée.

Les courbes contrainte-déformation des trois éprouvettes **SPS_1100_02** font apparaître le comportement de tolérance à l'endommagement recherché. En effet, le chargement est tout d'abord linéaire entre 0 et 0,4 % de déformation avant les premières ruptures de pente. Ensuite, quelques variations de la contrainte sont observées à proximité de la contrainte maximale associées à la microfissuration de la matrice. Ce phénomène est particulièrement observé pour la courbe présentant la contrainte maximale la plus élevée, celle-ci faisant apparaître un domaine de pseudo-plasticité entre 0,050 et 0,065 % de déformation. La limitation de la propagation des fissures semble efficace puisque la contrainte continue d'augmenter même après les premières chutes de la charge. Enfin, la rupture principale des éprouvettes survient avant l'observation de la reprise d'effort comprise entre 15 et 10 MPa. Pour le composite **SPS_1100_02**, le mode de rupture se caractérise par un comportement moins abrupt et une dissipation d'énergie plus progressive que celle observée pour les deux autres. L'ensemble de ces observations confirment les interprétations des analyses microstructurales : l'interface F/M pour le matériau **SPS_1100_02** est faible. De plus, les contraintes maximales atteintes sont plus élevées que pour le composite **PS_1200_60** (40 ± 2 contre 26 ± 2 MPa), tout en conservant le même comportement mécanique.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

(a)



(b)

Composites	Densité géométrique (%)	Module élastique [GrindoSonic] (GPa)	Module d'Young de flexion [Jauges de déformation] (GPa)	Déformation à contrainte maximale (%)	Contrainte maximale (MPa)
SPS_1150_10	70,5 ± 0,4	106 ± 3	110 ± 8	0.079 ± 0.002	63 ± 3
SPS_1100_10	71,0 ± 1,5	114 ± 8	111 ± 13	0.072 ± 0.011	63 ± 17
SPS_1100_02	68,9 ± 0,7	88 ± 3	95 ± 6	0.062 ± 0.007	40 ± 2

Figure 105 : (a) Courbes contrainte-déformation enregistrées lors d'essais de flexion 4 points à température ambiante des matériaux FC-CMC frittés par SPS à basses températures. (b) Propriétés mécaniques moyennes par matériaux (SPS_1150_10, SPS_1100_10 et SPS_1100_02).

Les faciès de rupture *post-mortem* d'une éprouvette représentative par matériau sont présentés Figure 106. Le profil du faciès de rupture du composite **SPS_1150_10** (a) met en évidence un mode de rupture fragile, comparable à celui observé pour le composite **SPS_1200_10** (Figure 97), bien que présentant une trajectoire légèrement moins rectiligne. A sa surface (b), peu de décohésions fibre/matrice sont constatées. La fissuration s'est propagée au travers du matériau sans être déviée à l'interface F/M. Ce type de propagation de fissure est cohérent avec au comportement fragile des composites **SPS_1150_10** précédemment observé.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Concernant le composite **SPS_1100_10**, son profil de fissuration (c) présente davantage de déviations de fissures, mais il reste assimilé à une brutale du matériau. La surface de faciès (d) révèle un certain nombre de décohésions fibre/matrice, mais aussi quelques fibres qui se sont rompues à la surface de la matrice. Cela est en adéquation avec le mode de fissuration hybride précédemment identifié. La fissure a pu se propager au travers des fibres pour lesquelles l'interface était localement forte tandis que d'autres fibres ont permis la déviation de la fissure à leur surface. Ces observations indiquent que le mécanisme de déviation de fissure n'est pas optimal pour ce composite.

Enfin, le profil de fissuration du matériau **SPS_1100_02** (e) se caractérise par un chemin fortement dévié, comparable à celui observé pour le composite **PS_1200_60**. La majorité des fibres à la surface du faciès (f) se détache de la matrice. Le relief important de la surface suggère que la déviation de fissures a eu lieu dans les trois directions de l'espace. Les nombreuses empreintes de fibres localisées à droite de l'image témoignent de l'activation du mécanisme de « pull-out » sur l'ensemble de la zone observée. L'identification des mécanismes de déviation de fissure à l'interface F/M pour ce matériau est en adéquation avec le comportement de tolérance à l'endommagement mis en évidence lors des essais de flexion 4 points.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

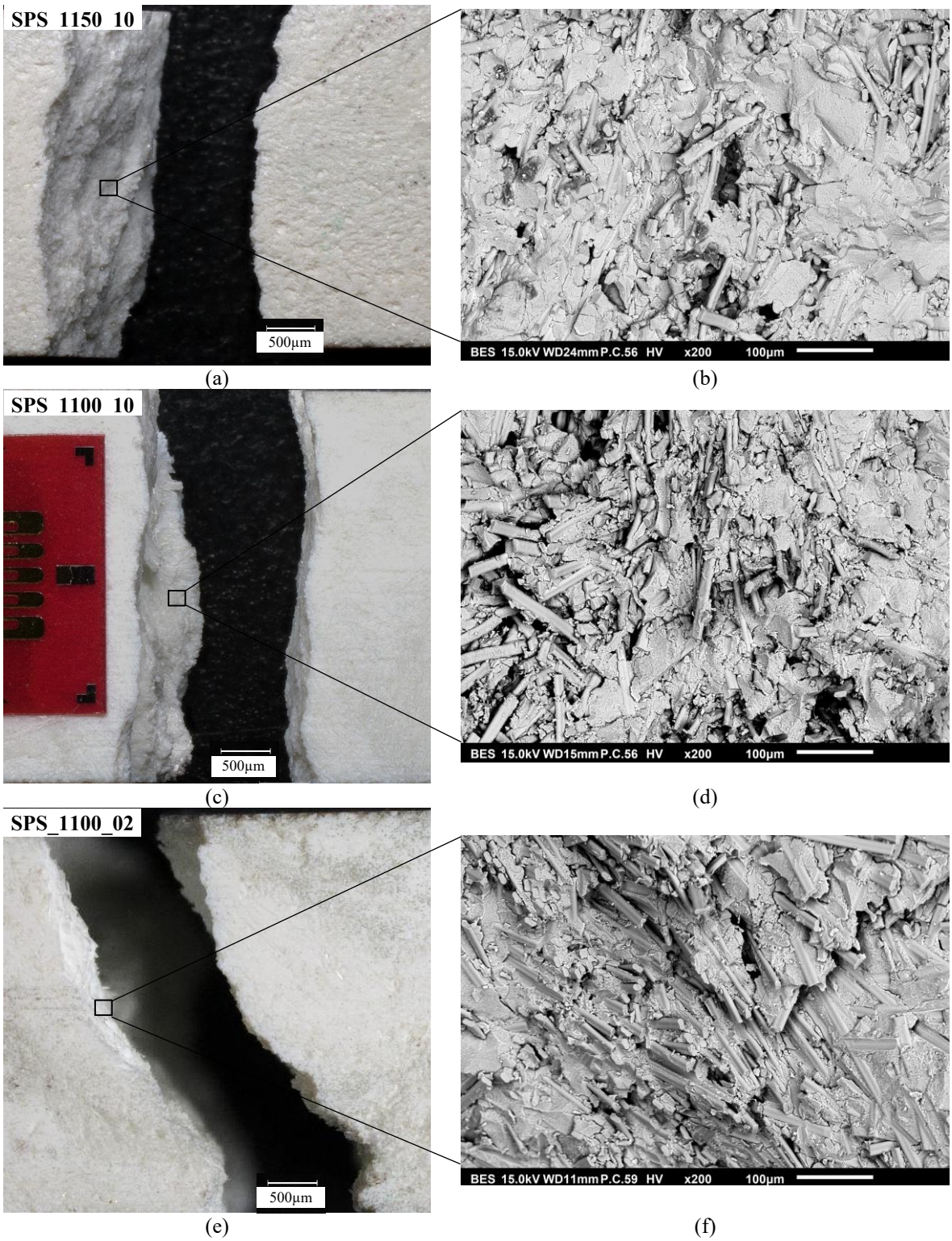


Figure 106 : Observations *post-mortem* des éprouvettes après flexion 4 points des composites SPS_1150_10, SPS_1100_10 et SPS_1100_02. A gauche, images optiques du profil des faciès de rupture de la face en traction (a, c et e, respectivement). A droite, images MEB de la surface des faciès (b, d et f, respectivement).

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Les essais de flexion 4 points montrent que, malgré de fortes similitudes entres les composites **SPS_1150_10** et **SPS_1100_10** (densité, microstructure, propriétés élastiques et contraintes maximales), la réponse mécanique des FC-CMC est différente. En effet, le passage de 1150 à 1100 °C semble modifier le mode de propagation de la fissure, et par conséquent, modifier la réactivité de la matrice avec la fibre, même si cela n'a pas pu être mis en évidence par les observations microstructurales. Ainsi, l'interface F/M du composite **SPS_1150_10** est considérée comme forte tandis que celle de du composite **SPS_1100_10** reste plus difficile à définir, plutôt considérée comme intermédiaire. A l'inverse, les conclusions des analyses microstructurales pour le composite **SPS_1100_02** confirment l'apparition du comportement mécanique associé à la tolérance à l'endommagement pour l'ensemble des éprouvettes testées. Cela indique que l'interface F/M est faible et maîtrisée grâce à la diminution du temps de palier à seulement 2 minutes à 1100 °C.

1.6. Conclusions

La modification des paramètres de frittage SPS permet d'ajuster finement le comportement mécanique du FC-CMC. La diminution de la température permet de limiter la densification de la matrice et la réduction du temps de palier semble être le paramètre d'ordre 1 pour ajuster la réactivité de la matrice avec la fibre. Le frittage par SPS à 1100 °C pendant 2 minutes se distingue comme étant le traitement thermique de référence (SPS_1100_02). Il permet d'atteindre des niveaux de contraintes supérieurs à ceux obtenus par frittage naturel (40 ± 2 MPa vs. 26 ± 2 MPa pour le composite **PS_1200_60**) tout en maintenant une interface F/M faible. La maîtrise de la réactivité de la matrice avec la fibre permet d'obtenir la réponse mécanique désirée, dite de tolérance à l'endommagement, grâce aux mécanismes de déviation de fissure à l'interface F/M.

Pour la suite de ces travaux, des composites FC-CMC complémentaires ont été élaborés par SPS à 1100 °C maintenu pendant 2 minutes (paramètres de référence) afin de réaliser des caractérisations mécaniques complémentaires pour la mesure de la ténacité et des mesures en température.

2. **Caractérisations mécaniques complémentaires**

A l'issue des essais de flexion 4 points, le composite **SPS_1100_02** s'est présenté comme étant le matériau de référence. Afin de réaliser des caractérisations mécaniques complémentaires, trois nouvelles pastilles ont été élaborées dans les mêmes conditions de frittage (frittage SPS à 1100 °C maintenu pendant 2 minutes) : **SPS_1100_02 A**, **B** et **C**. Aussi, un composite identique à **SPS_1200_10** (frittage SPS à 1200 °C maintenu pendant 10 minutes)

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

a été élaboré pour comparer l'évolution de son module élastique en température avec celui d'un matériau de référence, le composite **SPS_1200_10 A**. Enfin, la ténacité des monolithes obtenus par SPS à 1200 °C (**M_1200**) et 1100 °C (**M_1100**) sera comparée à celle des différents FC-CMC.

2.1. Préparation des matériaux

Les propriétés des matériaux obtenus par SPS à 1100 °C (Tableau 32) sont très proches de celles du matériau de référence **SPS_1100_02**, à l'exception près de la densité qui est légèrement plus élevée (entre 67,8 et 68,3 % contre 67,5 % pour la référence). L'écart de retrait volumique de 3 % pour le composite **SPS_1100_02 C** peut s'expliquer par sa masse volumique apparente avant frittage plus élevée que ses homologues **A** et **B** (2,28 $g.cm^{-3}$ contre 2,22 et 2,23 $g.cm^{-3}$, respectivement). Toutefois, les masses volumiques apparentes obtenues après frittage pour ces trois pastilles présentent des valeurs similaires et apparaissent indépendantes des variations de densité à l'état cru. Ce résultat révèle une certaine capacité du procédé SPS à obtenir une densité homogène du FC-CMC.

Tableau 32 : Masses volumiques, densités relatives et retrait volumique des pastilles composites de références ; (1) Mesures géométriques ; (2) Mesures par pesée hydrostatique.

Composites	Paramètres de frittage	Retrait volumique (1) (%)	Masse volumique apparente (1) ($g.cm^{-3}$)	Densité relative (1) (%)	Masse volumique apparente (2) ($g.cm^{-3}$)	Densité relative (2) (%)
SPS_1100_02 A	1100 °C 2 min	17 ± 1	2,66 ± 0,05	67 ± 1	2,69 ± 0,01	67,8 ± 0,1
SPS_1100_02 B	1100 °C 2 min	17 ± 1	2,66 ± 0,05	67 ± 1	2,70 ± 0,01	68,0 ± 0,1
SPS_1100_02 C	1100 °C 2 min	14 ± 1	2,65 ± 0,05	67 ± 1	2,71 ± 0,01	68,3 ± 0,1

La composition de ces matériaux respecte celui attendu avec un rapport volumique fibres/matrice égal à 1/2. Le Tableau 33 présente la répartition de la porosité ouverte et fermée déterminée par pesée hydrostatique, ainsi que la fraction volumique de fibres et de matrice. Les valeurs indiquées révèlent peu de porosité fermée. L'ensemble de ces résultats permettent de considérer les composites **SPS_1100_02 A**, **B** et **C**, représentatifs du composite de référence, **SPS_1100_02**.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Tableau 33 : Fractions volumiques des constituants (matrice et fibres) des pastilles composites de référence. Les volumes de porosité ouverte et fermée sont issus des résultats de mesure par pesée hydrostatique.

Composites	Paramètres de frittage	Porosité ouverte (%vol)	Porosité fermée (%vol)	Fraction volumique de fibres (%vol)	Fraction volumique de matrice alumine (%vol)
SPS_1100_02 A	1100 °C 2 min	32,0 ± 0,1	0,2 ± 0,1	22,6 ± 0,1	44,2 ± 0,1
SPS_1100_02 B	1100 °C 2 min	31,9 ± 0,1	0,1 ± 0,1	22,7 ± 0,1	45,3 ± 0,1
SPS_1100_02 C	1100 °C 2 min	31,4 ± 0,1	0,3 ± 0,1	22,7 ± 0,1	45,6 ± 0,1

Les caractéristiques du composite **SPS_1200_10 A** sont indiquées dans le Tableau 34. La masse volumique apparente du cru est de 2,23 ± 0,05 g.cm^{-3} contre 2,30 ± 0,05 g.cm^{-3} pour son homologue **SPS_1200_10**. Cet écart explique le retrait volumique plus important de ce nouvel matériau, 27 ± 1 % contre 23 ± 1 (Tableau 29)Tableau 26. Pour autant, la densité relative pour ces deux composites reste comparable (78,3 % contre 77,4 %). Comme pour le traitement thermique des composites de référence, le niveau de densification final par frittage SPS des FC-CMC est faiblement influencé par les écarts de densité de cru. La porosité est majoritairement ouverte, la porosité fermée représentant seulement 0,1 ± 0,1 % (Tableau 35). Ainsi, le composite **SPS_1200_10 A** est considéré comme représentatif du composite **SPS_1200_10**, précédemment étudié.

Tableau 34 : Masses volumiques, densités relatives et retrait volumique de la pastille SPS_1200_10 A ; (1) Mesures géométriques ; (2) Mesures par pesée hydrostatique.

Composite	Paramètres de frittage	Retrait volumique (1) (%)	Masse volumique apparente (1) (g.cm^{-3})	Densité relative (1) (%)	Masse volumique apparente (2) (g.cm^{-3})	Densité relative (2) (%)
SPS_1200_10 A	1100 °C 2 min	27 ± 1	3,06 ± 0,05	77 ± 1	3,11 ± 0,01	78,3 ± 0,1

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Tableau 35 : Fractions volumiques des constituants (matrice et fibres) de la pastille SPS_1200_10 A. Les volumes de porosité ouverte et fermée sont issus des résultats de mesure par pesée hydrostatique.

Composite	Paramètres de frittage	Porosité ouverte (%vol)	Porosité fermée (%vol)	Fraction volumique de fibres (%vol)	Fraction volumique de matrice alumine (%vol)
SPS_1200_10 A	1200 °C 10 min	21,6 ± 0,1	0,1 ± 0,1	26,1 ± 0,1	52,2 ± 0,1

Enfin, des monolithes ont aussi été préparés par SPS. L'objectif étant d'obtenir des niveaux de densité proches des composites **SPS_1200_10** et **SPS_1100_02**. La poudre d'alumine est ici directement introduite dans la matrice graphite du SPS. Il a été nécessaire de réduire la vitesse de refroidissement à 10 °C.min^{-1} (fixée à 50 °C.min^{-1} pour les pastilles composites) pour que les pastilles monolithiques ne soient pas fissurées ou cassées à l'issue du traitement thermique. Ainsi, les pastilles monolithiques **M_1200** et **M_1100** ont été obtenues après un frittage à 1200 °C et 1100 °C, respectivement, avec une durée de palier de 5 minutes.

Leurs caractéristiques sont présentées dans le Tableau 36. Le retrait volumique n'a pas pu être évalué puisque les constituants sont introduits sous forme de poudre. La pastille **M_1200** représente la gamme de densité relative élevée des matériaux FC-CMC (**HP_1200_60** et **SPS_1200_10**) tandis que la pastille **M_1100** représente la gamme de densité faible (**PS_1200_60** et **SPS_1100_02**).

Tableau 36 : Masses volumiques et densités relatives des pastilles monolithiques ; (1) Mesures géométriques ; (2) Mesures par pesée hydrostatique.

Monolithes	Paramètres de frittage	Masse volumique apparente (1) (g.cm^{-3})	Densité relative (1) (%)	Masse volumique apparente (2) (g.cm^{-3})	Densité relative (2) (%)
M_1200	1200 °C 5 min	3,18 ± 0,05	80 ± 1	3,22 ± 0,01	81,0 ± 0,1
M_1100	1100 °C 5 min	2,70 ± 0,05	68 ± 1	2,72 ± 0,01	68,5 ± 0,1

C'est donc à partir de ces nouveaux matériaux que la caractérisation de la ténacité et des propriétés mécaniques en température (module élastique et flexion 4 points) a pu être établis. Les sous-parties suivantes présentent en détail les résultats des essais associés.

2.2. Essais de flexion 4 points sur éprouvettes entaillées

Afin d'évaluer la résistance à la propagation des fissures des FC-CMC, des essais de flexion 4 points sur éprouvettes entaillées ont été menés sur les composites frittés par SPS et le

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

matériau **PS_1200_60**. Le facteur d'intensité de contrainte K_I, calculée à partir de la contrainte maximale, correspond à la ténacité du matériau. Il traduit la résistance à la propagation de fissure.

L'usinage des éprouvettes monolithiques étant plus délicat, seules 2 et 3 éprouvettes des composites **M_1100** et **M_1200**, respectivement, ont pu être usinées sans l'apparition de fissures. Les résultats obtenus sur la Figure 107 (a) mettent en évidence la forte dispersion des valeurs de ténacité obtenues.

Les valeurs de ténacité des composites de référence **SPS_1100_02 A** et **B** sont les plus élevées des FC-CMC, jusqu'à 4,05 MPa.m$^{1/2}$. Il ne semble pas y avoir d'influence évidente de la densité relative sur la ténacité des matériaux frittés par SPS. Les composites **SPS_1150_10** et **SPS_1100_10** montrent des valeurs de ténacité comparables, comprises entre 2,25 et 3,10 MPa.m$^{1/2}$. Les éprouvettes **PS_1200_60** présentent les ténacités les plus faibles, notamment pour les deux éprouvettes avec une densité relative inférieure à 66 %. La dispersion de densité relative des éprouvettes **PS_1200_60** révèle à nouveau une certaine hétérogénéité de la pastille frittée sans pression mécanique.

Concernant les monolithiques, ce sont les éprouvettes **M_1100** qui affichent les valeurs de ténacité les plus élevées (3,15 et 4,0 MPa.m$^{1/2}$), soit, du même ordre de grandeur que les composites de référence. La densité plus élevée des éprouvettes **M_1200** fait apparaître des valeurs de ténacité plus faibles, se situant entre 2,10 et 2,90 MPa.m$^{1/2}$. L'influence de la densité relative des éprouvettes monolithiques sur leur ténacité devra être confirmée par un nombre plus important de points expérimentaux et l'analyse de leur microstructure.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

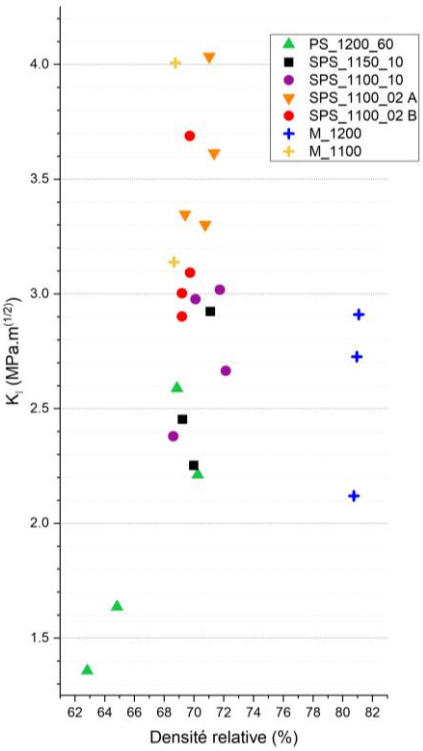


Figure 107 : Essais de flexion 4 points sur éprouvettes entaillées représenté par les valeurs de ténacité de chaque éprouvette en fonction de leur densité relative.

Les mesures de ténacité des FC-CMC montrent une certaine cohérence avec les résultats de flexion 4 points. Les composites de référence, qui ont révélé la réponse mécanique la plus adaptée à la déviation de fissure, possèdent les ténacités les plus élevées, alors que les composites **SPS_1150_10** et **SPS_1100_10** présentent une résistance à la propagation de fissure plus faible, liée à une interface F/M plus forte. Cependant, le composite **PS_1200_60** pour lequel l'interface F/M semblait faible, présente également des valeurs de ténacité plus faible. Ce résultat est associé aux plus grands nombres de défauts microstructuraux présents dans la pastille, qui favorise l'initiation de fissures, comme observé en flexion 4 points.

Cependant, ces résultats ne mettent pas en évidence une augmentation de la résistance à l'amorce de fissure par l'ajout de fibres courtes dans la matrice alumine. En effet, les valeurs de ténacité les plus élevées mesurées pour les composites FC-CMC restent du même ordre de grandeur que celles du monolithe **M_1100**. Plus généralement, elles se situent dans la gamme de valeurs typiquement rapportée pour les alumines, comprise entre 2 et 5 MPa.m$^{1/2}$, en fonction de leur degré de pureté et de leur microstructure [134]–[136].

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

2.3. Comportement mécanique en température

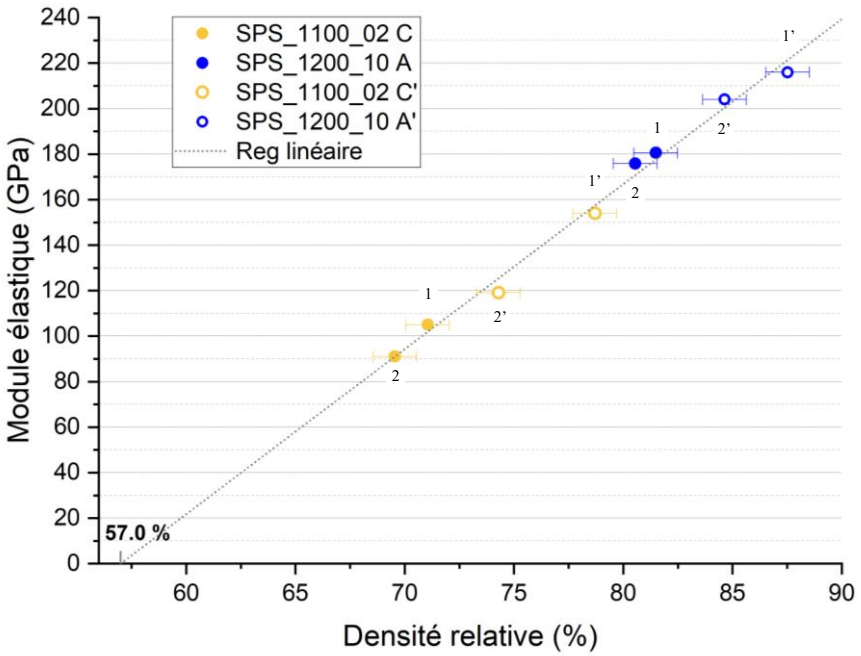
L'étude du comportement en température du FC-CMC a pour objectif de caractériser la stabilité de ses propriétés mécaniques pour des applications en température. Une première approche consiste à mesurer son module élastique sur une large plage de température. Comme démontré par les résultats précédents, le module élastique obtenu par impulsion ultrasonore est un indicateur précis et fiable de la densification du matériau. Ainsi, l'évolution du module élastique avec la température permet d'évaluer la température à partir de laquelle la matrice (et le composite de manière générale) commence à se densifier. La seconde approche consiste à réaliser des essais de flexion 4 points en température. En comparant ces résultats avec ceux des essais à température ambiante, il est possible de caractériser l'évolution de la contrainte à la rupture, du module et de la réponse mécanique.

2.3.1. Mesure du module élastique en température par impulsion ultrasonore

Les pastilles **SPS_1200_10** et **SPS_1100_02**_C ont été usinées de manière à obtenir deux éprouvettes de géométrie 40 x 12 x 2 mm^3, notées (1) et (2). Les mesures du module élastique ont été réalisées à température ambiante avant (notées 1 et 2) et après le traitement thermique (notées 1' et 2') à 1300 °C/2 h (Figure 58). Les résultats de mesure sont indiqués sur la Figure 108 (a) en fonction de la densité des éprouvettes au moment de la mesure. Comme attendu, les éprouvettes se sont densifiées et leurs modules élastiques associés ont augmenté après le traitement thermique (b). A nouveau, il est possible de mettre en évidence la relation linéaire qui relie la densité relative et le module élastique des composites. La densité relative du cru de 57,0 %, estimée à partir de la régression linéaire, est cohérente de celle mesurée pour les composites **SPS_1200_10 A** et **SPS_1100_02 C** (56 ± 1 % et 57 ± 1 %, respectivement). L'augmentation de la densité pour les composites **SPS_1200_10 A** est similaire, tout comme l'augmentation de leur module élastique. En revanche, le composite **SPS_1100_02 C (1)** s'est davantage densifié par rapport à son homologue **SPS_1100_02 C (2)** (+ 8 % vs. + 5 % en densité relative, respectivement). Le module associé reste néanmoins cohérent avec cette différence de densification après traitement thermique.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

(a)



(b)

		Evolution de la densité relative (%)	Evolution du module élastique (GPa)
SPS_1200_10 A	(1)	+ 6	+ 35
	(2)	+ 5	+ 28
SPS_1100_02_C	(1)	+ 8	+ 49
	(2)	+ 5	+ 28

Figure 108 : (a) Mesures du module élastique par impulsion ultrasonore à température ambiante avant (notés 1 et 2) et après traitement (notés 1' et 2') thermique à 1300 °C/2 h. (b) Evolution des propriétés mesurées avant et après traitement thermique.

La Figure 109 permet d'observer l'évolution du module élastique en fonction de la température lors de la chauffe jusqu'au palier de 1300 °C. Entre 20 et 1150 °C, la diminution du module élastique avec la température est linaire pour l'ensemble des matériaux testées. Elle est principalement liée à la diminution de raideur interatomique (augmentation des vibrations atomiques) engendrée par l'augmentation de la température et amplifiée par la dilatation thermique (augmentation de la distance interatomique) [137], [138]. La dépendance du module élastique avec la température peut être reliée par l'équation définie par *Wachtman et al.* [138] :

$$E = E_0(1 - BTe^{(-\frac{T_0}{T})}) \quad \text{Équation 21}$$

où E_0 correspond au module élastique E au zéro absolu ; B et T_0 sont des constantes empiriques propres au matériau ; T est la température en Kelvin.

De ce fait, l'équation donne $E = E_0$ lorsque $T = 0\ K$ et une relation linéaire entre le module élastique E et la température lorsque T >> T_0. L'Équation 8 correspond alors à l'équation semi-empirique :

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

$$E = E_0(1 - BT) \qquad \text{Équation 22}$$

Les mesures expérimentales des travaux de *Wachtman et al* [138] montrent que cette tendance linéaire est mesurable à partir de 300 K, c'est-à-dire à partir de la température ambiante. Cette propriété est donc confirmée pour les deux matériaux FC-CMC étudiés entre 25 et 1150 °C. La rupture de linéarité à 1150 °C indique ainsi que le matériau composite commence à réagir en température. L'augmentation du module élastique jusqu'à 1300 °C correspond ainsi à la densification partielle de la matrice. Ces mesures mettent donc en évidence l'absence de re-densification du composite avant 1100 °C, que ce soit pour les composites **SPS_1200_10 A** ou **SPS_1100_02 C**.

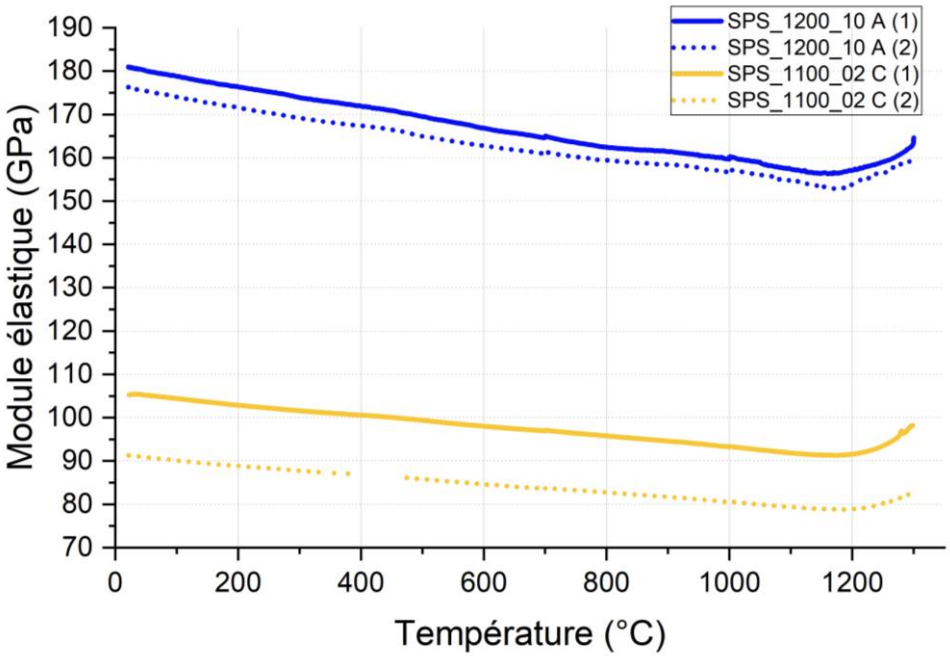


Figure 109 : Evolution du module élastique en fonction de la température lors de la chauffe

La Figure 110 affiche l'évolution du module élastique en fonction du temps au-delà de 1150 °C et pendant le palier de température à 1300 °C, maintenu pendant 2 heures. Les trente premières minutes de chauffe conduisent à l'augmentation du module élastique pour les matériaux. Une augmentation prononcée du module est observée lors du passage au palier de température pour tous les composites, suivie d'une évolution progressive tendant vers un comportement linéaire jusqu'à la fin du palier.

La densification accrue des matériaux était attendue puisque les pastilles dont ils sont issus ont été frittées en dessous de 1300 °C. Il est donc cohérent que les matrices sous-frittées réagissent à cette température et se densifient. Néanmoins, en raison du frittage à plus basse température et du temps de maintien du palier plus court pour la pastille **SPS_1100_02 C** par rapport à la pastille **SPS_1200_10 A**, il pouvait être attendu que la re-densification de la

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

première apparaisse à une température inférieure à la seconde. Or, l'augmentation du module élastique des composites **SPS_1100_02 C** n'apparaît pas de manière précoce. Ces mesures révèlent que le frittage SPS à plus basse température n'a pas d'effet significatif sur la stabilité en température de la matrice par rapport à un frittage à 1200 °C.

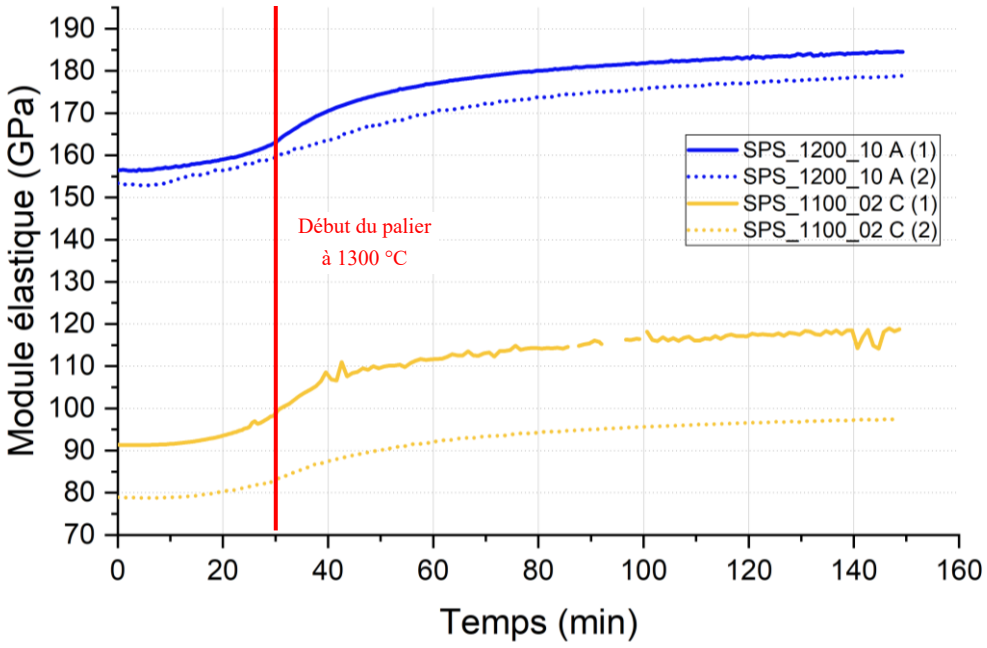
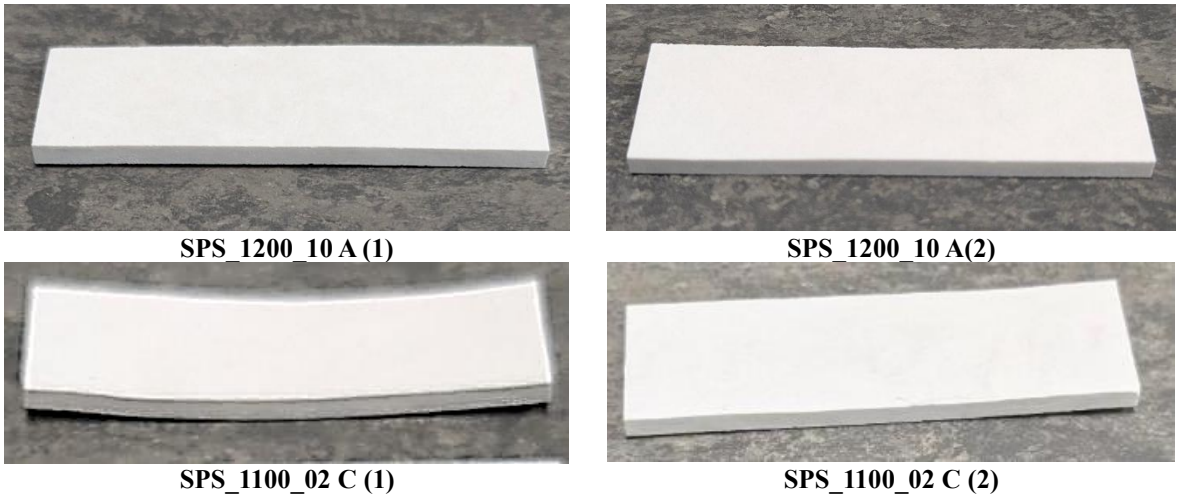


Figure 110 : Evolution du module élastique en fonction du temps au-delà de 1150 °C

Enfin, micrographies des éprouvettes données Figure 111 après le traitement thermique révèlent une légère déformation de leur surface, certainement liée au fluage. Le composite **SPS_1100_02 C (1)** pour lequel l'augmentation de la densité et du module est la plus importante, a davantage flué que les autres matériaux. Cette déformation importante est certainement à l'origine du bruit de mesure plus important et des points de mesure manquants sur la Figure 110 pour ce matériau.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés



SPS_1200_10 A (1) **SPS_1200_10 A(2)**

SPS_1100_02 C (1) **SPS_1100_02 C (2)**

Figure 111 : Eprouvettes après le cycle thermique de l'essai de mesure du module élastique en température (1300 °C/2 h).

L'évolution linéaire du module élastique avec la température entre 25 et 1150 °C pour les quatre matériaux indique que la matrice est stable sur cette gamme de température. Ensuite, l'augmentation du module élastique est un indicateur de la re-densification de la matrice du composite et intervient à partir de 1150 °C, quels que soient les paramètres de frittage SPS des composites dont sont issues les éprouvettes. A l'issue du traitement thermique, les éprouvettes sont déformées, traduisant un fluage. L'augmentation de leur densité est cohérente avec le module élastique associé à chaque éprouvette, vérifiant une relation linéaire avant et après traitement thermique du module avec la densité.

2.3.2. Essais de flexion 4 points en température

Les essais de flexion 4 points ont été réalisés au laboratoire MATEIS (INSA Lyon) sur les éprouvettes usinées dans les pastilles **SPS_1100_02 A** et **B** (considérées comme représentatives du composite de référence **SPS_1100_02**). Il a été choisi de prendre une éprouvette A et B pour chaque température : T_{amb}, 700 °C et 1000 °C. La quatrième éprouvette B a permis d'obtenir un troisième point de mesure à 1000 °C. Pour rappel, le suivi de la déformation a été réalisé à l'aide d'un capteur LVDT permettant de s'affranchir de la dilatation du montage avec la température.

L'ensemble des courbes contrainte-déformation obtenues est présenté en Figure 112 en fonction de la température d'essai (a, b et c), ainsi que les grandeurs mécaniques moyennes associées (d). Les propriétés à T_{amb} et 700 °C sont données sans incertitude puisque seules deux éprouvettes ont pu être testées à ces températures. L'incertitude des propriétés testées à 1000 °C correspond à l'écart-type de mesure.

Les résultats des essais à T_{amb} Figure 112 (a) conduisent à un module d'Young de flexion cohérent avec la densité des matériaux et par rapport aux modules mesurés pour les composites

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

SPS_1100_02 précédemment (Figure 97) à partir des jauges de déformation. Ce résultat permet de confirmer la concordance des résultats issus des deux montages de flexion.

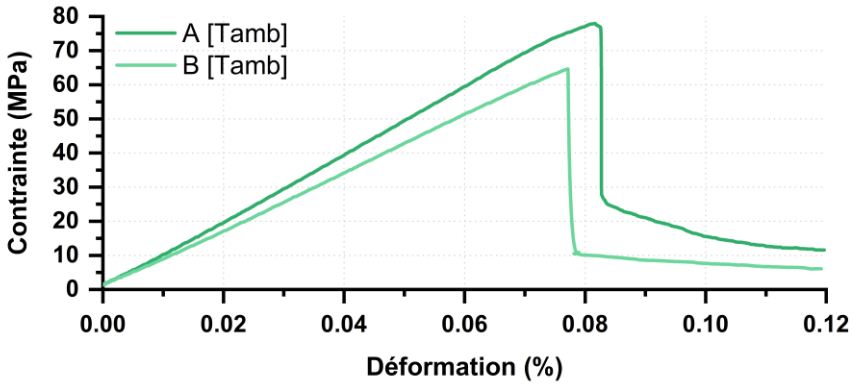
Les courbes contrainte-déformation révèlent pour la plupart une réponse mécanique comparable quelle que soit la température : le chargement linéaire-élastique des éprouvettes avant l'apparition d'une rupture de pente puis la rupture relativement brutale suivi d'une reprise d'effort en dessous de 30 MPa. Les réponses mécaniques à T_{amb} et à 700 °C restent inchangées, alors qu'à 1000 °C, les mesures font apparaître un domaine pseudo-plastique plus important. La diminution des propriétés mécaniques (modules et contraintes à la rupture) est évaluée entre 10 et 13 % à 700 °C et entre 18 et 20 % à 1000 °C par rapport à celles mesurées à T_{amb}. Ces résultats sont en accord avec ceux des travaux d'*A. Débarre et al.* [139] qui ont mis en évidence la diminution de ces deux propriétés, de l'ordre de 10 % à 800 °C, pour un CMC N610^{TM}/Al_2O_3 à fibres longues.

Les résultats des essais de flexion à 1000 °C Figure 112 (c) mettent en évidence davantage de modifications du comportement mécanique qu'à 700 °C. En effet, la diminution moyenne du module flexion et de la contrainte maximale est estimée à 20 et 18 %, respectivement. Les courbes contrainte-déformation des trois éprouvettes révèlent un domaine de déformation pseudo-plastique plus important et étendu qu'à 700 °C, notamment pour les éprouvettes B. L'apparition de ce domaine non linéaire serait associée à la viscosité de la matrice à 1000 °C. *A. Débarre et al.* [139] font également d'état d'un comportement visqueux entre 800 °C et 1000 °C pour un CMC à fibres longues de la même nature. La modification du comportement du FC-CMC pourrait aussi être influencée par la modification des propriétés mécaniques de fibres N610^{TM}. En effet, la température de 1000 °C correspond à celle à partir de laquelle les propriétés mécaniques de ces fibres commencent à se dégrader [31], [140], entraînant la diminution du module élastique et de la contrainte mécanique du FC-CMC.

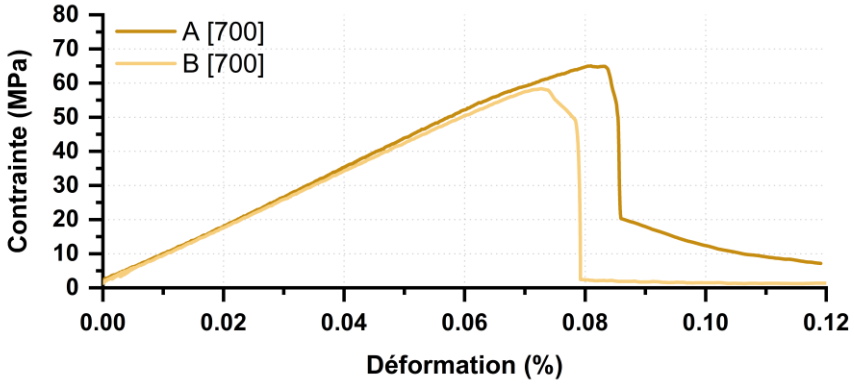
Bien que le domaine pseudo-plastique soit plus étendu pour ces trois éprouvettes, la déformation à la contrainte maximale n'est pas nécessairement améliorée. En effet, l'apparition des premiers endommagements est observée à partir de 0,05 % de déformation tandis que pour les éprouvettes testées à T_{amb} et 700 °C, la rupture de la pente linéaire de chargement n'apparaissait qu'à partir de 0,07 % de déformation. Cela indique l'endommagement précoce des éprouvettes testées à 1000 °C. Enfin, la rupture brutale des éprouvettes suivie d'une reprise d'effort suggère que la nature de l'interface F/M reste inchangée.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

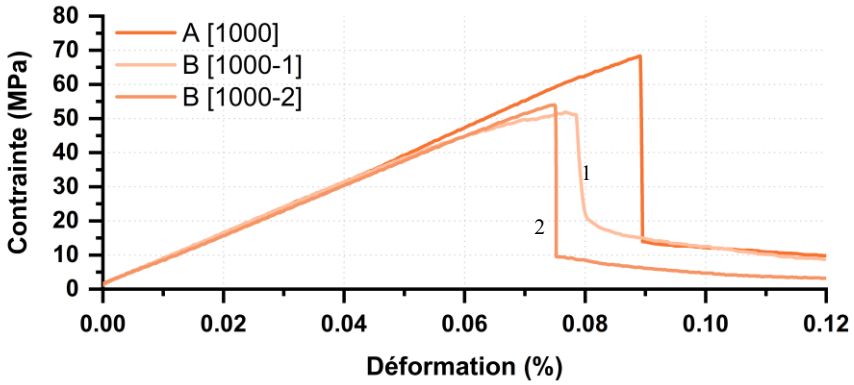
(a)



(b)



(c)



(d)

Température d'essai	Densité géométrique moyenne à Tamb (%)	Module d'Young de flexion [LVDT] (GPa)	Déformation à contrainte maximale (%)	Contrainte maximale (MPa)
Tamb	68,7	90	0.080	71
700 °C	68,9	78	0.079	62
1 000 °C	68,7 ± 0,5	72 ± 5	0.078 ± 0.008	58 ± 9

Figure 112 : Courbes contrainte-déformation des essais de flexion 4 points réalisés à température ambiante (a), à 700 °C (b), et à 1000 °C (c). Propriétés mécaniques moyennes du FC-CMC de référence en fonction de la température (d).

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Enfin, les essais de flexion 4 points en température ont mis en évidence que la température avait un effet limité sur le comportement mécanique du FC-CMC à 700 °C par rapport à celui à T_{amb}. La réponse mécanique des matériaux est identifiable à celle observée pour les composites **SPS_1100_10**, qualifié d'hybride. Les contraintes maximales obtenues à T_{amb} sont nettement supérieures à celles mesurées pour le composite **SPS_1100_02**, avec 79 et 65 MPa contre seulement 40 ± 2 MPa. Même si seules deux éprouvettes ont été testées à T_{amb} sur ce montage, les cinq autres éprouvettes testées en température génèrent des contraintes maximales du même ordre de grandeur et toujours supérieures à celle du composite de référence **SPS_1100_02**. Ces résultats indiquent que, malgré l'utilisation de paramètres de frittage identiques à ceux utilisés pour la pastille **SPS_1100_02**, le comportement mécanique de ces matériaux est similaire à celui des composites **SPS_1100_10**. Cela révèle un degré de sensibilité important du procédé SPS à 1100 °C, conduisant à une variation importante de la réactivité au frittage des composite malgré l'utilisation de paramètres identiques.

2.4. Conclusions

Les mesure de ténacité n'ont pas mis en évidence d'amélioration de la résistance à la propagation de fissure par l'intégration des fibres courtes. Les valeurs de ténacité pour les composites de référence **SPS_1100_02 A** et **B** mesurées comprises entre 2,90 et 4,05 $MPa.m^{1/2}$ restent du même ordre de grandeur que pour une alumine monolithique.

Les mesures des propriétés mécaniques du FC-CMC de référence (frittage SPS à 1100 °C/2 min) mettent en évidence la stabilité thermique du matériau jusqu'à 1000 °C. Les mesures du module élastique en température révèlent une diminution linéaire et stable jusqu'à 1150 °C liée à la diminution de la raideur interatomique avec la température [138]. C'est seulement au-delà de cette température que la re-densification de la matrice apparaît, caractérisée par l'augmentation du module mesuré jusqu'à 1300 °C. Le comportement élastique du composite **SPS_1200_10** est identique en température malgré un frittage SPS réalisé à plus haute température (1200 °C/10 min).

Les mesures mécaniques en flexion 4 points en température des composites **SPS_1100_02** A et B révèlent des contraintes à la rupture plus élevées que pour le matériau de référence **SPS_1100_02**. Ce phénomène peut être est attribué à une sensibilité importante aux conditions du procédé SPS, conduisant à une densification légèrement plus élevée pour les pastilles **SPS_1100_02 A** et **B**. La réponse mécanique est ainsi comparable à celle observée pour le composite **SPS_1100_10**. A 700 °C, peu d'effets de la température sont constatés alors qu'à 1000 °C, la viscosité importante de la matrice fait apparaître un domaine pseudo-plastique élargi. En revanche, le comportement à la rupture reste identique, indiquant que les propriétés d'interface F/M sont conservés à 700 et 1000 °C.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

3. Effet de la longueur des fibres

Les résultats obtenus à partir des différents procédés de frittage ont montré que le frittage naturel (1200 °C/1 h) et le frittage SPS à basse température (1100 °C/2 min) permettent d'obtenir une réponse mécanique des FC-CMC avec de la tolérance à l'endommagement. L'interface F/M faible semble être obtenue pour ces paramètres de frittage, générant les mécanismes de déviation de fissures recherchés pour limiter la rupture fragile de la céramique. Néanmoins, les longueurs de décohésion des fibres observées sur les faciès de rupture restent inférieures à 50-100 µm en longueur. Cette longueur de décohésion semble faible par rapport à la longueur des fibres présentes initialement (740 ± 371 µm) dans le composite mis en forme à partir du lot de fibres de 3,2 mm et pressé à 25 MPa. Cette longueur de décohésion suggère une longueur critique l_c du FC-CMC voisine de 100 à 200 µm, en tenant compte de la relation $l_c = 2 \times l_{p-o_{max}}$, proposée par *Fu et al.* [77] (Équation 7). Cela suppose alors que les fibres introduites n'ont pas nécessairement besoin d'être aussi longues que le préconise *Winkelbauer et al.* [100], [103] (l_c > 3,5 mm, dans le cas d'un FC-CMC N610^{TM}/Al_2O_3-ZrO_2). Afin de vérifier cette hypothèse, des fibres plus longues et plus courtes ont été utilisées pour mesurer l'effet de leur longueur moyenne sur le comportement mécanique des FC-CMC.

3.1. Préparation des matériaux

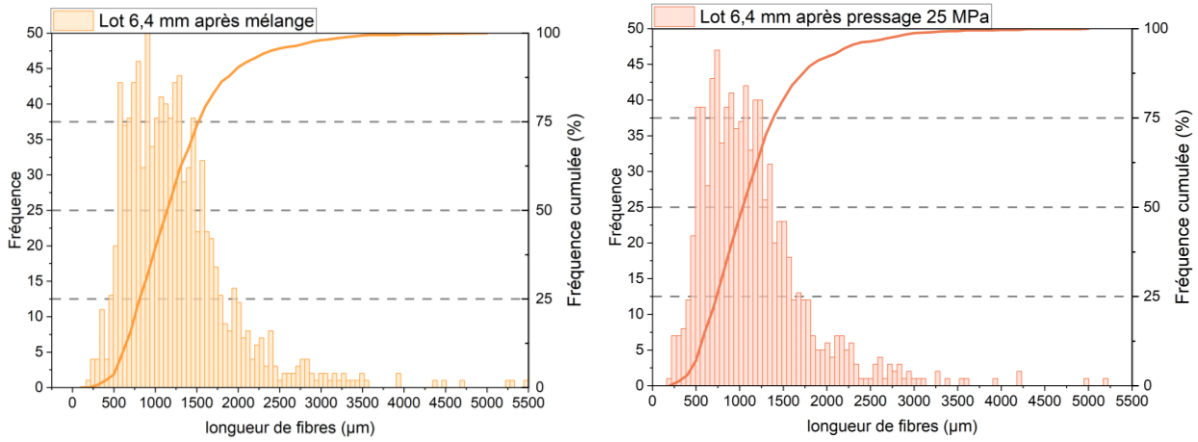
Des fibres N610^{TM} de 6,4 mm (Chapitre 2 -1.1.1.A) ont été utilisées pour la fabrication de FC-CMC à fibres plus longues. Le protocole de mise en œuvre est identique à celui décrit pour les fibres de 3,2 mm. Le rapport F/M reste inchangé. Les mesures de la longueur des fibres (Tableau 7) révèlent que la longueur moyenne des fibres est divisée par 5 après l'étape de mélange (1273 ± 720 µm vs. 6360 ± 530 µm initialement). Le mélange composite est ensuite introduit dans la matrice de pressage pour y être séché puis pressé à 25 MPa. La longueur moyenne des fibres présentes dans les pastilles mises en œuvre à partir du lot initial de 6,4 mm est de 1166 ± 684 µm (Tableau 7). Cette longueur moyenne mesurée dans les pastilles pour ce lot reste néanmoins supérieure à celle du lot 3,2 mm, mesurée à 759 $\pm$ 15 µm.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Tableau 37 : Analyse statistique de la longueur des fibres discontinues N610^{TM} du lot 6,4 mm après l'étape de mélange et de pressage.

	Nombre de fibres mesurées	Longueur moyenne (µm)	Ecart-type standard (µm)	Longueur médiane (µm)	Longueur max mesurée (µm)	Longueur min mesurée (µm)
6,4 mm après mélange	989	1273	720	1150	5545	210
6,4 mm après pressage à 25 MPa	878	1166	684	1044	5120	189

Les distributions de longueur de fibres (Figure 113) à l'issue de l'étape de mélange (a) puis de pressage (b) confirment que le pressage affecte peu la longueur des fibres. La distribution des longueurs mesurée reste comparable à une distribution monomodale, centrée autour de la longueur moyenne mesurée.



(a) (b)

Figure 113 : Distribution des longueurs de fibres N610^{TM} (lot 6,4 mm) après l'étape de mélange (a) et après l'étape de pressage à 25 MPa (b)

La longueur minimale des fibres courtes N610^{TM} fournies par 3M^{TM} étant de 3,2 mm, il est nécessaire de réduire la taille des fibres au laboratoire. Il a été choisi de réaliser cela lors de l'étape de mise en forme en appliquant une pression de 100 MPa, pression quatre fois supérieure à celle utilisée initialement. Ce choix présente l'avantage de ne pas occasionner d'étape de mise en œuvre supplémentaire.

La longueur moyenne mesurée de 154 ± 110 µm (Tableau 38) confirme que l'augmentation de la pression permet de réduire efficacement la longueur de fibres. La distribution des longueurs (Figure 114) confirme cette tendance. Aucune fibre de plus d'une longueur égale ou supérieure à 1 mm de long n'est mesurée. C'est à partir de cette longueur de

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

fibre qu'ont été élaborées les pastilles **PS_[150µm]** (frittage naturel à 1200 °C/ 1 h) et **SPS_[150µm]** (SPS à 1100 °C/2 min).

Tableau 38 : Analyse statistique de la longueur des fibres discontinues N610^{TM} du lot 3,2 mm après l'étape de pressage à 100 MPa.

	Nombre de fibres mesurées	Longueur moyenne (µm)	Ecart-type standard (µm)	Longueur médiane (µm)	Longueur max mesurée (µm)	Longueur min mesurée (µm)
3,2 mm après pressage à 100 MPa	722	154	110	123	747	19

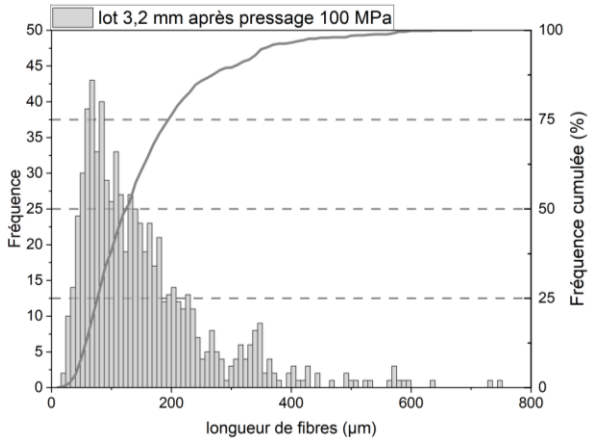


Figure 114 : Distribution des longueurs de fibres N610^{TM} (lot 3,2 mm) après l'étape de pressage à 100 MPa

Pour chacune des deux longueurs de fibres considérées, deux pastilles FC-CMC ont été élaborées : l'une destinée à un frittage naturel à 1200 °C maintenu pendant 1 heure, l'autre à un frittage par SPS à 1100 °C maintenu pendant 2 minutes. Les quatre pastilles obtenues sont notées **PS** ou **SPS** selon le mode de frittage et **[1200µm]** ou **[150µm]** selon les longueurs moyennes des fibres dont elles sont composées. Ainsi, les pastilles considérées pour cette partie correspondent aux pastilles **PS_[1200µm]**, **SPS_[1200µm]**, **PS_[150µm]** et **SPS_[150µm]**.

Les masses volumiques des pastilles crues **PS_[1200µm]** et **SPS_[1200µm],** toutes deux mesurées à 2,58 ± 0,05 g.cm^{-3}, sont logiquement inférieures à celles obtenues pour les pastilles **PS_[150µm]** et **SPS_[150µm]** (2,83 et 2,79 ± 0,05 g.cm^{-3}, respectivement). En effet, la longueur plus importante des fibres combinée à la pression de mise en forme plus faible réduit significativement l'état de compaction des pastilles. Les mesures des masses volumiques des pastilles déliantées **SPS_[1200µm]** et **SPS_[150µm]** confirment cette tendance avec seulement 2,26 ± 0,05 g.cm^{-3} pour la première contre 2,48 ± 0,05 g.cm^{-3} pour la seconde.

Le Tableau 39 affiche les propriétés des quatre matériaux élaborés. Le composite **PS_[1200µm]** est caractérisé par l'absence totale de retrait, jusqu'à afficher un gonflement

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

après le traitement thermique qui peut s'expliquer par un effet de relaxation des fibres plus important. De plus, l'état de compaction de la pastille crue a tendance à favoriser un retrait local par frittage naturel (zones denses en matrice) plutôt qu'un retrait volumique généralisé. De ce fait, la densité relative du matériau après frittage n'est que de 61,5 ± 0,1 %. A l'opposé, le composite **SPS_[1200µm]** présente le retrait volumique le plus important (14 ± 1 %). Bien que ce matériau possède un faible état de compaction en cru, le frittage SPS permet d'atteindre une densité relative de 65,9 ± 0,1 % grâce à l'application de la pression mécanique au frittage. La gamme de densité désirée de [65-75] % est ainsi atteinte. Les pastilles **PS_[150µm]** et **SPS_[150µm]** affichent quant à elles un retrait comparable et plus faible que celui observé pour **SPS_[1200µm]** en raison de leur meilleur état de compaction initial. Ainsi, la densité relative de 65,9 ± 0,1 % est atteinte par frittage naturel et 70,5 ± 0,1 % par SPS.

Tableau 39 : Masses volumiques, densités relatives et retrait volumique des pastilles composites obtenues à partir de longueurs de fibres différentes et selon deux méthodes de frittage ; (1) Mesures géométriques ; (2) Mesures par pesée hydrostatique.

Composites	Paramètres de frittage	Retrait volumique (1) (%)	Masse volumique apparente (1) ($g.cm^{-3}$)	Densité relative (1) (%)	Masse volumique apparente (2) ($g.cm^{-3}$)	Densité relative (2) (%)
PS_[1200µm]	Naturel 1200 °C 60 min	-2 ± 1	2,31 ± 0,05	58 ± 1	2,44 ± 0,01	61,5 ± 0,1
SPS_[1200µm]	SPS 1100 °C 2 min	14 ± 1	2,61 ± 0,05	66 ± 1	2,62 ± 0,01	65,9 ± 0,1
PS_[150µm]	Naturel 1200 °C 60 min	7 ± 1	2,71 ± 0,05	68 ± 1	2,76 ± 0,01	69,5 ± 0,1
SPS_[150µm]	SPS 1100 °C 2 min	10 ± 1	2,76 ± 0,05	70 ± 1	2,80 ± 0,01	70,5 ± 0,1

La répartition de la porosité et les fractions volumiques des constituants sont données dans le Tableau 40. La porosité des composites obtenus par frittage naturel est exclusivement ouverte tandis que le frittage par SPS conduit à la création d'une faible proportion de porosité fermée.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Tableau 40 : Fractions volumiques des constituants (matrice et fibres) des composites obtenus à partir de longueurs de fibres différentes et selon deux méthodes de frittage. Les volumes de porosité ouverte et fermée sont issus des résultats de mesure par pesée hydrostatique.

Composites	Paramètres de frittage	Porosité ouverte (%vol)	Porosité fermée (%vol)	Fraction volumique de fibres (%vol)	Fraction volumique de matrice alumine (%vol)
PS_[1200µm]	Naturel 1200 °C - 60 min	38,5 ± 0,1	0,0 ± 0,1	20,5 ± 0,1	41,0 ± 0,1
SPS_[1200µm]	SPS 1100 °C - 2 min	32,8 ± 0,1	0,4 ± 0,1	22,3 ± 0,1	44,5 ± 0,1
PS_[150µm]	Naturel 1200 °C - 60 min	30,5 ± 0,1	0,0 ± 0,1	23,2 ± 0,1	46,3 ± 0,1
SPS_[150µm]	SPS 1100 °C - 2 min	29,3 ± 0,1	0,2 ± 0,1	23,5 ± 0,1	47,0 ± 0,1

L'association de longueurs de fibres distinctes et de procédés de frittage différents permet d'obtenir des matériaux FC-CMC couvrant une large plage de densité relative. Cette variabilité offre la possibilité à des comportements mécaniques différents de ceux observés précédemment à partir du lot de fibres de 3,2 mm. L'utilisation de fibres plus longues diminue logiquement la densité des pastilles élaborées tandis que l'application d'une pression de 100 MPa permet de réduire la longueur moyenne des fibres à environ 150 µm et d'atteindre des densités relatives plus élevées, notamment après le frittage naturel. L'influence de la modification de la longueur des fibres sur le comportement mécanique en flexion 4 points est étudiée dans la partie suivante.

3.2. Comportement mécanique en flexion 4 points

Quatre éprouvettes de flexion 45 x 4 x 3 mm^3 ont été usinées pour chacune des pastilles élaborées (Figure 95). Comme pour les précédents essais de flexion, les éprouvettes sont soumises au préalable à la mesure de leur module élastique par impulsion ultrasonore. La Figure 115 représente les résultats de mesure en fonction de la densité de chacun des matériaux.

Les composites **PS_[1200µm]** sont caractérisés par un module élastique très faible, inférieur à 50 GPa. En effet, ces matériaux possèdent une densité relative réduite, proche de la densité de cru (après déliantage), ce qui peut notamment le module quasi-nul pour l'une d'entre elles. Ensuite, deux des quatre éprouvettes **PS_[150µm]** (indiquées par une croix rouge) affichent des modules élastiques particulièrement faibles par rapport à leur densité, révélant la

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

présence d'un défaut initial (confirmé lors des essais de flexion). En dehors de ces deux exceptions, les composites possèdent des modules élastiques cohérents au regard de leurs densités respectives.

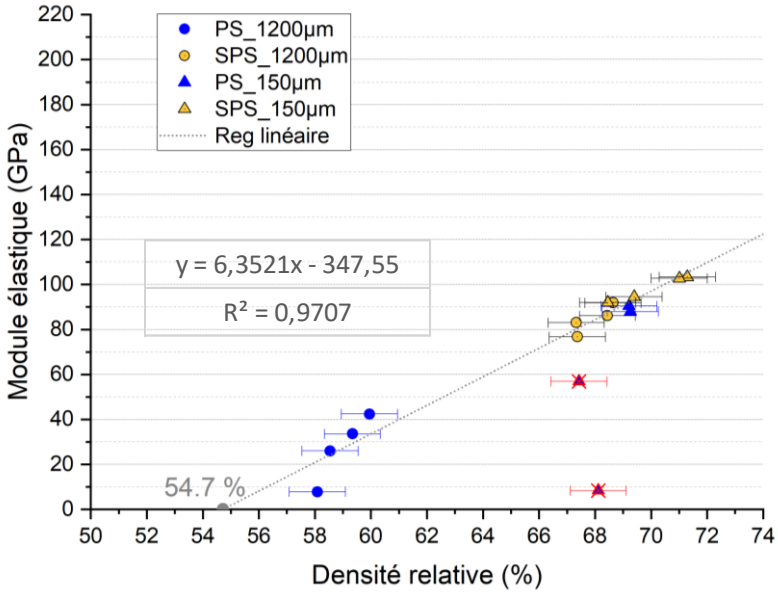


Figure 115 : Module élastique obtenu par mesure d'impulsion ultrasonore (GrindoSonic) des barreaux de flexion issus des pastilles PS_[1200µm], SPS_[1200µm], PS_[150µm] et SPS_[150µm]. Les points avec une croix en rouge ne sont pas pris en compte pour la régression linéaire en raison de la présence de défauts dans les éprouvettes concernées.

La régression linéaire met toutefois en évidence une tendance différente de celles observées pour la gamme de matériaux élaborés à 1200 °C et par SPS à basses températures. Le coefficient directeur est évalué à 6,3 contre 8,4 et 8,0 pour les deux gammes d'éprouvettes précédemment citées. Le module élastique mesuré pour le composite **PS_[1200µm]** est particulièrement élevé au regard de la faible densité mesurée, réduisant la pente de la courbe et menant à une densité de cru théorique réduite (54,7 % vs. 59,2 et 57,2 %).

Les résultats des essais de flexion 4 points pour l'ensemble des composites sont présentés sur la Figure 116. Les modules d'Young de flexion sont cohérents avec les modules élastiques mesurés par impulsion ultrasonore, à l'exception des composites **PS_[1200µm]** (Figure 116 c). Cet écart est potentiellement lié aux densités très faibles des éprouvettes et traduirait une certaine anisotropie. Néanmoins, les composites **SPS_[1200µm]**, pourtant composés de fibres de longueur identique, n'affichent pas d'écart significatif entre les deux mesures de module. Enfin, il est important de prendre en compte que l'éprouvette **PS_[150µm]** pour laquelle le module élastique était proche de 10 GPa s'est brisée au moment de la préparation des éprouvettes. Elle n'a donc pas été considérée dans le récapitulatif des propriétés mécaniques.

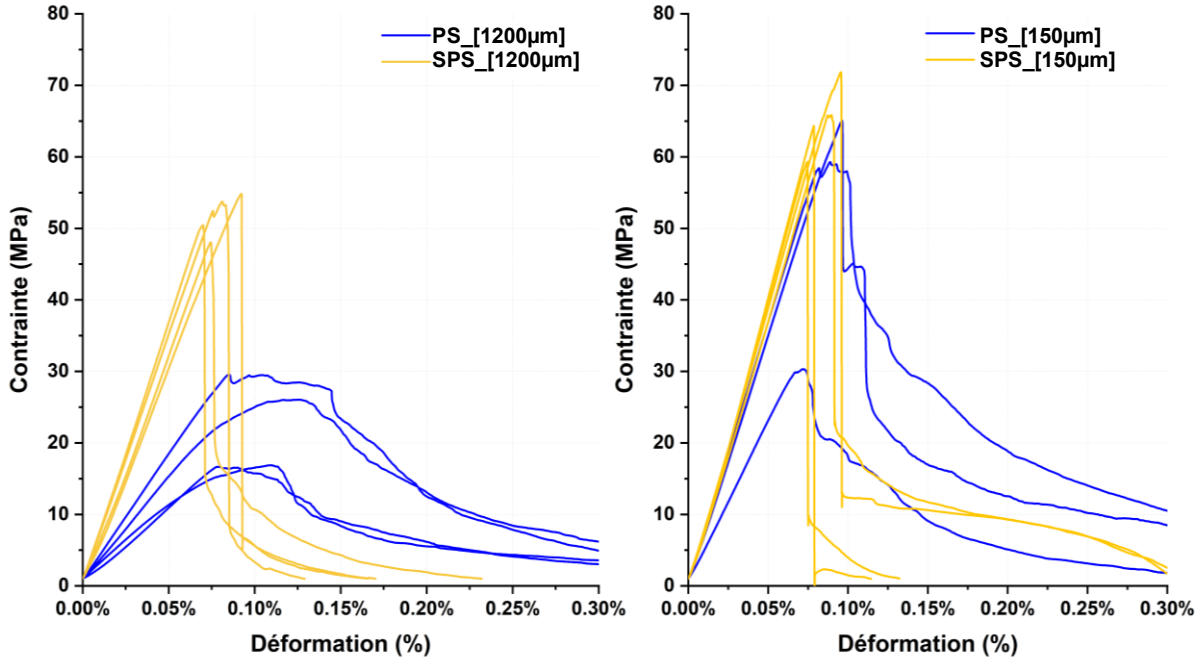
Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Les courbes contrainte-déformation des composites **PS_[1200µm]** et **SPS_[1200µm]** de la Figure 116 (a) révèlent des réponses mécaniques très différentes selon la méthode de frittage employée. En effet, le frittage naturel conduit à un comportement moins rigide des éprouvettes et une zone pseudo-plastique élargie. La rupture des 4 éprouvettes est très progressive, traduisant un comportement mécanique marqué par une tolérance accrue à l'endommagement. Cependant, les contraintes maximales sont inférieures à 30 MPa et la contrainte maximale moyenne mesurée pour le composite **PS_[1200µm]** est même inférieure à celle obtenue avec le composite **PS_1200_60** (22 ± 7 MPa contre 26 ± 2 MPa, respectivement). A l'opposé, le frittage SPS conduit lui à un comportement linéaire-élastique du fait de l'augmentation de la densité des éprouvettes et de leur module associé. La rupture de ces éprouvettes reste brutale et la reprise d'effort n'apparaît qu'en dessous de 25 MPa. De plus, la déformation moyenne à contrainte maximale de 0,079 ± 0,010 % est inférieure à celle des éprouvettes **PS_[1200µm]**, mesurée à 0,100 ± 0,022 %.

A l'inverse, la Figure 116 (b) (**PS_[150µm]** et **SPS_[150µm]**) met en évidence des niveaux de contraintes comparables, à l'exception d'une des éprouvettes **PS_[150µm]** pour laquelle un défaut initial avait été détecté lors de la mesure par impulsion ultrasonore. De la même manière que pour les éprouvettes précédentes, le frittage SPS conduit à un comportement linéaire-élastique marqué par la rupture énergétique des éprouvettes **SPS_[150µm]** malgré la présence de reprise d'effort pour certaines d'entre elles, à des niveaux de contrainte faibles (< 25 MPa). Les éprouvettes **PS_[150µm]** (sans défaut initial) affichent quant à elles un mode de rupture moins énergétique et plus progressif. La reprise d'effort apparaît à des niveaux de contraintes plus élevés (> 40 MPa) bien que le domaine pseudo-plastique de ces matériaux soit moins étendu que celui des composites **PS_[1200µm]**.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

(a) (b)



(c)

Composites	Densité géométrique (%)	Module élastique [GrindoSonic] (GPa)	Module d'Young de flexion [Jauges de déformation] (GPa)	Déformation à contrainte maximale (%)	Contrainte maximale (MPa)
PS_[1200µm]	59,0 ± 0,8	34 ± 8	60 *	0,100 ± 0,022	22 ± 7
SPS_[1200µm]	68,6 ± 1,0	84 ± 6	88 ± 4	0,079 ± 0,010	52 ± 3
PS_[150µm]	68,5 ± 0,9	79 ± 19	82 ± 16	0,086 ± 0,012	51 ± 19
SPS_[150µm]	70,0 ± 1,3	98 ± 6	96 ± 6	0,085 ± 0,010	65 ± 5

* Problème d'acquisition

Figure 116 : Courbes contrainte-déformation des essais de flexion 4 points à température ambiante des matériaux FC-CMC obtenus à partir de fibres discontinues plus longues (a) et plus courtes (b), par frittage naturel (bleu) et par SPS (jaune). (c) Propriétés mécaniques moyennes de chaque matériau.

Malgré l'utilisation des paramètres SPS les plus modérés (1100 °C/2 min), l'emploi de ce type de frittage semble rendre les composites trop rigides et les mécanismes de déviations de fissure sont moins efficaces que par frittage naturel, quelle que soit la longueur des fibres utilisées. L'utilisation de fibres plus longues permet d'augmenter la déformation à contrainte maximale par frittage naturel (Figure 116 a), notamment grâce à l'apparition d'un domaine pseudo-plastique qui n'est pas aussi étendu pour les composites **PS_[150µm]** (Figure 116 b) ou **PS_1200_60**, précédemment étudiées (Figure 97). Cependant, la porosité très importante de ces éprouvettes conduit à un nombre important de défauts microstructuraux menant à la rupture prématurée des éprouvettes. A l'inverse, il semblerait que l'application d'une pression de

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

100 MPa et l'utilisation des fibres plus courtes conduisent à réduire ce nombre de défauts dès l'étape de mise en forme étant donné que les composites **PS_[150µm]** et **SPS_[150µm]** présentent des densités relatives et des contraintes à la rupture comparables. Par conséquent, les composites **PS_[150µm]** attestent qu'il est possible d'atteindre des contraintes maximales voisines de 60 MPa tout en maintenant un comportement de tolérance à l'endommagement, ceci malgré l'utilisation de fibres plus courtes.

Les profils des faciès de rupture donnés sur la Figure 117 confirment que la déviation de fissure est nettement plus marquée pour les composites frittés naturellement que pour les composites obtenus par frittage SPS. La densification élevée de la matrice par SPS semble faciliter la propagation de la fissure, quelle que soit la longueur des fibres.

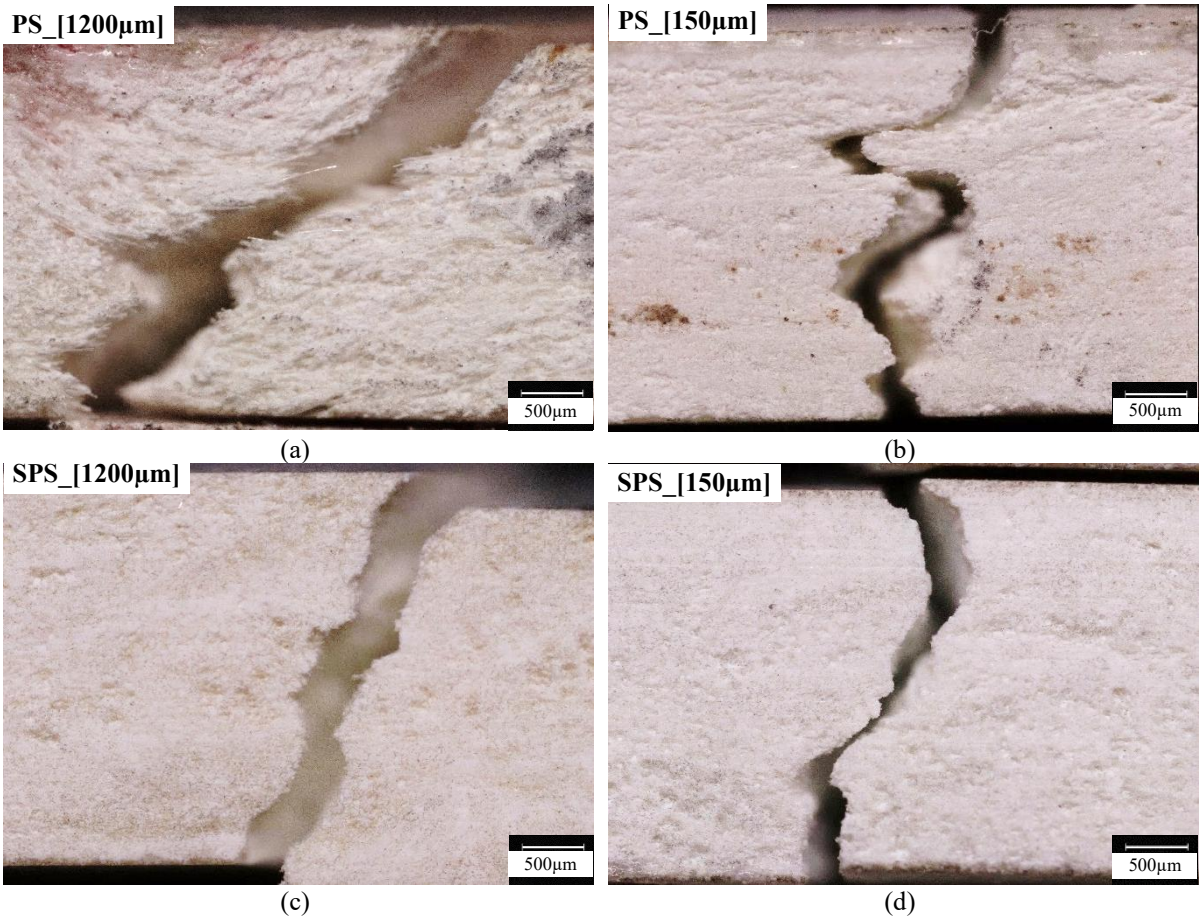


Figure 117 : Profils des faciès *post-mortem* des éprouvettes après flexion 4 points des composites PS_[1200µm], PS_[150µm], SPS_[1200µm] et SPS_[150µm] (a, b, c, et d, respectivement).

En outre, l'observation de la surface des faciès de rupture (Figure 118) met en évidence davantage de décohésions F/M pour le composite **PS_[1200µm]** (a) par rapport au composite **SPS_[1200µm]** (c). Cette observation est en adéquation avec la réponse mécanique observée pour ces deux matériaux. La rupture progressive des éprouvettes **PS_[1200µm]** indique que les

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

mécanismes de déviation de fissures sont nombreux et efficaces tandis que la rupture brutale des composites **SPS_[1200µm]** se traduit par une progression rapide de la fissure.

Le composite **PS_[150µm]** (b) présente un faciès comparable à celui du composite **PS_[1200µm]**. Ce phénomène témoigne dans un premier temps du même niveau de cohésion d'interface F/M, mais surtout dans un second temps de la capacité des fibres plus courtes à dévier efficacement les fissures. En effet, les longueurs de décohésion restent du même ordre de grandeur (quelques dizaines de microns), quelle que soit la longueur des fibres utilisées. Enfin, la surface du faciès du composite **SPS_[150µm]** (d) fait apparaître un nombre réduit de fibres extraites de la matrice, témoignant une nouvelle fois du comportement fragile des matériaux issus d'une pastille frittée par SPS.

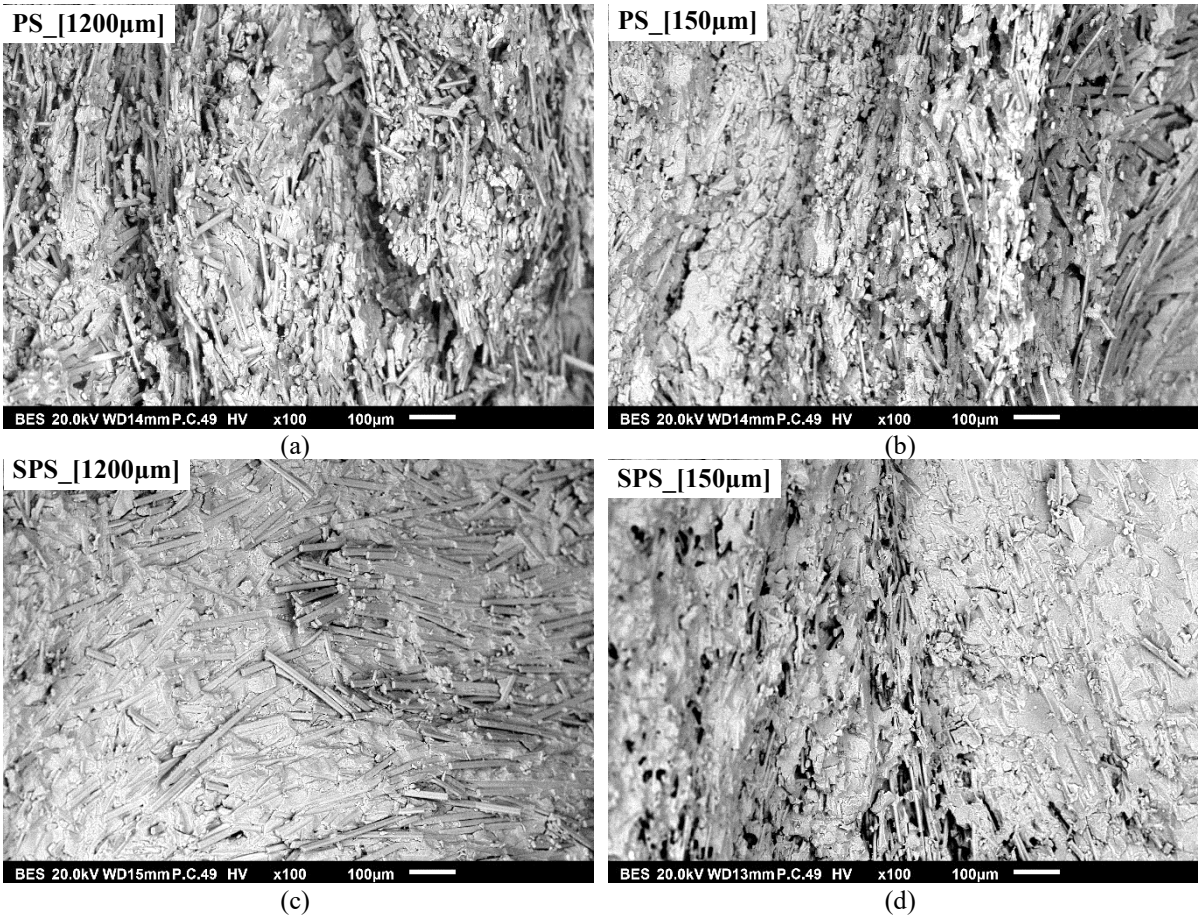


Figure 118 : Micrographies MEB des surfaces des faciès *post-mortem* des éprouvettes après flexion 4 points des composites PS_[1200µm], PS_[150µm], SPS_[1200µm] et SPS_[150µm] (a, b, c et d, respectivement).

Bien que l'interface F/M de ces matériaux n'ait pas pu être analysée en détail, les résultats des essais de flexion révèlent des mécanismes de déviation de fissures réduits après le frittage SPS malgré l'utilisation des paramètres de frittage de référence. Cela témoigne d'une interface F/M plus forte et cohésive après le frittage SPS à 1100 °C maintenu pendant 2 minutes

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

par rapport au frittage naturel à 1200 °C maintenu pendant 1 heure. Cela indique que la maîtrise de l'interface à partir des paramètres de frittage SPS reste limitée. Ce constat est cohérent avec la réponse mécanique observée à T_{amb} pour les composites **SPS_1100_02** A et B, qui ont révélé des résistances plus élevées combinées à des ruptures plus brutales et énergétiques que le matériau de référence **SPS_1100_02**.

3.3. Conclusions

La modification de la longueur des fibres associée à l'utilisation des deux moyens de frittage a conduit à une gamme de densité de pastilles FC-CMC étendue (65,5 à 70,5 ± 0,1 %). D'une part, l'utilisation de fibres plus longues (ordre de grandeur de longueur moyenne : 1200 µm) contribue significativement à une plus faible densité des crus mis en forme à 25 MPa. Néanmoins, un frittage SPS (**SPS_[1200µm]**) permet de compenser cet effet par l'application de la pression au frittage contrairement au frittage naturel qui ne fait apparaître aucun retrait de la pastille (**PS_[150µm]**). L'application de 100 MPa lors de la mise en forme des pastilles permet de réduire la taille des fibres à environ 150 µm et d'obtenir un état de compaction des crus optimisé. De ce fait, les densités relatives des pastilles frittées naturellement (**PS_[150µm]**) et par SPS (**SPS_[150µm]**) sont proches, de l'ordre de 70 %.

D'autre part, les réponses mécaniques des matériaux issus des pastilles frittées par SPS révèlent un comportement plus fragile que leurs homologues obtenues par frittage naturel. La rupture de ces composites est caractérisée par une réduction brutale de la contrainte maximale puis par une reprise d'effort qui n'apparaît qu'en dessous de 25 MPa. La rupture de pente du domaine linéaire-élastique est peu évidente contrairement à ce qui avait été observé pour le composite de référence **SPS_1100_02**. Le comportement mécanique observé (quel que soit la longueur de fibre) est plus proche du comportement « hybride » considéré pour le composite **SPS_1100_10**. De plus, les faciès de rupture des composites **SPS_[1200µm]** et **SPS_[150µm]** font apparaître un nombre réduit de décohésions F/M. Cela indique que l'interface F/M est cohésive malgré l'utilisation d'un temps de palier réduit.

De plus, le frittage naturel conduit à des réponses mécaniques différentes selon la longueur de fibres adoptée. Les fibres plus longues du composite **PS_[1200µm]** font apparaître un domaine pseudo-plastique important, avant une rupture progressive. Ce comportement témoigne du ralentissement de la propagation de la fissure, associé à l'activation des mécanismes de déviation efficaces, pouvant être associés à une interface F/M faible. Les nombreuses fibres extraites de la matrice au niveau du faciès de rupture confirment cette hypothèse. Toutefois, la faible densité des matériaux réduit significativement la contrainte à la rupture, comme observé précédemment pour le composite **PS_1200_60**. L'application d'une pression de 100 MPa pour le composite **PS_[150µm]** semble limiter le nombre de défauts liés

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

à la mise en forme, conduisant à des contraintes maximales améliorées et proches de celles obtenues pour le composite **SPS_[1200µm]**. De plus, malgré la diminution de la longueur des fibres, le comportement de tolérance à l'endommagement est tout de même maintenu, identifié par la reprise d'effort après la première rupture et la décohésion F/M importante au niveau du faciès de rupture.

L'ensemble de ces résultats mettent en évidence que l'interface F/M par le procédé SPS demeure difficile à maîtriser. Le comportement linéaire-élastique des composites suggère de diminuer la température de frittage pour s'assurer du maintien de l'interface faible. La réponse mécanique du composite **PS_[150µm]** révèle que des fibres N610^{TM} introduites dans une matrice alumine faible (frittage naturel) conduit à la déviation efficace de fissures et une tolérance à l'endommagement. Ces résultats indiquent que la longueur critique l_c des fibres pour ce type de CMC n'est pas millimétrique, mais plutôt de l'ordre de la centaine de microns, à la vue des faciès de rupture comparables, quelle que soit la longueur de fibres utilisée [150 ; 800 ; 1200] µm (ordres de grandeur).

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

4. Conclusions du chapitre

Différents paramètres de frittage et de mise en forme ont été utilisés pour la fabrication de composites FC-CMC. L'ensemble des résultats morphologiques, microstructuraux et mécaniques présentés dans ce chapitre tente de caractériser l'influence de chacun d'entre eux sur les propriétés du matériau élaboré.

Dans un premier temps, l'étude de l'influence de la température par frittage SPS (< 1200 °C) révèle que la ***durée du palier de frittage est le paramètre d'ordre 1 concernant la densification des matériaux FC-CMC.*** L'étude par porosimétrie mercure confirme que l'utilisation du procédé SPS permet de réduire le volume de macroporosité par rapport au frittage naturel et d'obtenir une microporosité plus fine. L'observation des microstructures associées aux composites ***SPS_1150_10*** *et* ***SPS_1100_10 révèle en effet le début du stade de frittage intermédiaire,*** caractérisé par la formation des premiers grains de frittage de plusieurs microns de large. La microstructure du composite **SPS_1100_02** se distingue par l'absence du début de formation de ce type de grain et des joints de grains plus fins, caractéristiques du stade initial de frittage. Ainsi**,** ***seule l'interface du composite SPS_1100_02 est considérée comme faible*** tandis que celle du composite ***SPS_1100_10 est considérée comme intermédiaire***. De ce fait, la cohésion d'interface F/M pour ce composite semble forte. ***Ces observations attestent de l'influence prédominante du temps de palier (10 → 2 minutes) sur la température (1150 → 1100 °C) pour le frittage SPS aux températures inférieures à 1200 °C***.

Les essais de flexion sont cohérents avec les analyses de morphologies et microstructurales. ***La relation linéaire du module élastique avec la densité des matériaux composites a été confirmée*****,** tout comme l'adéquation des mesures du module par impulsion ultrasonore et celui déduit des courbes contrainte-déformation acquises par les jauges de déformation. ***Le composite SPS_1150_10 présente un comportement purement linéaire-élastique,*** comparable à celui observé pour les matériaux SPS frittés à 1200 °C mettant en évidence une ***interface F/M forte***. Le composite **SPS_1100_10** montre quant à lui une ***réponse mécanique « hybride ».*** Ce comportement indique que l'interface F/M est suffisamment faible pour permettre l'activation des mécanismes de déviation de fissure, sans que ce mécanisme ne domine lors des premiers stades d'endommagement. Le composite ***SPS_1100_02 se présente ainsi comme le matériau de référence*** puisqu'il permet d'atteindre des niveaux de contrainte supérieurs au composite **PS_1200_60** tout ***en préservant un comportement de tolérance à l'endommagement, lié à une interface F/M faible***.

Dans un second temps, les mesures de flexion 4 points sur des éprouvettes entaillées de composites et de céramiques monolithiques ***n'ont pas mis en évidence d'amélioration de la ténacité par l'ajout des fibres courtes, quels que soit les paramètres de frittage utilisés***. En effet, les ténacités obtenues sont comprises entre 2 et 5 $MPa.m^{1/2}$, gamme de valeurs

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

communément mesurée pour une céramique alumine [135], [136]. Ce comportement indique que l'introduction de fibres courtes millimétriques ne permet pas d'augmenter directement la résistance à l'initiation de fissure. Les mesures du module élastique en température révèlent que ***le comportement élastique du matériau composite de référence SPS_1100_02 C est stable jusqu'à 1150 °C***, température à partir de laquelle sa re-densification est observée. Par ailleurs, la relation linéaire du module élastique (à T_{amb}) avec la densité est maintenue pour les matériaux testés avant et après le traitement thermique à 1300 °C. Enfin, les essais de flexion 4 points en température révèlent que ***la réponse mécanique est faiblement influencée par la température à 700 °C***, tandis ***qu'à 1000 °C***, l'apparition ***d'un domaine pseudo-plastique est associée à la viscosité de la matrice à cette température***. La contrainte maximale est réduite d'environ 18 % et le module d'Young de flexion de 20 % par rapport aux mesures à T_{amb}. Le mode de rupture est quant à lui conservé, signifiant que la cohésion de l'interface F/M est maintenue.

Enfin, dans un troisième temps, de nouveaux matériaux ont été élaborés à partir de fibres plus longues et plus courtes. La réduction significative de la longueur du lot de fibres initiales de 6400 à 1200 µm (ordre de grandeur) révèle les limites du protocole de mise en œuvre pour l'utilisation de fibres plus longues. L'application d'une pression de 100 MPa lors de la mise en forme des pastilles permet d'augmenter la densité des crus et réduit la longueur des fibres à environ 150 µm. ***Le frittage SPS à 1100 °C maintenu pendant 2 minutes semble conduire à une réponse mécanique comparable à celle obtenue pour le composite SPS_1100_10,*** quelle que soit la longueur des fibres. Ce résultat remet en question la maîtrise de l'interface F/M pour le frittage SPS. La réponse mécanique des composites **PS_[1200µm]** (frittage naturel 1200 °C/1 h) conduit à un domaine pseudo-plastique étendu ainsi qu'une rupture progressive, mais à des contraintes maximales inférieures à 30 MPa. Enfin, ***les composites PS_[150µm] se distinguent par des contraintes mécaniques comparables à celles obtenues par SPS, tout en affichant de la reprise d'effort au-delà de 40 MPa.*** Les faciès de rupture de ces matériaux confirment que la déviation de la fissure a bien eu lieu avec des fibres courtes de 150 µm. Ces résultats ***remettent en question la taille millimétrique de la longueur critique l_c pour les CMC oxyde-oxyde suggérée par la littérature*** [81], [82], [100], [103] à partir de l'équation proposée par *Jiang et al* [75]. Il serait plus cohérent d'utiliser la relation proposée par *Fu et al.* [77], tenant compte de la longueur de décohésion la plus longue observée.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Conclusion générale et perspectives

Ces travaux de thèse s'inscrivent dans le contexte de développement de nouveaux matériaux présentant une amélioration des propriétés thermomécaniques par l'ajout de renforts fibreux discontinus (fibres courtes). L'objectif principal était de définir une méthode d'élaboration de composites à matrice céramique à fibres courtes (FC-CMC), dont les propriétés répondent aux exigences croissantes en vue d'applications thermostructurales : contrainte à la rupture atteignant 40 MPa (minimum) et comportement de tolérance à l'endommagement maintenu jusqu'à 1000 °C sous air. Plusieurs paramètres de mise en œuvre ont été étudiés afin d'établir les relations procédé-microstructure-propriétés. L'objectif a donc été de comprendre l'influence de chacun d'entre eux sur la densification du matériau, la qualité des interfaces Fibre/Matrice (F/M) et la réponse mécanique associée.

L'étude bibliographique a mis en lumière le potentiel des FC-CMC pour des applications thermostructurales, en particulier lorsque des petites géométries (plus ou moins complexes) et des propriétés mécaniques isotropes sont recherchées. L'étude des mécanismes d'endommagement des composites oxyde-oxyde (O-CMC) à fibres longues a conduit au choix d'un FC-CMC à porosité contrôlée [25-35 %] et d'interfaces F/M faibles. Cependant, la littérature demeure limitée en ce qui concerne l'utilisation de renforts discontinus dans une matrice céramique, s'agissant des voies d'élaboration envisagées ou concernant la compréhension des mécanismes d'endommagement. Bien que des modèles micromécaniques soient préalablement développés et validés pour les composites à matrice organique (CMO), l'analogie avec les CMC reste difficile compte tenu de la nature des interfaces F/M et des mécanismes de tolérance à l'endommagement très différents. Les quelques références disponibles portant sur l'étude de FC-CMC oxyde-oxyde mettent en évidence que la longueur des renforts et la cohésion à l'interface F/M constituent les paramètres clef pour l'activation des mécanismes de déviation de fissure. L'objectif a donc été d'obtenir une meilleure compréhension des mécanismes d'endommagement des FC-CMC oxyde-oxyde, dans le but d'optimiser leurs propriétés mécaniques et leur intégration future pour des applications thermostructurales jusqu'à 1000 °C sous air.

Inspiré des méthodes d'élaboration traditionnelles des O-CMC à fibres longues et des procédés de mise en forme de CMO à fibres courtes, un protocole de mise en œuvre par voie liquide combiné à un pressage à chaud a été établi. Une étude préliminaire a permis de sélectionner le polyvinylalcool (PVA) comme étant le liant permettant d'obtenir des matériaux FC-CMC (⌀50 mm x 15 mm) homogènes de la meilleure qualité. L'optimisation de la densité des pièces « crues » permet d'atteindre la gamme de porosité de [25-35 %], préconisée par la littérature après un frittage naturel à 1200 °C maintenu pendant 1 heure. Cependant, les caractérisations microstructurales révèlent une proportion importante de macroporosités

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

(défauts microstructuraux), compromettant les performances mécaniques du matériau. C'est pourquoi deux procédés de frittage sous pression ont été étudiés par la suite.

L'utilisation des procédés hot-pressing (HP) et spark plasma sintering (SPS) en parallèle du frittage naturel (pressureless sintering : PS) ont permis de mesurer l'influence du chacun de ces procédés sur les propriétés du FC-CMC. Les frittages par HP et SPS conduisent à une densification accrue des matériaux à 1200 °C et de l'élimination d'une grande partie des défauts microstructuraux. Néanmoins, les observations microstructurales de ces derniers révèlent une réactivité au frittage importante de la matrice avec les fibres, engendrant une interface F/M cohésive. De ce fait, l'ensemble des composites issus des frittages HP ou SPS montrent un comportement linéaire-élastique fragile, n'activant aucun mécanisme de déviation de fissure. Le frittage naturel permet quant à lui de préserver une interface F/M faible et une matrice poreuse permettant la déviation des fissures et la dissipation de l'énergie de propagation. Cependant, la proportion importante de défauts microstructuraux confère à ce matériau des propriétés mécaniques inférieures à l'objectif (une contrainte à la rupture minimale de 40 MPa). La microstructure la plus fine et homogène ayant été obtenue par SPS, les paramètres de ce procédé ont fait l'objet d'une étude approfondie à plus basse température (< 1200 °C).

Cette étude a mis en évidence que le temps de palier était le paramètre le plus influant sur la densification du matériau. Le frittage à 1100 °C avec un temps de palier réduit à deux minutes correspond aux paramètres de frittage SPS optimisés. En effet, l'utilisation de ces paramètres conduit à la réponse mécanique de tolérance d'endommagement désirée, combinée à une amélioration des contraintes maximales. Le matériau obtenu constitue ainsi le composite de référence (SPS_1100_02). L'observation des faciès de rupture a confirmé la présence importante de décohésions fibre/matrice dans le matériau. L'ensemble de ces résultats a permis de mieux comprendre l'influence de chacun des paramètres de frittage SPS sur la microstructure et sur les mécanismes d'endommagement associés.

La caractérisation de la ténacité n'a pas nécessairement montré d'amélioration significative de la ténacité pour les FC-CMC par rapport aux monolithes alumine. Les caractérisations en température ont démontré l'absence de re-densification et le maintien de leurs comportements de tolérance à l'endommagement jusqu'à 1000 °C. La diminution des propriétés mécaniques à 1000 °C est évaluée à environ 20 % par rapport aux essais à température ambiante, conformément à ce qui est décrit pour les CMC à fibres longues. Ces résultats révèlent le potentiel de l'utilisation de ce type de matériau pour des applications thermostructurales sous air sur une gamme de température de 700 à 1000 °C.

Enfin, l'utilisation de fibres plus courtes et plus longues a permis d'évaluer l'effet de leur longueur sur le comportement mécanique du FC-CMC. En premier lieu, le frittage SPS conduit à une réponse mécanique d'un matériau moins tolérant à l'endommagement que celle du matériau de référence, pourtant fritté dans les mêmes conditions. Ce phénomène peut s'expliquer par le fait que le niveau de cohésion de l'interface F/M à partir du procédé soit très

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

sensible à 1100 °C et reste difficile à maîtriser. En second lieu, des frittages naturels ont été menés sur ces nouveaux matériaux. Les résultats obtenus pour les fibres plus longues révèlent un domaine pseudo-plastique élargi et de nombreux mécanismes de déviation de fissure mais des contraintes maximales inférieures à 30 MPa. A l'opposé, la réduction de la longueur des fibres donne lieu à une réponse mécanique de tolérance à l'endommagement tout en conservant des contraintes maximales à la rupture comparables à celles obtenues par frittage SPS, supérieures à 50 MPa. Ce résultat fondamental démontre que les mécanismes de déviation de fissures sont activés malgré l'utilisation de fibres de seulement quelques centaines de microns de longueur. Ces derniers résultats remettent en question la définition de la longueur critique l_c , généralement rapportée entre 1,5 et 10 mm dans la littérature dans le cas des O-CMC.

En conclusion, ces travaux de thèse ont permis de mettre au point un nouveau matériau répondant au cahier des charges défini en introduction : une résistance mécanique supérieure à 40 MPa associée à un comportement de tolérance à l'endommagement, maintenu jusqu'à 1000 °C. Le procédé d'élaboration par moulage donne la possibilité de mettre en forme des pièces avec des géométries de petite taille, difficiles à obtenir à partir de fibres longues.

Les observations microstructurales présentées dans ce mémoire ont permis d'identifier et de différencier les interfaces fibre/matrice en fonction des paramètres de frittage appliqués, mettant en évidence l'influence directe de ces paramètres sur le niveau de cohésion des interfaces. Ces résultats ouvrent la voie à une caractérisation plus fine de la réactivité fibre/matrice, qui pourrait être approfondie par l'utilisation de la microscopie électronique en transmission. De même, des analyses WDS de haute résolution permettraient de statuer sur la potentielle diffusion du silicium (Si) de la fibre vers la matrice à 1200 °C, résultant de la croissance différentielle de la matrice observée au voisinage de fibres.

Les performances mécaniques atteintes (contrainte à rupture supérieure à 60 MPa) à partir du matériau FC-CMC à fibres plus courtes de quelques centaines de microns et par frittage naturel permettent de s'affranchir du procédé SPS ou HP, limités en termes de géométrie de pièce. Une étude plus complète de l'effet de la longueur des fibres permettrait de définir précisément la longueur critique nécessaire au maintien des mécanismes de déviation de fissure permettant ainsi d'optimiser les procédés de mise en œuvre. L'utilisation de fibres plus courtes permettrait notamment d'augmenter la fraction volumique de renfort et ouvrirait également la voie à d'autres procédés de mise en forme, tels que l'injection ou l'impression 3D.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Annexes

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

1. Calcul des ajouts en masse pour la formulation des mélanges monolithiques et composites

Le calcul de la proportion de chacun des constituants d'un mélange est obtenu à partir des masses d'ajouts pour chacun. Pour ces travaux, il a été choisi de fixer les valeurs suivantes :

- Le taux en masse τ_m (%m) de liant (indice l) par rapport à la masse totale M du mélange
- Le taux en volume τ_v (%vol) de charges (indice c) par rapport au volume totale V_{tot} du mélange
- La masse totale M du mélange

Les ajouts en masse sont déterminés à partir des masses volumiques de chacun des constituants à température ambiante sont définies dans le Tableau A 1.

Tableau A 1 : Masses volumiques théoriques des constituants utilisés pour le calcul des ajouts en masse pour l'élaboration des mélanges

Constituants	Masse volumique théorique (g.cm^{-1})
Charge alumine (poudre et fibres)	3,97
Liant PVA	1,27
Liant Epoxy	1,07
Liant Silicone	0,98
Eau déionisée	1,00

La masse volumique ρ en g.cm^{-3} d'un constituant est définie par l'équation suivante :

$$\rho_x = \frac{m_x}{V_x} \qquad \textbf{Equation A 1}$$

avec x, l'indice du constituant (l, c et s correspondant aux indices des constituants *Liant, Charges* et *Solvant* respectivement) et m la masse exprimée en gramme.

Le taux volumique (ou fraction volumique) peut être défini comme suit :

$$\tau_{vx} = \frac{V_x}{V_{tot}} \qquad \textbf{Equation A 2}$$

avec $V_{tot} = V_c + V_s + V_l$

Le taux volumique de charge τ_{vc} peut être exprimé par :

$$\tau_{vc} = \frac{\frac{\boldsymbol{m_c}}{\rho_c}}{\frac{\boldsymbol{m_c}}{\rho_c} + \frac{m_l}{\rho_l} + \frac{m_s}{\rho_s}} \qquad \textbf{Equation A 3}$$

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

En factorisant par m_c et tenant compte que le taux volumique d'un constituant τ_{vx} peut s'exprimer à partir de sa masse m_x et de la masse totale M, τ_{vc} peut s'exprimer comme suit :

$$\tau_{vc} = \frac{\boldsymbol{m_c}}{\boldsymbol{m_c}\left(1 - \frac{\rho_c}{\rho_s}\right) + \frac{\rho_c}{\rho_l} \cdot \tau_{ml} \cdot M + \frac{\rho_c}{\rho_s} \cdot M(1 - \tau_{ml})} \qquad \textbf{Equation A 4}$$

En factorisant l'Equation A 4 par le taux volumique de charge τ_{vc} , il est possible d'exprimer m_c comme suit :

$$\boldsymbol{m_c} = \boldsymbol{m_c} \cdot \tau_{vc}\left(1 - \frac{\rho_c}{\rho_s}\right) + \frac{\rho_c}{\rho_l} \cdot \tau_{ml} \cdot M \cdot \tau_{vc} + \frac{\rho_c}{\rho_s} \cdot M(1 - \tau_{ml})\tau_{vc} \qquad \textbf{Equation A 5}$$

La masse m_c peut désormais être calculée par l'équation suivante à partir des paramètres fixés :

$$\boldsymbol{m_c} = \frac{\rho_c \cdot M \cdot \tau_{vc}\left[\frac{\tau_{ml}}{\rho_l} + \frac{(1 - \tau_{ml})}{\rho_s}\right]}{\left[1 - \tau_{vc}\left(1 - \frac{\rho_c}{\rho_s}\right)\right]} \qquad \textbf{Equation A 6}$$

Le terme m_c correspond à l'ajout massique de charge pour la formulation d'une barbotine d'alumine en fixant la masse totale du mélange, le taux massique de liant et le taux volumique de charges. Cela correspond donc à la masse d'ajout de poudre pour un mélange monolithique.

Pour la formulation d'un mélange composite, c'est-à-dire comportant de la poudre et des fibres comme charges, il est nécessaire de décomposer le terme τ_{vc} par l'addition des termes τ_{vp} et τ_{vf} (fixés par l'opérateur) correspondant au taux volumique de poudre et de fibres respectivement. Le rapport des taux de poudre et de fibres est fixé par le rapport F/P ($\equiv \tau_{vf}/\tau_{vp}$) égal à 1/2. Ensuite, le terme m_c est calculé de la même manière puisque les masses volumiques de la poudre et des fibres sont identiques. De ce fait, le terme m_c correspond à l'ajout massique de la poudre et des fibres. Les termes m_p et m_f, la masse d'ajouts de poudre et de fibres respectivement, sont obtenus en prenant en compte le rapport volumique entre les deux constituants :

$$\boldsymbol{m_p} = \frac{\tau_{vp}}{\tau_{vf}} \qquad \textbf{Equation A 7}$$

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

$$\boldsymbol{m_f} = \frac{\tau_{vf}}{\tau_{vp}} \qquad \textbf{Equation A 8}$$

Enfin, l'ajout massique de liant est défini par le taux massique multiplié par la masse totale du mélange (définie par l'opérateur) et l'ajout massique de solvant est obtenu par différence. Ainsi, à partir de l'Equation A 6, il est possible d'obtenir les masses d'ajout de chacun des constituants à partir des quatre paramètres (τ_{vp}, τ_{vf}, τ_{ml} et M) fixés par l'opérateur.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Références bibliographiques

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

[1] Y. Legerstee, « Caractérisation et modélisation du comportement thermomécanique de composites à matrice céramique renforcés par des fibres courtes », PhD Thesis, Université de Bordeaux, 2022.

[2] G. CAMUS, C. LORRETTE, R. PAILLER, F. REBILLAT, B. REIGNIER, et F. TEYSSANDIER, « Matériaux composites à matrice céramique et à renfort par fibres longues », *Techniques de l'ingénieur Céramiques : propriétés et élaboration*, vol. base documentaire : TIB578DUO., nº ref. article : n4803. Editions T.I., 2016. doi: 10.51257/a-v2-n4803.

[3] S. Benmedakhene *et al.*, « Livre blanc CMC - Les composites à matrice céramique : un domaine d'excellence en France », 2023. [En ligne]. Disponible sur: https://gdr-cmc2.cnrs.fr/

[4] C. Bach, F. Wehner, et J. Sieder-Katzmann, « Investigations on an all-oxide ceramic composites based on Al2O3 fibres and alumina–zirconia matrix for application in liquid rocket engines », *Aerospace*, vol. 9, nº 11, p. 684, 2022.

[5] A. Débarre, « Comportement mécanique à haute température d'un composite alumine/alumine », Theses, Université Paris sciences et lettres, 2021. [En ligne]. Disponible sur: https://pastel.hal.science/tel-03608646

[6] G. Puchas, S. Möckel, et W. Krenkel, « Novel prepreg manufacturing process for oxide fiber composites », *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 40, nº 15, p. 5930-5941, 2020.

[7] W.-C. Tu, F. F. Lange, et A. G. Evans, « Concept for a Damage-Tolerant Ceramic Composite with "Strong" Interfaces », *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 79, nº 2, Art. nº 2, 1996, doi: https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1996.tb08138.x.

[8] K. A. Keller, G. Jefferson, et R. J. Kerans, « Oxide–Oxide Composites », in *Ceramic Matrix Composites*, John Wiley & Sons, Ltd, 2014, p. 236-272. doi: https://doi.org/10.1002/9781118832998.ch8.

[9] S. Schmidt, S. Beyer, H. Immich, H. Knabe, R. Meistring, et A. Gessler, « Ceramic matrix composites: a challenge in space-propulsion technology applications », *Int. J. Appl. Ceram. Technol.*, vol. 2, nº 2, p. 85-96, 2005.

[10] T. E. Steyer, « Shaping the future of ceramics for aerospace applications », *Int. J. Appl. Ceram. Technol.*, vol. 10, nº 3, p. 389-394, 2013.

[11] N. Khatavkar et K. Balasubramanian, « Composite materials for supersonic aircraft radomes with ameliorated radio frequency transmission-a review », *RSC Adv.*, vol. 6, nº 8, p. 6709-6718, 2016.

[12] A. Nag, R. R. Rao, et P. K. Panda, « High temperature ceramic radomes (HTCR) – A review », *Ceram. Int.*, vol. 47, nº 15, p. 20793-20806, 2021, doi: https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2021.04.203.

[13] G. BOITIER et J.-L. Chermant, « Les composites à matrices céramiques : Nécessité d'une approche science des matériaux multi-échelle et multi-technique », 2002.

[14] N. P. Bansal, Éd., *Handbook of Ceramic Composites*. Boston, MA: Springer US, 2005. doi: 10.1007/b104068.

[15] J. CINQUIN, « Les composites en aérospatiale », *Techniques de l'ingénieur Systèmes aéronautiques et spatiaux*, vol. base documentaire : TIP603WEB., nº ref. article : am5645. Editions T.I., 2002. doi: 10.51257/a-v1-am5645.

[16] S. Shrivastava, D. K. Rajak, T. Joshi, D. K. Singh, et D. Mondal, « Ceramic Matrix Composites: Classifications, Manufacturing, Properties, and Applications », *Ceramics*, vol. 7, nº 2, p. 652-679, 2024.

[17] A. Débarre, A. Julian-Jankowiak, M. Parlier, Y. Renollet, G. Pujol, et M. Boussuge, « Effect of temperature on the mechanical behaviour of an oxide/oxide composite », *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 42, nº 15, p. 7149-7156, 2022, doi: https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2022.08.002.

[18] R. Jiang, X. Sun, H. Liu, Y. Liu, et W. Mao, « Microstructure and mechanical properties improvement of the Nextel™ 610 fiber reinforced alumina composite », *J. Eur. Ceram.*

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Soc., vol. 41, nº 10, p. 5394-5399, 2021, doi: https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2021.04.031.

[19] A. Scola, N. Eberling-Fux, S. Turenne, et E. Ruiz, « New liquid processing of oxide/oxide 3D wowen ceramic matrix composites », *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 102, nº 6, Art. nº 6, 2019.

[20] F. Boutenel, « Comportement d'une matrice alumine-silice au cours de l'élaboration de composites à matrice céramique oxyde/oxyde », IMT – École Nationale Supérieure des Mines d'Albi-Carmaux, Albi, 2020.

[21] R. S. Hay, K. A. Keller, L. P. Zawada, N. S. Jacobson, et G. E. Fair, « Degradation of Nextel™ 610-based oxide-oxide ceramic composites by aluminum oxychloride decomposition products », *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 101, nº 9, Art. nº 9, 2018, doi: https://doi.org/10.1111/jace.15573.

[22] C. B. Ramdane *et al.*, « Microstructure and mechanical behaviour of a Nextel™610/alumina weak matrix composite subjected to tensile and compressive loadings », *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 37, nº 8, Art. nº 8, 2017, doi: https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2017.02.042.

[23] H. Li *et al.*, « Preparation and characterization of Nextel 720/alumina ceramic matrix composites via an improved prepreg process », *Int. J. Appl. Ceram. Technol.*, vol. 19, nº 4, Art. nº 4, 2022, doi: https://doi.org/10.1111/ijac.14037.

[24] N. P. Bansal et J. Lamon, *Ceramic matrix composites: materials, modeling and technology*. John Wiley & Sons, 2014.

[25] C. Billotte, E. R. Fotsing, et E. Ruiz, « Optimization of alumina slurry for oxide-oxide ceramic composites manufactured by injection molding », *Adv. Mater. Sci. Eng.*, vol. 2017, 2017.

[26] C. G. Levi, J. Y. Yang, B. J. Dalgleish, F. W. Zok, et A. G. Evans, « Processing and Performance of an All-Oxide Ceramic Composite », *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 81, nº 8, p. 2077-2086, 1998, doi: https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1998.tb02590.x.

[27] F. W. Zok, « Developments in oxide fiber composites », *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 89, nº 11, Art. nº 11, 2006.

[28] M. Schmücker et P. Mechnich, « Improving the microstructural stability of Nextel™ 610 alumina fibers embedded in a porous alumina matrix », *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 93, nº 7, p. 1888-1890, 2010.

[29] R. Cass, G. Eadon, et P. Wentzel, « Processing and Properties of Fiber Reinforced Barium Aluminosilicate Composites for High Temperature Radomes », in *Mechanical Properties and Processing of Ceramic Binary, Ternary, and Composite Systems: Ceramic Engineering and Science Proceedings, Volume 29, Issue 2*, John Wiley & Sons, Ltd, 2008, p. 179-187. doi: https://doi.org/10.1002/9780470456361.ch17.

[30] K. Ramachandran, J. C. Bear, et D. D. Jayaseelan, « Oxide-Based Ceramic Matrix Composites for High-Temperature Environments: A Review », *Adv. Eng. Mater.*, p. 2402000, 2025, doi: https://doi.org/10.1002/adem.202402000.

[31] H. tradmark ExxonMobil Corporation et N. 3M Company, Éd., « 3M™ Nextel™Ceramic Fibers and Textiles Technical Reference Guide ». 2021. [En ligne]. Disponible sur: www.3M.com/Nextel

[32] T. E. Wood, D. M. Wilson, et H. G. Sowman, « Microcrystalline alumina-based ceramic articles », US5185299A, 9 février 1993 Consulté le: 17 novembre 2024. [En ligne]. Disponible sur: https://patents.google.com/patent/US5185299A/en

[33] M. Schmücker et P. Mechnich, « Microstructural coarsening of Nextel™ 610 fibers embedded in alumina-based matrices », *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 91, nº 4, p. 1306-1308, 2008, doi: https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2007.02236.x.

[34] Ch. Lesniewski, C. Aubin, et A. R. Bunsell, « Property-structure characterisation of a continuous fine alumina-silica fibre », *Compos. Sci. Technol.*, vol. 37, nº 1, p. 63-78, janv. 1990, doi: 10.1016/0266-3538(90)90093-K.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

[35] J. C. Goldsby, H. M. Yun, G. N. Morscher, et J. A. DiCarlo, « Annealing effects on creep of polycrystalline alumina-based fibers », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 242, nº 1, p. 278-283, févr. 1998, doi: 10.1016/S0921-5093(97)00537-6.
[36] N. 3M, « 3M™ Nextel™ Ceramic Fibers and Textiles Technical Reference Guide ».
[37] A. G. Evans et D. B. Marshall, « Overview no. 85: The mechanical behavior of ceramic matrix composites », *Acta Metall.*, vol. 37, nº 10, p. 2567-2583, 1989, doi: https://doi.org/10.1016/0001-6160(89)90291-5.
[38] R. R. Naslain, « The design of the fibre-matrix interfacial zone in ceramic matrix composites », *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 29, nº 9, p. 1145-1155, 1998, doi: https://doi.org/10.1016/S1359-835X(97)00128-0.
[39] M.-Y. He et J. W. Hutchinson, « Crack deflection at an interface between dissimilar elastic materials », *Int. J. Solids Struct.*, vol. 25, nº 9, p. 1053-1067, 1989, doi: https://doi.org/10.1016/0020-7683(89)90021-8.
[40] A. G. Evans, F. W. Zok, et T. J. Mackin, « Chapter 1 - The structural performance of ceramic matrix composites », in *High Temperature Mechanical Behaviour of Ceramic Composites*, S. V. Nair et K. Jakus, Éd., Newton: Butterworth-Heinemann, 1995, p. 3-84. doi: https://doi.org/10.1016/B978-075069399-8/50002-5.
[41] R. W. Rice, « BN coating of ceramic fibers for ceramic fiber composites », 10 février 1987
[42] A. Daniel et M. Lewis, « Measurement of interfacial micromechanics in fibre reinforced ceramic matrix composites », in *Proceedings of the 17th Annual Conference on Composites and Advanced Ceramic Materials: Ceramic Engineering and Science Proceedings*, Wiley Online Library, 1993, p. 131-138.
[43] M. Lewis, A. Daniel, et M. Cain, « Interface characterisation using an SEM-based micro-indentor », *MRS Online Proc. Libr. OPL*, vol. 365, p. 269, 1994.
[44] J. B. Davis, J. P. Löfvander, A. G. Evans, E. Bischoff, et M. L. Emiliani, « Fiber coating concepts for brittle-matrix composites », *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 76, nº 5, p. 1249-1257, 1993.
[45] M. Schmücker et H. Schneider, « WHIPOX All Oxide Ceramic Matrix Composites », in *Handbook of Ceramic Composites*, N. P. Bansal, Éd., Boston, MA: Springer US, 2005, p. 423-435. doi: 10.1007/0-387-23986-3_17.
[46] D. C. Lam, F. F. Lange, et A. G. Evans, « Mechanical properties of partially dense alumina produced from powder compacts », *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 77, nº 8, p. 2113-2117, 1994, doi: https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1994.tb07105.x.
[47] D. J. Green, R. Brezny, et C. Nader, « The elastic behavior of partially-sintered materials », *MRS Online Proc. Libr. OPL*, vol. 119, p. 43, 1988.
[48] K. K. Phani et S. Niyogi, « Elastic modulus-porosity relation in polycrystalline rare-earth oxides », *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 70, nº 12, p. C-362, 1987.
[49] F. W. Zok et C. G. Levi, « Mechanical Properties of Porous-Matrix Ceramic Composites », *Adv. Eng. Mater.*, vol. 3, nº 1-2, Art. nº 1-2, 2001, doi: https://doi.org/10.1002/1527-2648(200101)3:1/2<15::AID-ADEM15>3.0.CO;2-A.
[50] P. E. D. Morgan et D. B. Marshall, « Ceramic Composites of Monazite and Alumina », *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 78, nº 6, p. 1553-1563, 1995, doi: https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1995.tb08851.x.
[51] K. A. Keller, T.-I. Mah, T. A. Parthasarathy, E. E. Boakye, P. Mogilevsky, et M. K. Cinibulk, « Effectiveness of monazite coatings in oxide/oxide composites after long-term exposure at high temperature », *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 86, nº 2, p. 325-332, 2003, doi: https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.2003.tb00018.x.
[52] K. A. Keller, T.-I. Mah, T. A. Parthasarathy, et C. M. Cooke, « Fugitive Interfacial Carbon Coatings for Oxide/Oxide Composites », *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 83, nº 2, p. 329-336, 2000, doi: https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.2000.tb01194.x.
[53] J. H. Weaver, J. Yang, C. G. Levi, F. W. Zok, et J. B. Davis, « A method for coating fibers in oxide composites », *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 90, nº 4, p. 1331-1333, 2007.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

[54] N. Carrère, E. Martin, et J. Lamon, « The influence of the interphase and associated interfaces on the deflection of matrix cracks in ceramic matrix composites », *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 31, nº 11, p. 1179-1190, 2000, doi: https://doi.org/10.1016/S1359-835X(00)00095-6.
[55] R. E. Tressler, « Recent developments in fibers and interphases for high temperature ceramic matrix composites », *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 30, nº 4, p. 429-437, 1999, doi: https://doi.org/10.1016/S1359-835X(98)00131-6.
[56] J. H. Weaver, J. Rannou, M. A. Mattoni, et F. W. Zok, « Interface properties in a porous-matrix oxide composite », *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 89, nº 9, p. 2869-2873, 2006, doi: https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2006.01162.x.
[57] Michael L. Hand, « Exhaust washed structure and associated composite structure and method of fabrication »
[58] N. E. Prasad et R. J. H. Wanhill, Éd., *Aerospace Materials and Material Technologies*. in Indian Institute of Metals Series. Singapore: Springer, 2017. doi: 10.1007/978-981-10-2134-3.
[59] V. Heng, R. A. D. Jr, S. Saragosa, E. Chu, C. G. Levi, et F. W. Zok, « Oxide-based ceramic matrix composites », US20100081556A1, 1 avril 2010 Consulté le: 20 novembre 2024. [En ligne]. Disponible sur: https://patents.google.com/patent/US20100081556A1/en%E2%80%8B%E2%80%8B%E2%80%8B
[60] R. A. Jurf et S. C. Butner, « Advances in Oxide-Oxide CMC », *J. Eng. Gas Turbines Power*, vol. 122, nº 2, Art. nº 2, janv. 2000, doi: 10.1115/1.483195.
[61] P. Guglielmi, G. F. Nunes, M. Hablitzel, D. Hotza, et R. Janssen, « Production of Oxide Ceramic Matrix Composites by a Prepreg Technique », *Mater. Sci. Forum*, vol. 727-728, p. 556-561, août 2012, doi: 10.4028/www.scientific.net/MSF.727-728.556.
[62] Z. P. Konopaske, K. S. Read, et A. J. Lazur, « Binder for Ceramic Matrix Composite Preforms and Associated Methods », US20230192558A1, juin 2023 [En ligne]. Disponible sur: https://patents.google.com/patent/US20230192558A1/en
[63] T. Wamser, S. Scheler, et W. Krenkel, « Composite ceramic bodies and method for their manufacture ». World Intellectual Property Organization, avril 2016. [En ligne]. Disponible sur: httpspatentscope.wipo.intsearchendetail.jsfdocId=WO2016016388
[64] B. Kanka et H. Schneider, « Aluminosilicate fiber/mullite matrix composites with favorable high-temperature properties », *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 20, nº 5, Art. nº 5, mai 2000, doi: 10.1016/S0955-2219(99)00260-5.
[65] A. Saintonge *et al.*, « Hexacelsian slurry development for 2D woven alumina fiber impregnation in CMC fabrication », *Open Ceram.*, vol. 19, p. 100633, 2024, doi: https://doi.org/10.1016/j.oceram.2024.100633.
[66] A. Scola, « ÉTude du Procédé d'injection Flexible Pour le Moulage Par Voie Liquide de Composites a Matrice Céramique Oxyde_oxyde.pdf », Montréal, Canada, 2018.
[67] W. Pritzkow, « Industrial application of all oxide ceramic matrix composites », *Ceram. Matrix Compos. II Sci. Technol. Mater. Des. Appl. Perform. Integr.*, nov. 2022, [En ligne]. Disponible sur: https://dc.engconfintl.org/cmcii/51
[68] A. Saintonge, « Élaboration d'un composite oxyde/oxyde à matrice d'aluminosilicate de baryum et fibres d'alumine », Theses, Université de Bordeaux, 2024. [En ligne]. Disponible sur: https://theses.hal.science/tel-04876820
[69] S. T. Gonczy, « Federal Aviation Administration (FAA) airworthiness certification for ceramic matrix composite components in civil aircraft systems », *MATEC Web Conf.*, vol. 29, p. 00002, 2015, doi: 10.1051/matecconf/20152900002.
[70] S.-Y. Fu et B. Lauke, « Effects of fiber length and fiber orientation distributions on the tensile strength of short-fiber-reinforced polymers », *Compos. Sci. Technol.*, vol. 56, nº 10, p. 1179-1190, 1996, doi: https://doi.org/10.1016/S0266-3538(96)00072-3.
[71] P. Mangalgiri, « Polymer-matrix composites for high-temperature applications », *Def. Sci. J.*, vol. 55, nº 2, p. 175, 2005.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

[72] S. Mortazavian et A. Fatemi, « Fatigue behavior and modeling of short fiber reinforced polymer composites: A literature review », *Int. J. Fatigue*, vol. 70, p. 297-321, 2015, doi: https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2014.10.005.
[73] Z. Yang, Z. Yang, H. Chen, et W. Yan, « 3D printing of short fiber reinforced composites via material extrusion: Fiber breakage », *Addit. Manuf.*, vol. 58, p. 103067, 2022.
[74] S. H. R. Sanei et D. Popescu, « 3D-printed carbon fiber reinforced polymer composites: a systematic review », *J. Compos. Sci.*, vol. 4, nº 3, p. 98, 2020.
[75] L. Jiang, Y. Zhou, et F. Jin, « Design of short fiber-reinforced thermoplastic composites: A review », *Polym. Compos.*, vol. 43, nº 8, p. 4835-4847, 2022.
[76] N. Sato, T. Kurauchi, S. Sato, et O. Kamigaito, « Microfailure behaviour of randomly dispersed short fibre reinforced thermoplastic composites obtained by direct SEM observation », *J. Mater. Sci.*, vol. 26, p. 3891-3898, 1991.
[77] S.-Y. Fu, B. Lauke, E. Mäder, C.-Y. Yue, et X. Hu, « Tensile properties of short-glass-fiber- and short-carbon-fiber-reinforced polypropylene composites », *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 31, nº 10, p. 1117-1125, 2000, doi: https://doi.org/10.1016/S1359-835X(00)00068-3.
[78] A. Kelly et W. R. Tyson, « Tensile properties of fibre-reinforced metals: Copper/tungsten and copper/molybdenum », *J. Mech. Phys. Solids*, vol. 13, nº 6, p. 329-350, 1965, doi: https://doi.org/10.1016/0022-5096(65)90035-9.
[79] R. Joffe, J. Andersons, et L. Wallström, « Strength and adhesion characteristics of elementary flax fibres with different surface treatments », *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 34, nº 7, p. 603-612, 2003.
[80] D. Wilson et L. Visser, « High performance oxide fibers for metal and ceramic composites », *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 32, nº 8, p. 1143-1153, 2001, doi: https://doi.org/10.1016/S1359-835X(00)00176-7.
[81] Ch. Zuber et B. Heidenreich, « Development of a Net Shape Manufacturing Method for Ventilated Brake Discs in Single Piece Design », *Mater. Werkst.*, vol. 37, nº 4, p. 301-308, 2006, doi: https://doi.org/10.1002/mawe.200600996.
[82] T. Liensdorf, N. Langhof, et W. Krenkel, « Mechanical properties of PEEK-derived C/SiC composites with different fiber lengths », *Adv. Eng. Mater.*, vol. 21, nº 5, p. 1800835, 2019.
[83] G. NAVARRE, « Etude des mécanisme d'endommagement et de rupture des matériaux composites à fibres et à matrice céramiques », INSA Lyon, lyon, 1990.
[84] M. Sutcu, « Weibull statistics applied to fiber failure in ceramic composites and work of fracture », *Acta Metall.*, vol. 37, nº 2, p. 651-661, 1989, doi: https://doi.org/10.1016/0001-6160(89)90249-6.
[85] W. Krenkel, S. Flauder, et G. Puchas, « Short Fiber Ceramic Matrix Composites (SF-CMCs) », in *Encyclopedia of Materials: Technical Ceramics and Glasses*, M. Pomeroy, Éd., Oxford: Elsevier, 2021, p. 260-276. doi: https://doi.org/10.1016/B978-0-12-818542-1.00071-0.
[86] W. Krenkel, B. Heidenreich, et R. Renz, « C/C-SiC composites for advanced friction systems », *Adv. Eng. Mater.*, vol. 4, nº 7, p. 427-436, 2002, doi: https://doi.org/10.1002/1527-2648(20020717)4:7<427::AID-ADEM427>3.0.CO;2-C.
[87] H. Ahmad, J. Stiller, E. Päßler, D. Nestler, L. Kroll, et G. Wagner, « Properties of C/C-SiC composites produced via transfer moulding and inner siliconization », *Int. J. Appl. Ceram. Technol.*, vol. 17, nº 5, p. 2137-2146, 2020.
[88] N. Nier *et al.*, « Evaluation of the moulding process for production of short-fibre-reinforced C/C-SiC composites », *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 40, nº 4, p. 1057-1066, 2020.
[89] J. Stiller *et al.*, « Modification of the thermoset injection moulding process for shaping to increase the fibre length in C/C-SiC ceramics produced by the LSI process », *Key Eng. Mater.*, vol. 809, p. 153-160, 2019.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

[90] J.-M. Hausherr, M. Eitel, et W. Krenkel, « Determination of material properties for short fibre reinforced C/C-SiC », in *MATEC Web of Conferences*, EDP Sciences, 2015, p. 00005.
[91] F. Ye, L. Liu, et L. Huang, « Fabrication and mechanical properties of carbon short fiber reinforced barium aluminosilicate glass–ceramic matrix composites », *Compos. Sci. Technol.*, vol. 68, nº 7-8, p. 1710-1717, 2008.
[92] S. Guicciardi, L. Silvestroni, M. Nygren, et D. Sciti, « Microstructure and Toughening Mechanisms in Spark Plasma-Sintered ZrB2 Ceramics Reinforced by SiC Whiskers or SiC-Chopped Fibers », *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 93, nº 8, p. 2384-2391, 2010, doi: https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2010.03730.x.
[93] S. Mishra, R. Mitra, et M. Vijayakumar, « Structure and properties of short fibre reinforced silica matrix composite foams », *Ceram. Int.*, vol. 35, nº 8, p. 3111-3116, 2009.
[94] R. Russell-Floyd *et al.*, « Application of sol-gel processing techniques for the manufacture of fiber-reinforced ceramics », *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 76, nº 10, p. 2635-2643, 1993.
[95] M. Böttcher, D. Nestler, J. Stiller, et L. Kroll, « Injection moulding of oxide ceramic matrix composites: comparing two feedstocks », *Key Eng. Mater.*, vol. 809, p. 140-147, 2019, doi: https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.809.140.
[96] A. Hadian, J. Duckek, A. Parrilli, A. Liersch, et F. Clemens, « Additive Manufacturing of Fiber-Reinforced Zirconia-Toughened Alumina Ceramic Matrix Composites by Material Extrusion-Based Technology », *Adv. Eng. Mater.*, vol. 26, nº 18, Art. nº 18, 2024, doi: 10.1002/adem.202302158.
[97] R. Malik, S. Zhou, Z. L. Li, O. G. Diaz, F. Bouville, et E. Saiz, « Direct ink writing of alumina-fiber reinforced alumina-matrix composites: Processing and mechanical behavior », *Addit. Manuf.*, vol. 99, p. 104671, 2025, doi: https://doi.org/10.1016/j.addma.2025.104671.
[98] D. Nötzel et T. Hanemann, « New feedstock system for fused filament fabrication of sintered alumina parts », *Materials*, vol. 13, nº 19, p. 4461, 2020.
[99] J. Winkelbauer, G. Puchas, S. Schafföner, et W. Krenkel, « Short fiber-reinforced oxide fiber composites », *Int. J. Appl. Ceram. Technol.*, vol. 19, nº 2, Art. nº 2, 2022, doi: https://doi.org/10.1111/ijac.13931.
[100] J. Winkelbauer, G. Puchas, W. Krenkel, et S. Schafföner, « Short fiber spraying process of all-oxide ceramic matrix composites: A parameter study », *Int. J. Appl. Ceram. Technol.*, vol. 20, nº 2, p. 754-767, 2023, doi: https://doi.org/10.1111/ijac.14196.
[101] S.-Y. Fu, B. Lauke, et Y.-W. Mai, *Science and engineering of short fibre-reinforced polymer composites*. Woodhead Publishing, 2019.
[102] S.-Y. Fu et B. Lauke, « Effects of fiber length and fiber orientation distributions on the tensile strength of short-fiber-reinforced polymers », *Compos. Sci. Technol.*, vol. 56, nº 10, p. 1179-1190, 1996, doi: https://doi.org/10.1016/S0266-3538(96)00072-3.
[103] J. Winkelbauer, G. Puchas, S. Schafföner, et W. Krenkel, « Short fiber-reinforced oxide fiber composites », *Int. J. Appl. Ceram. Technol.*, vol. 19, nº 2, p. 1136-1147, 2022, doi: https://doi.org/10.1111/ijac.13931.
[104] T. E. Wood, D. M. Wilson, et H. G. Sowman, « Microcrystalline Alumina-base ceramic articles », US5185299A, février 1993 [En ligne]. Disponible sur: https://patentimages.storage.googleapis.com/5c/5c/d3/55d863587df5a9/US5185299.pdf
[105] W. E. C. Pritzkow, R. S. M. Almeida, L. B. Mateus, K. Tushtev, et K. Rezwan, « All-oxide ceramic matrix composites (OCMC) based on low cost 3M Nextel™ 610 fabrics », *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 41, nº 5, p. 3177-3187, 2021, doi: https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2020.05.070.
[106] J. Lincoln, B. Jackson, A. Barnes, A. Beaber, et L. Visser, « Oxide-oxide ceramic matrix composites-enabling widespread industry adoption », *Adv. High Temp. Ceram. Matrix*

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Compos. Mater. Sustain. Dev. Ceram. Trans., vol. 263, p. 401-412, 2017, doi: https://doi.org/10.1002/9781119407270.ch38.

[107] M. Schatzmann, G. R. Bezzola, H.-E. Minor, et P. Fischer, « The ball measuring system—a new method to determine debris flow rheology », *Debris-Flow Hazards Mitig. Mech. Predict. Assess.*, p. 10-12, 2003.

[108] S. Valette, « Techniques de caractérisation des céramiques », *Techniques de l'ingénieur Verres et céramiques*, vol. base documentaire : TIP589WEB., nº ref. article : n4806. Editions T.I., 2015. doi: 10.51257/a-v1-n4806.

[109] J. Ruste, « Microscopie électronique à balayage Principe et équipement », *Techniques de l'ingénieur Techniques d'analyse*, vol. base documentaire : TIP630WEB., nº ref. article : p865. Editions T.I., 2013. doi: 10.51257/a-v3-p865.

[110] AFNOR, « NF EN ISO 17138:2022 – Céramiques techniques : Propriétés mécaniques des composites céramiques à température ambiante – Détermination de la résistance en flexion ». Association Française de Normalisation (AFNOR), Paris, France, 2022. [En ligne]. Disponible sur: https://www.boutique.afnor.org/fr-fr/norme/nf-en-iso-17138/ceramiques-techniques-proprietes-mecaniques-des-composites-ceramiques-a-tem/fa201243/323430

[111] AFNOR, « Méthodes d'essai pour produits réfractaires — Partie 1 : Détermination du module d'Young dynamique par excitation de vibration par impulsion », nº NF EN ISO 12680-1. Association Française de Normalisation, Paris, France, 2007.

[112] F. W. Zok et C. G. Levi, « Mechanical properties of porous-matrix ceramic composites », *Adv. Eng. Mater.*, vol. 3, nº 1-2, p. 15-23, 2001, doi: https://doi.org/10.1002/1527-2648(200101)3:1/2<15::AID-ADEM15>3.0.CO;2-A.

[113] M. A. Mattoni, J. Y. Yang, C. G. Levi, et F. W. Zok, « Effects of matrix porosity on the mechanical properties of a porous-matrix, all-oxide ceramic composite », *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 84, nº 11, p. 2594-2602, 2001, doi: https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.2001.tb01059.x.

[114] C. Billotte, E. R. Fotsing, et E. Ruiz, « Optimization of alumina slurry for oxide-oxide ceramic composites manufactured by injection molding », *Adv. Mater. Sci. Eng.*, vol. 2017, 2017.

[115] A. Scola, N. Eberling-Fux, S. Turenne, et E. Ruiz, « New liquid processing of oxide/oxide 3D wowen ceramic matrix composites », *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 102, nº 6, p. 3256-3268, 2019.

[116] P. Lefort, « Céramiques Caractéristiques et technologies », *Techniques de l'ingénieur Verres et céramiques*, vol. base documentaire : TIP589WEB., nº ref. article : n4811. Editions T.I., 2018. doi: 10.51257/a-v1-n4811.

[117] S. Baklouti, J. Bouaziz, T. Chartier, et J.-F. Baumard, « Binder burnout and evolution of the mechanical strength of dry-pressed ceramics containing poly(vinyl alcohol) », *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 21, nº 8, p. 1087-1092, 2001, doi: https://doi.org/10.1016/S0955-2219(00)00305-8.

[118] S. Li, Y. Zhang, J. Han, et Y. Zhou, « Effects of random chopped fiber on the flexural strength and toughness of reaction bonded silicon carbide composite », *Ceram. Int.*, vol. 38, nº 6, p. 4695-4699, 2012, doi: https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2012.02.053.

[119] Dunn, Coley, et Duncalf, « Thermal decomposition of polyvinyl alcohol. In Properties and Application of Polyvinyl (alcohol) », 1968.

[120] J.-L. Shie, Y.-H. Chen, C.-Y. Chang, J.-P. Lin, D.-J. Lee, et C.-H. Wu, « Thermal pyrolysis of poly (vinyl alcohol) and its major products », *Energy Fuels*, vol. 16, nº 1, p. 109-118, 2002.

[121] P. Somasundaran, S. C. Mehta, et P. Purohit, « Silicone emulsions », *Adv. Colloid Interface Sci.*, vol. 128-130, p. 103-109, 2006, doi: https://doi.org/10.1016/j.cis.2006.11.023.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

[122] G. Camino, S. M. Lomakin, et M. Lazzari, « Polydimethylsiloxane thermal degradation. Part 1. Kinetic aspects », *Polymer*, vol. 42, p. 2395-2402, août 2000, doi: 10.1016/S0032-3861(00)00652-2.
[123] J. Wang *et al.*, « Detailed insights of polydimethylsiloxane (PDMS) degradation mechanism via ReaxFF MD and experiments », *Chem. Eng. J.*, vol. 488, p. 150728, mars 2024, doi: 10.1016/j.cej.2024.150728.
[124] N. Louet, « Influence du dopage à la silice ou à l'oxyde de calcium sur le frittage et sur l'évolution microstructurale d'une alumine-alpha ultra pure », 2003.
[125] C. G. Levi, J. Y. Yang, B. J. Dalgleish, F. W. Zok, et A. G. Evans, « Processing and performance of an all-oxide ceramic composite », *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 81, nº 8, p. 2077-2086, 1998, doi: https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1998.tb02590.x.
[126] T. Ostrowski et J. Rödel, « Evolution of mechanical properties of porous alumina during free sintering and hot pressing », *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 82, nº 11, p. 3080-3086, 1999.
[127] Z. Shen, M. Johnsson, Z. Zhao, et M. Nygren, « Spark plasma sintering of alumina », *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 85, nº 8, p. 1921-1927, 2002, doi: https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.2002.tb00381.x.
[128] D. Salamon et Z. Shen, « Pressure-less spark plasma sintering of alumina », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 475, nº 1-2, p. 105-107, 2008, doi: https://doi.org/10.1016/j.msea.2007.01.162.
[129] M. Schmücker et P. Mechnich, « Improving the microstructural stability of Nextel™ 610 alumina fibers embedded in a porous alumina matrix », *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 93, nº 7, p. 1888-1890, 2010, doi: https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2010.03658.x.
[130] A. G. Evans, F. W. Zok, et J. Davis, « The role of interfaces in fiber-reinforced brittle matrix composites », *Compos. Sci. Technol.*, vol. 42, nº 1, p. 3-24, 1991, doi: https://doi.org/10.1016/0266-3538(91)90010-M.
[131] F. W. Zok, « Developments in oxide fiber composites », *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 89, nº 11, p. 3309-3324, 2006, doi: https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2006.01342.x.
[132] W. D. Kingery et M. Berg, « Study of the Initial stages of sintering solids by viscous flow, evaporation–condensation, and self-diffusion », *J. Appl. Phys.*, vol. 26, nº 10, p. 1205-1212, 1955, doi: 10.1063/1.1721874.
[133] R. M. German, *Sintering Theory and Practice*. Wiley-Interscience, 1996.
[134] M. Guazzato, M. Albakry, S. P. Ringer, et M. V. Swain, « Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part I. Pressable and alumina glass-infiltrated ceramics », *Dent. Mater.*, vol. 20, nº 5, p. 441-448, 2004, doi: https://doi.org/10.1016/j.dental.2003.05.003.
[135] AFNOR, « NF EN ISO 15732:2005 – Céramiques techniques : Méthode d'essai de ténacité à la rupture des céramiques monolithiques à température ambiante (méthode SEPB) ». Association Française de Normalisation (AFNOR), Paris, France, 2005. [En ligne]. Disponible sur: https://www.boutique.afnor.org/fr-fr/norme/nf-en-iso-15732/ceramiques-techniques-methode-dessai-de-tenacite-a-la-rupture-des-ceramique/fa113315/25967
[136] D. Kovar, S. J. Bennison, et M. J. Readey, « Crack stability and strength variability in alumina ceramics with rising toughness-curve behavior », *Acta Mater.*, vol. 48, nº 2, p. 565-578, 2000, doi: https://doi.org/10.1016/S1359-6454(99)00350-X.
[137] M. Born et K. Huang, *Dynamical Theory Of Crystal Lattices*. Oxford University Press, 1996. doi: 10.1093/oso/9780192670083.001.0001.
[138] J. Wachtman Jr, W. Tefft, D. Lam Jr, et C. Apstein, « Exponential temperature dependence of Young's modulus for several oxides », *Phys. Rev.*, vol. 122, nº 6, p. 1754, 1961.
[139] A. Débarre, A. Julian-Jankowiak, M. Parlier, Y. Renollet, G. Pujol, et M. Boussuge, « Effect of temperature on the mechanical behaviour of an oxide/oxide composite », *J.*

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

Eur. Ceram. Soc., vol. 42, nº 15, p. 7149-7156, 2022, doi: https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2022.08.002.
[140] D. M. Wilson, « Statistical tensile strength of NextelTM 610 and NextelTM 720 fibres », 1997.

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés

FOLIO ADMINISTRATIF

THESE DE L'UNIVERSITE DE LYON OPEREE AU SEIN DE L'INSA LYON

NOM : LEGALLOIS DATE de SOUTENANCE : 20 mars 2026

Prénoms : Ulysse

TITRE : Développement et caractérisation de composites à matrice céramique à fibres courtes

Numéro d'ordre : 2026ISAL0021

NATURE : **Doctorat**
École Doctorale : **Matériaux de Lyon**

Spécialité : **Matériaux**

RÉSUMÉ :

Les composites à matrice céramique (CMC) font l'objet de nombreuses études depuis les années 1990 et sont utilisés pour de nombreuses applications thermostructurales. En effet, la nature de ces matériaux permet de leur conférer une excellente stabilité thermique garantissant des performances mécaniques élevées en température. Le coût des procédés de mise en œuvre de ce type de pièces reste toutefois élevé et les propriétés anisotropes du CMC induites par l'orientation des fibres souvent tissées peuvent représenter des limites pour ces matériaux. De plus, la réalisation de pièces complexes de petites tailles est incompatible avec l'utilisation de telles fibres longues. C'est dans ce contexte que la conception d'un matériau composé d'une matrice céramique associée à des renforts fibreux discontinus se présente comme une solution d'intérêt. L'orientation aléatoire des fibres courtes ouvre la porte à l'obtention de matériaux aux propriétés isotropes et à une simplification des procédés de mise en œuvre comme c'est le cas pour les composites à fibres courtes et matrice organique. Ces travaux de thèse proposent alors d'étudier un matériau CMC Al_2O_3/ Al_2O_3 à fibres courtes, de sa mise en œuvre jusqu'à la caractérisation de ses propriétés thermomécaniques. Ainsi, à partir d'un protocole de mise en œuvre optimisé, les relations entre les paramètres d'élaboration, les propriétés microstructurales et les mécanismes d'endommagement ont pu être établies. Un premier comportement de tolérance à l'endommagement a été obtenu par frittage naturel à 1200 °C mais à des contraintes à la rupture inférieures à 25 MPa. Le frittage flash à plus basse température a permis de conserver les mécanismes de déviation de fissures, consommateur d'énergie et donc efficient pour augmenter la ténacité, tout en augmentant la résistance mécanique. Le composite élaboré présente une stabilité en température pouvant atteindre 1100 °C et le maintien de 80 % de ses propriétés à 1000 °C. Enfin, le passage de fibres de longueurs millimétriques à des fibres de l'ordre de 150 µm de longueur montre qu'il est possible d'activer les mécanismes de déviation de fissure par mise en œuvre des CMC à l'aide d'un frittage naturel à des niveaux de contraintes supérieures à 50 MPa. Ces résultats remettent notamment en question les ordres de grandeur des longueurs critiques des fibres CMC oxyde/oxyde à interface faible présentés dans la littérature.

MOTS-CLÉS : **Céramique ; Composites ; Microstructure ; Caractérisations thermomécaniques**

Laboratoire(s) de recherche : **Ingénierie des matériaux polymère (IMP-INSA Lyon) / Département matériaux (CEA DAM Le Ripault)**

Directeur de thèse : **Jean-François GERARD**

Président du Jury : **(président, nommé au moment de la soutenance)**
Composition du Jury :

Mme. Florence ANSART, Professeure, CIRMIMAT-Université de Toulouse	**Rapporteur**
M. Gérard VIGNOLES, Professeur, LCTS-Université de Bordeaux	**Rapporteur**
M. Thierry CUTARD, Professeur, l'IMT-Mines d'Albi	**Président**
M. Pascal REYNAUD, Chargé de recherche, MATEIS-INSA Lyon	**Examinateur**
M. Pierrick Vespa, Ingénieur de recherche, Saint-Gobain Cavaillon	**Examinateur (invité)**
M. Jean-François GERARD, Professeur, IMP-INSA Lyon	**Directeur de thèse**
Mme. Sophie BEAUDET-SAVIGNAT, Ingénieure de recherche, CEA Le Ripault	**Encadrante (invitée)**
M. Patrick HOURQUEBIE, Directeur de recherche, CEA Le Ripault	**Encadrant (invité)**
M. Damien BRANDT, Ingénieur de recherche, CEA Le Ripault	**Encadrant (invité)**

Thèse accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2026ISAL0021/these.pdf © [U. Legallois], [2026], INSA Lyon, tous droits réservés