

12 DEMANDE DE BREVET D'INVENTION A1

22 Date de dépôt : 16.03.23.

30 Priorité :

43 Date de mise à la disposition du public de la
demande : 20.09.24 Bulletin 24/38.

56 Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du
présent fascicule*

60 Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

Demande(s) d'extension :

71 Demandeur(s) : Vandembulcke Lionel — FR et Van-
denbulcke Mathieu — FR.

72 Inventeur(s) : Vandembulcke Lionel et Vandembulcke
Mathieu.

73 Titulaire(s) : Vandembulcke Lionel, Vandembulcke
Mathieu.

74 Mandataire(s) : Vandembulcke Lionel.

54 Fabrication de pièces en matériau composite par infiltration chimique modulée puis densification d'une
préforme fibreuse consolidée.

57 Procédé de fabrication de pièces de forme en maté-
riau composite à matrice céramique (CMC) pour applica-
tions aéronautiques notamment, comprenant d'une part une
préforme fibreuse de géométrie se rapprochant de la pièce
de forme ou identique à celle-ci et d'autre part une matrice,
le renfort fibreux et la matrice étant séparés par une couche
mince servant d'interphase entre fibres et matrice, procédé
de fabrication qui comprend : - une étape initiale d'infiltration
chimique à partir de la phase gazeuse de la préforme fi-
breuse, contrôlée dans une double enceinte spécifique où
règnent principalement des conditions de diffusion des
réactifs vers la préforme fibreuse, conditions de diffusion
modulées notamment par l'enceinte interne en fonction de
la géométrie de la préforme ; - puis après consolidation de
la préforme fibreuse par l'interphase et une couche de ma-
trice durant cette première étape, au moins une deuxième
étape qui consiste en une densification complète par la ma-
trice en dehors de cette enceinte ; - cette deuxième étape
étant, ou n'étant pas, précédée ou suivie par une troisième
étape de rectification ou d'usinage.

Suivant la technique de densification utilisée et en fonc-
tion de la géométrie des pièces et/ou leur utilisation, ce pro-
cédé permet de fabriquer des pièces finies, des pièces à

rectifier ou à usiner plus profondément. Dans ce dernier cas,
un revêtement protecteur des fibres mises à jour est alors
réalisé sur les pièces retouchées.



Description

Titre de l'invention : Fabrication de pièces en matériau composite par infiltration chimique modulée puis densification d'une préforme fibreuse consolidée

[0001] La présente invention concerne un procédé de fabrication de pièces en matériau composite à matrice céramique (CMC) aux propriétés optimales grâce à une méthode qui comprend une étape initiale d'infiltration chimique à partir de la phase gazeuse d'une préforme fibreuse de géométrie se rapprochant de la pièce en CMC ou identique à celle-ci dans une double enceinte spécifique où règnent principalement des conditions de diffusion des réactifs, puis après consolidation de la préforme fibreuse durant cette première étape, au moins une deuxième étape qui consiste en une densification complète de la préforme fibreuse par la matrice en dehors de cette enceinte. Cette densification conduit à une pièce finie ou bien une rectification finale est effectuée. Eventuellement, un usinage plus important précède ou suit la densification complète, l'usinage après densification complète étant associé à un dépôt d'un revêtement protecteur des fibres.

[0002] Les composites à matrices céramiques sont en effet des matériaux légers connus et utilisés pour fabriquer des pièces exposées à des conditions telles que celles rencontrées dans les applications aéronautiques et spatiales ou dans d'autres domaines, par exemple celui des turbines industrielles. Ils comportent un renforcement par des fibres, dont les fibres de carbone et les fibres céramiques, densifié par une matrice céramique. Entre les fibres et la matrice, une couche continue couramment dénommée interphase permet d'ajuster la force de liaison entre ces deux éléments constitutifs des CMCs.

[0003] Ces matériaux plus légers que les alliages métalliques sont utilisés, ou bien des applications sont envisagées, dans des conditions thermomécaniques et environnementales plus ou moins sévères. Ils peuvent être ainsi sollicités dans des conditions mécaniques plus ou moins drastiques relativement à leurs propriétés mécaniques intrinsèques, c'est-à-dire dans leur domaine de déformation élastique, ou dans des conditions de sollicitations plus sévères qui conduisent à des probabilités de dépassement quasi permanent du seuil de déformation élastique, les matrices de ces matériaux composites à matrices céramiques se fissurant alors en exposant le cœur du matériau, éventuellement jusqu'aux fibres, à des agressions de l'atmosphère environnante. Les types d'applications en atmosphère corrosive dépendent donc du degré de sollicitation et de la durée de vie envisagée pour ces matériaux.

[0004] Des applications sont possibles pour des durées de vie moyennement longues, de quelques centaines à quelques milliers d'heures avec un simple revêtement protecteur

auto-cicatrisant en atmosphère oxydante tel que cela été montré dans US 5194330. Pour des applications plus sévères, des matrices auto-cicatrisantes alternant des couches de carbure de silicium et des couches contenant les éléments Si-B-C ont aussi offert dès 1990 (FR 2668477 et US 5246736) des solutions à des températures moyennement élevées, 600 à 1000°C, pour des durées compatibles avec l'aéronautique militaire par exemple.

[0005] Les applications dans le domaine de l'aéronautique civile nécessitent des durées de vie beaucoup plus longues. On peut alors distinguer les pièces en CMC qui sont utilisées en statique, avec des sollicitations thermomécaniques modérées, des pièces qui seraient utilisées en rotation dans des conditions thermomécaniques beaucoup plus sévères. Des solutions ont déjà émergé pour des pièces utilisées en statique. Ce n'est pas encore réellement le cas pour les pièces qui seraient utilisées en rotation dans les zones les plus chaudes des moteurs.

[0006] Dans tous les cas précédemment évoqués et pour toute application, il apparaît de toute évidence que les propriétés intrinsèques des CMCs doivent être optimisées : - pour étendre leur domaine élastique par l'utilisation de fibres très résistantes, d'interphase d'épaisseur et de structure bien contrôlées et de matrices parfaitement densifiées ; - pour protéger le cœur du matériau par des matrices nouvelles, peu oxydables ou auto-cicatrisantes par la formation de phases plus résistantes à l'oxydation ; - ce qui n'empêche pas dans les deux cas de devoir les protéger par des couches externes auto-cicatrisantes et/ou offrant une protection thermique et/ou anti-oxydation comme dans US 6759151 ou US 20060073361.

[0007] Ces matériaux CMCs sont fabriqués par des techniques différentes où les fibres sont réunies sous forme de fils. Parmi celles-ci le dépôt chimique à partir de la phase gazeuse (CVD) directement sur un ou plusieurs fils permet de revêtir ceux-ci par des interphases de structure et épaisseur bien contrôlées. Ensuite, différentes étapes dont une pré-imprégnation et une infiltration finale en milieu fondu permettent de fabriquer actuellement des pièces performantes pour des applications en statique ((Jim Steibell, American Ceramic Society Bulletin, Vol. 98, No. 3, pp. 30-33).

Une autre technique consiste à assembler préalablement les fils pour former une texture fibreuse qui constitue la préforme fibreuse de renforcement du matériau. Celle-ci subit alors une infiltration chimique à partir de la phase gazeuse (CVI) pour déposer l'interphase dans une première étape. Pour obtenir les meilleures propriétés thermomécaniques avec les fibres possédant les propriétés mécaniques les plus élevées, il est aussi nécessaire de contrôler parfaitement les conditions initiales d'interaction de la phase gazeuse avec les fibres, de déposer une interphase de structure optimale et d'épaisseur aussi constante que possible sur toutes les fibres. M. Leparoux et al. ont en effet démontré, dès 1995, l'influence importante de l'épaisseur des interphases en

nitrure de bore sur les propriétés mécanique finales des CMCs (M. Leparoux et al., Proc. of ICCM-10, Whistler, B.C., Canada, August 1995, IV, pp. 633-640). Il faut ensuite infiltrer la préforme fibreuse avec une première couche de matrice en contrôlant parfaitement la vitesse d'infiltration en tout point de la préforme fibreuse revêtue de son interphase de façon à éviter la formation de porosités au cœur même du futur matériau composite, à l'intérieur des fils. Pour obtenir des propriétés optimales des CMCs, cette étape initiale de consolidation de la préforme fibreuse, par une interphase et par une première couche de matrice réellement uniformes, est essentielle de même que la qualité de la densification finale de la matrice.

Ce bon contrôle des conditions d'infiltration des couches initiales en CVI suivi d'une densification par la matrice de préformes fibreuses de forme identique ou se rapprochant de la forme finale de pièces en CMC est l'objet de la présente invention.

[0008] L'invention a donc pour objet un procédé de fabrication d'une pièce de forme en matériau composite à matrice céramique comprenant d'une part un renfort fibreux constitué de fibres formant une préforme fibreuse de géométrie se rapprochant de la pièce de forme ou identique à celle-ci et d'autre part une matrice, le renfort fibreux et la matrice étant séparés par une couche mince servant d'interphase entre fibres et matrice, procédé de fabrication qui comprend :

- une première étape de consolidation de la dite préforme fibreuse par deux couches, une interphase et une couche de matrice élaborées successivement par infiltration chimique à partir de la phase gazeuse dans une double enceinte spécifique où règnent principalement des conditions de diffusion caractérisées par un mouvement aléatoire et non dirigé de ladite phase gazeuse vers la préforme fibreuse, la dite double enceinte spécifique comprenant deux parois, externe et interne, séparées par un espace libre de tout matériau où : i) la première paroi externe qui est placée dans le flux gazeux réactif est caractérisée par le fait que toute partie de sa paroi qui est directement exposée à un flux gazeux réactif dont la direction fait un angle supérieur à 30 degrés par rapport à sa surface extérieure est gardée pleine et empêche toute entrée directe du flux gazeux convectif à l'intérieur de l'enceinte, et toute partie de sa paroi qui n'est pas exposée à un flux direct ou fait un angle inférieur à 30 degrés par rapport à la direction de ce flux peut être percée d'ouvertures cylindriques et/ou oblongues, celles-ci ayant respectivement un diamètre ou une largeur perpendiculairement à la projection sur la surface de la direction de l'écoulement gazeux, inférieure à environ une fois l'épaisseur de cette première paroi externe dans sa zone percée ; ii) la deuxième paroi interne, disposée à l'intérieur de la première paroi, est constituée de deux éléments d'un moule appliqués l'un contre l'autre sur leur périphérie, ces éléments du moule ayant d'une part une surface intérieure adaptée à la préforme fibreuse et d'autre part une surface extérieure contre laquelle est appliquée une couche de matériau poreux de type feutre

ou tissu laissant séparées les deux parois externe et interne de la double enceinte par ledit espace libre de tout matériau d'épaisseur supérieure à environ 3 mm, les dits éléments de moules étant percés sur toute ou partie de leur paroi d'ouvertures cylindriques et/ou oblongues dont le diamètre ou la largeur est inférieure à environ 5 mm et l'espacement maximum est inférieur à environ 3 mm ; iii) les ouvertures dans la paroi externe sont caractérisées par un espacement et une section qui sont éventuellement variables en fonction de leur position sur la paroi et les ouvertures pratiquées dans la paroi interne ont un espacement, une section et surtout une profondeur qui sont éventuellement modulés en fonction de la géométrie de la préforme fibreuse à infiltrer ;

- au moins une deuxième étape de densification complète par la matrice de la préforme consolidée, en dehors de ladite double enceinte spécifique ;
- la deuxième étape étant, ou n'étant pas, précédée ou suivie par une troisième étape de rectification ou d'usinage, l'usinage après densification complète étant associé à un dépôt d'un revêtement protecteur des fibres.

[0009] Il ressort déjà de ces conditions générales d'infiltration chimique de l'interphase et de la couche de matrice un certain nombre d'avantages explicités ci-après.

La limitation de la taille des ouvertures pratiquées dans la première paroi externe, le choix de la direction de l'écoulement gazeux relativement à la surface permettant l'entrée du gaz et l'obturation des surfaces situées du côté de l'arrivée des gaz minimisent l'arrivée d'un flux gazeux convectif vers la zone située à l'intérieur de cette première paroi externe.

Le dimensionnement limité des ouvertures pratiquées dans les éléments de moule et l'espacement maximum faible entre ces ouvertures permettent d'obtenir une possibilité d'entrée de la phase gazeuse vers la préforme fibreuse sans zone d'obturation importante par la paroi solide des éléments de moule eux-mêmes.

Le fait de plaquer les éléments de moule l'un contre l'autre sur tous leurs côtés permet de parfaitement définir l'enceinte et les conditions de traitement de la préforme fibreuse. Dans le cas où la préforme fibreuse n'a pas une texture qui lui permet de conserver sa géométrie sans soutien par des parois, le placage de leurs faces intérieures contre cette préforme fibreuse permet de s'assurer que sa forme est préservée et que la densité de fibres dans la préforme fibreuse est maintenue à la valeur souhaitée.

L'aménagement d'un espace libre entre l'intérieur de la première paroi externe et l'extérieur des éléments de moule s'ajoute au choix de la direction d'écoulement de la phase gazeuse à l'extérieur de la paroi externe relativement aux zones percées de cette première paroi. Ces caractéristiques permettent d'homogénéiser la phase gazeuse principalement par diffusion et l'homogénéisation localisée dans cet espace libre est favorisée par l'interposition d'une couche de matériau poreux texturé ou tissé à la

surface extérieure des éléments de moule. Cette couche de matériau permet de plus d'éviter l'apport de réactifs frais vers les zones de la préforme fibreuse situées au droit des ouvertures pratiquées dans les éléments de moule.

La modulation de l'espacement, de la section et de la profondeur des ouvertures pratiquées surtout dans les éléments de moule permet de modifier, si nécessaire, les conditions locales d'infiltration en fonction de la géométrie de la préforme fibreuse, plus précisément en fonction de la profondeur de la structure fibreuse sous-jacente à infiltrer qui varie localement pour des pièces de forme. C'est cette caractéristique qui permet de définir l'infiltration chimique modulée.

[0010] Le procédé d'infiltration chimique tel que décrit précédemment est mis en œuvre de façon que le flux gazeux réactif soit aussi parallèle que possible aux surfaces percées de la première paroi externe, c'est à dire qu'il ne fasse pas un angle supérieur à environ 30° par rapport à ces surfaces. Très généralement, mais sans que cela exclut toute autre possibilité, la première paroi externe a une forme parallélépipédique avec des surfaces planes de plus grande dimension et des côtés plus petits. Dans ce cas, le procédé d'infiltration chimique est mis en œuvre dans une installation d'infiltration chimique où les surfaces planes de grande dimension sont disposées verticalement dans une installation où les flux de gaz s'écoulant entre les différentes doubles enceintes sont identiques et ont une direction verticale ascendante ou descendante.

[0011] Dans tous les cas, l'installation d'infiltration chimique est conçue de façon à permettre un écoulement identique le long de chaque grande face de toutes les doubles enceintes disposées verticalement dans l'installation. Dans le cas d'une installation d'infiltration chimique allongée horizontalement, des entrées multiples de direction verticale permettent d'introduire des flux égaux ascendant ou descendant de la phase gazeuse réactive. Mais on peut aussi utiliser une installation horizontale avec des entrées-sorties elles-mêmes dans une direction horizontale ; le changement vers la direction verticale ascendante ou descendante de l'écoulement est alors produit lors de la traversée d'une paroi ou une bonne répartition de l'écoulement gazeux au long de chaque grande face des doubles enceintes est produite par une perte de charge singulière provoquée grâce à des ouvertures de petite dimension pratiquées dans la dite paroi, l'ensemble des ouvertures pratiquées dans la paroi conduisant à un rétrécissement pour l'écoulement de la phase gazeuse relativement à la section d'arrivée des gaz devant cette paroi.

[0012] Le procédé d'infiltration chimique est aussi mis en œuvre dans une installation de dépôt chimique où les doubles enceintes sont disposées verticalement dans une installation d'infiltration chimique où les flux de gaz s'écoulant entre les différentes doubles enceintes sont identiques et ont une direction horizontale.

Dans ce dernier cas, le procédé d'infiltration chimique à partir d'une phase gazeuse

d'une interphase et d'une couche de matrice peut-être effectué par exemple dans une installation d'infiltration chimique cylindrique qui comprend :

- une entrée des gaz puis une zone de préchauffage des gaz ;
- une sortie des gaz, ces entrée-sortie étant situées à chacune des extrémités du cylindre vertical ;
- une zone de dépôt cylindrique formant une couronne où sont disposés des groupes de doubles enceintes positionnées suivant des rayons du cylindre, un flux gazeux horizontal identique étant introduit au long de chaque double enceinte en utilisant, à travers une paroi cylindrique intérieure ou extérieure à la zone de dépôt, une perte de charge singulière entre le flux gazeux vertical sortant de la zone de préchauffage et le flux gazeux de composante principale radiale qui traverse la zone de dépôt cylindrique dans une direction principale respectivement centrifuge ou centripète.

[0013] D'une façon générale, le procédé de fabrication d'une pièce de forme en matériau composite de l'invention comprend :

- le placement d'une préforme fibreuse dans une double enceinte de traitement ;
- la consolidation de la préforme fibreuse par infiltration chimique d'une interphase et d'une couche de matrice dans cette enceinte ;
- puis la densification de la préforme consolidée en dehors de cette enceinte selon des techniques connues.

[0014] Cette deuxième étape de densification pour former toute la matrice est effectuée :

- soit au moins en partie par infiltration chimique à partir de la phase gazeuse isotherme (ICVI), ou par infiltration chimique à partir de la phase gazeuse dans un gradient de température et/ou de pression ;
- soit au moins en partie par imprégnation par au moins un polymère précurseur de céramique suivi d'une pyrolyse ;
- soit au moins en partie en introduisant du carbone et une poudre céramique au sein des fibres et en infiltrant un métal à base de silicium à l'état fondu.

[0015] Une deuxième étape de densification par infiltration chimique à partir de la phase gazeuse dans un gradient de température et/ou de pression nécessite souvent d'employer des formes plus simples que celles de la pièce de forme finale. Il est alors nécessaire d'utiliser une préforme fibreuse dont la géométrie est simplifiée et constitue une ébauche de la pièce de forme. Pour d'autres techniques de densification de la matrice, on peut aussi faire ce choix en employant une ébauche de la pièce de forme. Dans ces cas, on procède à un usinage après densification pour finir de fabriquer la pièce en CMC.

[0016] Il est aussi possible de fabriquer une matrice auto-cicatrisante, notamment par infiltration chimique, constituée de phases de natures différentes qui comprennent un carbure d'un élément métallique ou métalloïdique et au moins, soit un carbure pris

parmi le binaire bore-carbone, le ternaire silicium-bore-carbone, soit un borure métallique. L'élément bore est préférentiellement apporté dans ce cas par une phase gazeuse comprenant un trichlorure de bore de pureté inférieure à environ 99%.

[0017] Plus généralement, toute la matrice est constituée d'au moins un matériau pris parmi les groupes des oxydes, des carbures, des nitrures ou des siliciures ou par une combinaison de matériaux pris parmi au moins un de ces groupes.

[0018] Une description plus détaillée et plus compréhensible de cette invention va être fournie grâce à l'appui d'exemples de figures descriptives et d'exemples de mise en œuvre. Cette description va s'appuyer initialement sur des conditions où la double enceinte est constituée de deux parois mécaniquement solidaires et utilisées pour fabriquer des pièces de forme pas trop épaisses ou ne comportant pas d'excroissances transversales importantes, en forme de T par exemple. La première paroi externe est dans ce cas constituée de plaques et d'entretoises. Nous verrons ensuite que dans un cadre plus général de l'invention, pour infiltrer des pièces de toute forme dont des pièces de géométrie plus complexe, on utilise une enceinte intérieure formée par les éléments de moule qui est simplement disposée sur des supports à l'intérieur de la première paroi externe.

[0019] La [Fig.1] est un exemple de vue de la face extérieure d'une plaque plane de la première paroi externe ;

La [Fig.2] montre la face intérieure de la même plaque plane ;

La [Fig.3] est un autre exemple de vue de la face extérieure d'une plaque plane de la première paroi externe ;

La [Fig.4] montre un autre exemple de vue de la face extérieure d'une plaque plane de la première paroi externe avec des ouvertures oblongues différentes ;

La [Fig.5] montre un exemple de vue de la face extérieure plane d'un élément de moule constituant une partie de la deuxième paroi interne ;

La [Fig.6] montre un autre exemple de vue de la face extérieure plane d'un élément de moule ;

La [Fig.7] présente un exemple de section longitudinale d'une double enceinte pour infiltration chimique d'une interphase et d'une couche de matrice dans une préforme fibreuse, exemple où les deux enceintes sont reliées mécaniquement ;

La [Fig.8] présente un exemple d'installation d'infiltration chimique où les doubles enceintes de traitement sont disposées verticalement dans une installation d'infiltration chimique où les flux de gaz s'écoulant entre les différentes doubles enceintes sont identiques et ont une direction verticale ascendante ;

La [Fig.9] présente un exemple d'installation d'infiltration chimique cylindrique où les doubles enceintes de traitement sont disposées verticalement dans une enceinte d'infiltration chimique où les flux de gaz s'écoulant entre les différentes doubles

enceintes sont identiques et ont une direction horizontale et radiale centripète ;

La [Fig.10] est un exemple de section longitudinale d'une double enceinte pour infiltration chimique d'une préforme fibreuse schématisée avec une forme proche ou identique à une pièce finale ;

La [Fig.11] montre un autre exemple de vue de la face extérieure plane d'un élément de moule ;

La [Fig.12] est un autre exemple de section longitudinale d'une double enceinte d'infiltration chimique d'une préforme fibreuse schématisée avec une forme proche ou identique à une pièce finale, exemple où les éléments de moule ont une surface extérieure non plane ;

La [Fig.13] montre un exemple où la deuxième paroi interne contenant la préforme fibreuse est simplement disposée dans l'enceinte externe sans lien mécanique entre les deux enceintes.

La [Fig.14] montre un exemple où la préforme fibreuse est autoportante et conserve sa forme générale sans nécessiter un maintien total par les parois des éléments de moule, cette préforme fibreuse étant contenue dans la deuxième paroi interne qui est simplement disposée dans l'enceinte externe comme dans le cas précédent.

[0020] La présente invention concerne, comme cela a déjà été indiqué, une fabrication de pièces en CMC qui comprend une étape initiale d'infiltration chimique à partir de la phase gazeuse d'une préforme fibreuse de géométrie identique ou se rapprochant de celle de la pièce en CMC dans des conditions de diffusion des réactifs vers la surface de cette préforme dans une double enceinte spécifique, puis une étape de densification complète par la matrice en dehors de cette enceinte. L'étape d'infiltration chimique d'une préforme fibreuse est réalisée initialement ici dans une double enceinte qui comprend, selon l'exemple des figures 1 à 7, des surfaces planes constituées par des plaques.

[0021] La [Fig.1] montre un exemple de plaque 100 constitutive de la première paroi externe, vue du côté de sa face extérieure plane 105. Dans le procédé de l'invention, cette surface plane de la première paroi est exposée à un flux de gaz réactifs s'écoulant parallèlement ou ne faisant pas un angle de plus de 30° par rapport à celle-ci. Cette plaque plane est percée d'ouvertures 190 qui sont ici cylindriques. Celles-ci ont un diamètre inférieur à l'épaisseur de la plaque dans la zone traversée. Des trous 110 permettent de fixer deux plaques planes à une distance déterminée l'une de l'autre par l'intermédiaire d'entretoises et l'utilisation de boulons et écrous.

[0022] La [Fig.2] montre la face intérieure de la plaque plane 100 et plus particulièrement la zone décaissée 170 qui constitue un épaulement sur lequel vient s'appuyer un élément de moule 200 en y maintenant la couche poreuse 400 comme on pourra le voir sur la [Fig.7]. La zone décaissée 180 est percée par les ouvertures 190. Cette zone décaissée

180 permet aussi de laisser libre de tout matériau l'espace 300 selon la [Fig.7], où la phase gazeuse est homogénéisée principalement par diffusion.

- [0023] Un autre exemple de plaque plane 100 avec sa face extérieure 105 est fourni par la [Fig.3]. Les ouvertures 195 sont cette fois oblongues avec une dimension suivant la direction de la composante principale de l'écoulement gazeux convectif, ici verticale, inférieure à environ une fois l'épaisseur de la plaque dans sa zone décaissée. La longueur de ces ouvertures oblongues peut être variable comme le montre la [Fig.4] ; on peut aussi faire varier leur écartement.

La géométrie, la dimension et l'écartement entre ces ouvertures dans les plaques planes permettent de faire varier la section ouverte dans la première paroi externe et ainsi de favoriser plus ou moins l'échange entre la phase gazeuse en écoulement en dehors de cette première paroi et la phase gazeuse située à l'intérieur, dans l'espace laissé libre de tout matériau situé entre les plaques 100 et les éléments de moule 200 présentés ci-après.

- [0024] La [Fig.5] montre un exemple d'un élément de moule 200 vu selon sa face extérieure 220. Il est percé d'ouvertures cylindriques 290 dont le diamètre est inférieur à environ 5 mm et l'espacement maximum est inférieur à environ 3 mm.

La [Fig.6] montre un autre exemple d'élément de moule 200 qui est percé d'ouvertures oblongues 295 dont la largeur est inférieure à environ 5 mm et l'espacement maximum est inférieur à environ 3 mm.

Dans les deux cas, ces éléments de moule sont usinés pour permettre, d'une part une bonne tenue mécanique d'une préforme fibreuse plaquée contre leur face intérieure, et d'autre part une entrée répartie de la phase gazeuse réactive en évitant de plaquer une zone de surface importante, d'une dimension supérieure à environ 3 mm, qui masquerait la surface de la préforme fibreuse à infiltrer. La direction de la plus grande dimension des ouvertures oblongues peut être choisie de façon à assurer un bon maintien des fibres les plus extérieures de la préforme fibreuse.

- [0025] La [Fig.7] va permettre de mieux comprendre l'agencement général des éléments précédents, les spécificités de l'ensemble de la double enceinte d'infiltration chimique relativement à la préforme fibreuse et sa disposition dans l'écoulement gazeux réactif. Elle montre une section verticale de la double enceinte 50 avec les deux plaques 100 de surface extérieure plane 105, décaissées du côté intérieur dans la zone d'appui 170 et la zone la plus décaissée 180. Ces plaques 100 sont ici percées d'ouvertures cylindriques 190. Les éléments de moule 200, de surface intérieure 210 et extérieure 220 sont percés par les ouvertures cylindriques 290. La surface intérieure 210 est ici plane pour infiltrer des préformes fibreuses qui sont utilisées pour des essais mécaniques. La surface extérieure 220 et le décaissement 170, formant un épaulement, permettent de maintenir la couche poreuse 400 contre les éléments de moule en laissant libre de tout

matériau l'espace 300. C'est l'espace libre qui permet d'homogénéiser la phase gazeuse et cette homogénéisation localisée est favorisée par l'interposition de la couche de matériau poreux texturé ou tissé à la surface extérieure des moules. L'ensemble de la double enceinte est maintenu par l'intermédiaire des deux plaques 100 et des boulons 101 et écrous 102. Les entretoises 160 et 165 permettent de maintenir les deux plaques 100 en tenant compte de l'application des éléments de moule 200 l'un contre l'autre à leur périphérie et ici contre la préforme fibreuse. L'entretoise 165, située du côté de l'arrivée des gaz, obligatoirement obture complètement l'espace entre les deux plaques. Les entretoises latérales, non visibles sur cette figure, préférentiellement permettent aussi d'éviter l'entrée du flux gazeux entre les deux supports dans le cas de cette configuration où on infiltre une préforme relativement mince qui doit être maintenue par les éléments de moule.

Selon la [Fig.7], la double enceinte 50 est placée dans un écoulement gazeux réactif 20 qui est ici vertical et descendant, surtout essentiellement parallèle aux faces extérieures des plaques 100. Le flux convectif vers la zone d'espace libre 300, à travers les ouvertures 190 ou 195 de dimension réduite par rapport à leur profondeur, est ainsi minimisée et l'interposition complémentaire du matériau poreux 400 permet de mettre ensuite, derrière cette couche de matériau poreux et à travers les ouvertures cylindriques ou oblongues des éléments de moule, la phase gazeuse réactive en contact avec la préforme fibreuse principalement dans des conditions de diffusion.

On retrouve dans cet espace libre 300 les réactifs gazeux entrant dans l'enceinte externe mais aussi d'éventuels intermédiaires générés en phase gazeuse, éventuellement précurseurs du dépôt, et les produits des réactions chimiques homogènes et hétérogènes provenant des surfaces et principalement de la préforme fibreuse.

[0026] L'étape d'infiltration chimique du procédé selon l'invention est mise en œuvre dans des installations où les doubles enceintes sont disposées de façon que les plaques de la paroi externe soient verticales. Dans ces installations, les flux de gaz s'écoulant entre les doubles enceintes sont identiques et ont soit une direction verticale ascendante ou descendante, soit une direction horizontale.

[0027] La [Fig.8] présente schématiquement un exemple d'installation d'infiltration chimique 500 où les doubles enceintes 50 sont disposées verticalement dans une installation d'infiltration chimique où les flux de gaz 520 s'écoulant entre les différentes plaques 100 des doubles enceintes sont identiques et ont une direction verticale ascendante. Dans cet exemple, l'installation présente une entrée et une sortie des gaz horizontales, ce qui permet de disposer le chauffage de l'installation tout au long du dispositif. La paroi 550 de l'installation est percée d'ouvertures de petite dimension 555 qui sont représentées sur la surface externe 560 de la paroi 550. Elles permettent l'entrée des gaz le long des doubles enceintes. Les dimensions de ces ouvertures sont

choisies de façon que la somme de leurs sections soit inférieure à la section d'arrivée des gaz devant la paroi 550 de façon à y assurer une perte de charge singulière et ainsi une bonne répartition de l'écoulement gazeux ascendant le long de chaque grande surface extérieure des doubles enceintes. Il s'agit évidemment ici d'une représentation schématique avec une seule double enceinte 50 dans chaque zone de flux gazeux ascendant. Il est clair que plusieurs enceintes d'infiltration chimique 50 peuvent être disposées en séries verticales en les superposant directement ou par l'intermédiaire d'entretoises laissant un espace libre pour la phase gazeuse entre deux doubles enceintes. Notons que ces enceintes 50 sont facilement maintenues sur ou au-dessus de la paroi 550 par des glissières par exemple.

[0028] La [Fig.9] présente un exemple de représentation schématique d'une installation d'infiltration chimique cylindrique 600 où les doubles enceintes 50 sont disposées verticalement dans une installation d'infiltration chimique où les flux de gaz 620 s'écoulant entre les différentes enceintes sont identiques et ont une direction essentiellement horizontale et radiale centripète entre deux parois cylindriques concentriques 650 et 670. Dans cet exemple un mélange réactif est introduit à l'entrée 610 de l'installation. Il passe ensuite dans une zone de préchauffage des gaz 640 de géométrie non précisée ici, par souci de clarté du dessin. La trajectoire des gaz est ensuite ascendante selon 615. La [Fig.9] présente le cylindre 650, qui permet l'introduction des gaz dans la zone d'infiltration chimique, représenté en vue verticale mais aussi selon une section en bas de la figure. En haut de la figure ont été représentées, sur un niveau et pour une introduction le long d'une plaque constitutive de la première paroi externe de la double enceinte, les ouvertures 655 qui sont pratiquées dans le cylindre 650. Ces ouvertures sont visibles aussi en bas de la figure sur la section où sont représentés une double enceinte 50 en position verticale ou un ensemble d'enceintes 51, 52 et 53, suivant les dimensions relatives des enceintes et de l'installation d'infiltration chimique. Les gaz sont évacués par la conduite centrale 670 vers la sortie de l'installation 680 où ils sont traités et pompés. Comme dans l'installation horizontale, une bonne répartition des gaz devant toutes les doubles enceintes est assurée par la dimension des ouvertures 655 relativement à la section en couronne de passage des gaz délimitée par la paroi externe de l'installation 600 et le cylindre 650 qui sont concentriques. On assure cette bonne répartition à tous les niveaux de l'installation et selon tous ses rayons en pratiquant des ouvertures 655 et des diamètres relatifs des cylindres tels qu'une perte de charge singulière soit produite à l'entrée des gaz par les ouvertures 655 dans la zone où sont disposées les doubles enceintes d'infiltration chimique. La section de la [Fig.9] montre aussi que des cales 660 permettent de maintenir les gaz réactifs au plus près de leurs parois externes. Ces cales peuvent permettre de maintenir la vitesse des gaz le long de ces parois mais aussi,

avantageusement, d'accélérer ceux-ci avec la distance parcourue le long des enceintes.

[0029] Dans les installations d'infiltration chimique des figures 8 et 9, les doubles enceintes 50 peuvent être disposées verticalement en appui sur le petit ou le grand côté de l'enceinte en utilisant obligatoirement une entretoise ou une paroi fermant l'enceinte du côté de l'arrivée des gaz.

[0030] Le procédé de l'invention a pour objet la fabrication de pièces de forme en matériau composite à matrice céramique, matériau qui débute par la consolidation d'une préforme fibreuse de géométrie se rapprochant de chaque pièce de forme ou identique à celle-ci. La [Fig.10] montre schématiquement une préforme fibreuse 10 de géométrie qui n'est pas parallélépipédique. On y retrouve en section verticale les mêmes éléments que sur la [Fig.7], c'est-à-dire la double enceinte 50 avec les deux plaques 100 de surface extérieure plane, décaissées du côté intérieur et percées d'ouvertures cylindriques. Les éléments de moule 200, de surface intérieure 210 et extérieure 220 sont percés par les ouvertures cylindriques 290. Il est important de noter que la surface intérieure n'est plus plane mais est adaptée à la géométrie désirée pour la préforme fibreuse. La surface extérieure 220 est ici maintenue plane et permet avec l'épaulement 170 de maintenir la couche poreuse 400 contre les éléments de moule en laissant libre de tout matériau l'espace 300. Les entretoises 160 et 165 permettent de maintenir les deux plaques 100 en tenant compte de l'application des éléments de moule 200 l'un contre l'autre. L'entretoise 165, située du côté de l'arrivée des gaz, obligatoirement obture complètement l'espace entre les deux plaques 100.

[0031] Selon cette [Fig.10], la double enceinte 50 est placée dans un écoulement gazeux réactif 20 qui est ici vertical et descendant, surtout essentiellement parallèle aux faces extérieures des plaques 100. Le flux convectif vers la zone d'espace libre 300, à travers les ouvertures pratiquées dans les plaques 100, est ainsi minimisé et l'interposition complémentaire du matériau poreux 400 permet de mettre ensuite, derrière cette couche de matériau poreux et à travers les ouvertures 290 des éléments de moule, la phase gazeuse réactive en contact avec la préforme fibreuse principalement dans des conditions de diffusion. Dans le cas présenté, il apparaît clairement que la distance de diffusion à travers les ouvertures 290 varie en fonction de la géométrie de la préforme fibreuse. On peut cependant noter que la distance de diffusion est d'autant plus grande que l'épaisseur de la préforme fibreuse en un endroit est plus faible. La consommation des précurseurs du dépôt sur les fibres y est donc d'autant plus faible ce qui permet de minimiser les différences de vitesse de dépôt en chaque point de la préforme fibreuse.

[0032] Pour certaines géométries plus complexes de la préforme fibreuse, il est nécessaire d'affiner les dispositions précédentes et de modifier l'apport en précurseurs en différents points d'entrée de ceux-ci à travers la surface de la préforme fibreuse. La [Fig.11] présente la surface extérieure plane 220 d'un moule 200 qui utilise des ou-

vertures cylindriques 290 et en même temps des ouvertures oblongues 295 de dimensions variables suivant leur longueur d'un point à un autre du moule. Un ajustement par le diamètre des ouvertures cylindriques et aussi par la largeur ainsi que la longueur des ouvertures oblongues est aussi possible à condition de limiter au moins une dimension de toutes les ouvertures à une valeur inférieure à environ 5 mm en maintenant un espacement entre les ouvertures inférieur à environ 3 mm. Cette configuration permet de diminuer et d'augmenter, suivant la position, la section à travers laquelle la phase gazeuse diffuse de façon à ajuster les vitesses de dépôt en chaque point pour une préforme de géométrie donnée. La profondeur de ces ouvertures est l'autre paramètre très important pour ajuster cette vitesse locale d'apport de la phase gazeuse.

Notons aussi que l'apport de réactifs à travers la première paroi externe vers la zone laissée libre de tout matériau 300 peut être également modifié en jouant sur la forme des ouvertures, cylindriques 190 ou oblongues 195, et la distance entre ces ouvertures pratiquées dans la paroi externe. De telles variations peuvent être de plus réalisées sur une même surface externe de la double enceinte.

- [0033] Ainsi, selon un mode de réalisation, le procédé selon l'invention peut comprendre une première étape de consolidation dans une double enceinte constituée de deux parois où la paroi externe (100) et les éléments de moule (200) sont percés d'ouvertures cylindriques et/ou oblongues dont les sections sont, dans chacune des parois, identiques d'un point à un autre de leur surface. Selon un autre mode de réalisation, le procédé de l'invention peut comprendre une première étape de consolidation dans une double enceinte constituée de deux parois où la paroi externe (100) et les éléments de moule (200) sont percés d'ouvertures cylindriques et/ou oblongues dont les sections sont, dans au moins une des parois, différentes d'un point à un autre de la surface.
- [0034] La [Fig.12] présente schématiquement une variante de la double enceinte 50 où la surface extérieure 220 des éléments de moule n'est plus plane mais modifiée en tenant compte de la géométrie de la préforme fibreuse, ce qui conduit à modifier la profondeur des ouvertures cylindriques 290 ou oblongues 295. Ces profondeurs peuvent être choisies identiques pour des préformes fibreuses et donc des pièces finales non planes mais d'épaisseur variant peu. Ces profondeurs peuvent être choisies variables et fonction de la géométrie de la préforme fibreuse à infiltrer.
- [0035] Les figures précédentes présentent un exemple détaillé de mise en œuvre où les parois externes et internes sont reliées mécaniquement. Plus généralement, les deux parois de la double enceinte 50 ne sont pas en contact direct l'une avec l'autre. Cette disposition des deux parois qui constitue la double enceinte est utilisée par le procédé suivant l'invention avec une première paroi externe autour de laquelle s'écoule la

phase gazeuse réactive et une deuxième paroi interne constituée d'éléments de moule s'appliquant complètement ou non sur la préforme fibreuse, les deux parois externe et interne étant séparées par l'espace libre 300.

- [0036] La [Fig.13] montre schématiquement une double enceinte où les éléments de moule sont simplement disposés à l'intérieur de la première enceinte externe sur des supports 260 sans aucun contact direct entre les deux parois de la double enceinte. Sur la [Fig.13], un flux vertical ascendant 20 s'écoule autour de la double enceinte comme dans l'installation d'infiltration chimique représentée sur la [Fig.8]. Cette double enceinte est évidemment schématisée ici de même que la forme de la préforme fibreuse 10 qui présente ici un corps central et des excroissances à ses deux extrémités pour montrer l'adaptabilité du procédé. On y retrouve cependant tous les éléments essentiels à un bon fonctionnement de la double enceinte avec les parois verticales 100 percées mais aussi la paroi horizontale haute 100, percée car située à l'opposé de l'arrivée des gaz. Celle-ci permet aussi une entrée/sortie de la phase gazeuse vers la partie haute des éléments de moule 200 qui disposent eux-mêmes d'ouvertures dans leur parois verticales mais aussi dans les parois horizontales haute et basse. Cette disposition permet avec l'utilisation de distances et de sections pour la diffusion variables à travers les éléments de moule 200 de traiter une préforme fibreuse 10 de géométrie présentant une excroissance aux deux extrémités, par exemple une ébauche d'aube de turbine avec pied et talon qui devra être rectifiée en cours ou après densification complète. Les éléments de moule 200 sont disposés sur les supports 260 les soutenant sur une partie de leur périphérie, laissant libre aussi l'espace entre la première paroi externe et les ouvertures de la face horizontale basse des éléments de moule 200. Notons ainsi :
- que toute la surface des éléments de moule 200 peut être percée ;
 - que l'on retrouve, à la place de l'entretoise 165 obturant la paroi externe, la paroi 165 pleine de l'enceinte externe faisant face à l'arrivée des gaz réactifs, évitant ainsi l'entrée directe dans l'espace libre 300 situé entre les deux enceintes externe et interne ;
 - que le feutre ou tissu 400 est partout accolé aux éléments de moule constituant l'enceinte interne ;
 - que la préforme fibreuse peut être infiltrée par tous les côtés des éléments de moule 200 qui sont ici plaqués contre la préforme fibreuse ;
 - que l'apport de réactifs en différents points de la surface de la préforme fibreuse peut être surtout modulé par la géométrie des ouvertures pratiquées dans les parois des éléments de moule 200 mais aussi par la géométrie et/ou l'espacement des ouvertures réalisées dans la première paroi externe.

- [0037] La [Fig.14] est proche de la précédente avec des éléments de moule 200 qui sont simplement disposés à l'intérieur de la première enceinte externe 100 sur des supports

260 sans aucun contact direct entre les deux parois de la double enceinte. La différence provient du fait que la préforme fibreuse est dans ce cas autoportante. Elle ne nécessite pas un maintien par les parois internes des éléments de moule sur toute sa surface. Il s'agit aussi d'une préforme fibreuse 10 de géométrie présentant une excroissance aux deux extrémités, par exemple une ébauche d'aube de turbine avec pied et talon qui devra être rectifiée en cours ou après densification complète.

Notons que cette configuration permet de ménager des espaces libres devant des parties de la surface de la préforme qui ont été choisies.

- [0038] Plusieurs moules comprenant deux éléments de moule jointifs 200 peuvent aussi être disposés à l'intérieur d'une même paroi externe de dimension plus grande.
- [0039] Malgré toutes ces dispositions, certaines pièces de géométrie trop complexe ne peuvent être fabriquées directement. Le procédé de l'invention est alors réalisé sur une ébauche de géométrie se rapprochant autant que possible de la pièce finale. Suivant la technique de densification utilisée, on effectue : - soit une densification complète de la préforme consolidée et un usinage final ; - soit une consolidation plus poussée de la préforme fibreuse par la couche de matrice suivi d'un usinage selon la géométrie de la pièce finale, puis une densification complète par la matrice.
- [0040] Les matériaux des parois de la double enceinte doivent peu ou pas interférer chimiquement avec le procédé d'infiltration chimique. Ils sont constitués par du carbone ou un matériau composite carbone-carbone revêtu ou non par une couche céramique, ou un matériau céramique, ou un matériau composite à matrice céramique. Selon une variante du procédé de l'invention, la paroi externe et les éléments de moule sont constitués par du carbone ou un matériau composite carbone-carbone revêtu ou non par une couche céramique, ou un matériau céramique, ou composite à matrice céramique.
- [0041] Le procédé est mis en œuvre avec des fibres de renforcement variées. De façon non limitative, les fibres de renforcement sont des fibres en carbone, alumine, mullite ou carbure de silicium. Ce sont notamment des fibres en carbone, alumine, mullite ou carbure de silicium qui forment des fils allongés incorporés dans la préforme fibreuse de façon à constituer un renforcement par des fils suivant une direction principale de renforcement (composite 1D), par des fils qui constituent des textiles avec deux directions principales de renforcement (composite 2D) ou qui comprennent en plus un renforcement partiel suivant une troisième direction (composite 2,5D), ou qui constituent un renforcement suivant N directions où $N \geq 3$. De manière générale, la préforme fibreuse peut constituer un renforcement par des fibres qui forment des fils allongés suivant une direction principale de renforcement (composite 1D), par des fils qui constituent des textiles avec deux directions principales de renforcement (composite 2D) ou qui comprennent en plus un renforcement partiel suivant une troisième direction (composite 2,5D), ou qui constituent un renforcement suivant N di-

rections où $N \geq 3$. Certaines pièces de géométrie complexe nécessitent des directions principales de renforcement qui peuvent varier au sein de la même pièce. Le procédé de l'invention utilise des préformes fibreuses fabriquées ex-situ pour répondre aux caractéristiques mécaniques attendues pour la pièce finale. Il permet ainsi de fabriquer directement ce type de pièce par infiltration chimique dans la double enceinte puis densification, une rectification ou un usinage étant effectué après une consolidation suffisante de la préforme fibreuse ou après l'étape de densification complète par la matrice.

[0042] L'interphase qui est déposée par infiltration chimique comprend au moins une couche constituée par du pyrocarbone, du nitrure de bore et/ou par le ternaire Si-B-N. L'infiltration chimique isotherme à partir de la phase gazeuse en mode continu (ICVI) nécessite une température de dépôt qui est relativement basse par rapport aux procédés de dépôt chimique à partir de la phase gazeuse (CVD) directement sur un fil ou un groupe de fils. Cette infiltration chimique de la préforme fibreuse par l'interphase est suivie, sans remise à l'air, d'un traitement thermique de stabilisation à une température plus élevée que celle utilisée pour l'infiltration. Dans le procédé de l'invention, le traitement thermique est effectué à une température et selon une durée qui, sous atmosphère inerte, n'altèrent pas de plus de 5% le module d'élasticité intrinsèque nominal des fibres indiqué par le fabricant des fibres.

[0043] La fabrication de la couche de matrice est aussi effectuée par infiltration chimique isotherme à partir de la phase gazeuse en mode continu (ICVI) et est constituée d'au moins un matériau pris parmi les groupes des oxydes, des carbures, des nitrures ou des siliciures ou par une combinaison de matériaux pris parmi au moins un de ces groupes. Parmi ces matériaux, le carbure de silicium est très souvent incorporé comme matériau de matrice.

En variante, il est cependant possible d'incorporer, sur l'interphase, une première couche qui résiste encore mieux à une étape suivante de densification telle que l'infiltration finale en milieu fondu à haute température. La couche de matrice réalisée par infiltration chimique isotherme à partir de la phase gazeuse (ICVI) est alors constituée, soit d'une couche unique d'un des matériaux pris parmi au moins un des groupes cités ci-dessus, soit d'au moins deux sous-couches constituées chacune par un de ces matériaux. Notons d'ailleurs que les couches de ces matériaux réfractaires ne peuvent être déposées que sur des préformes fibreuses possédant déjà la texture finale.

[0044] Quatre exemples d'essais effectués avec le procédé de fabrication selon l'invention sont reportés ici.

Le premier exemple reporte un essai effectué avec une préforme fibreuse constituée de fibres Nicalon™ qui sont tissées pour former des plaques bidimensionnelles. Ces plaques de tissu sont superposées et un renforcement est réalisé suivant la troisième

direction pour éviter des délaminations thermomécaniques. Cette préforme fibreuse parallélépipédique était prévue pour effectuer des essais mécaniques. Elle a été placée dans une double enceinte du type de celle représentée [Fig.7]. Les plaques de la paroi externe avaient une épaisseur dans la zone décaissée de 8 mm et étaient percées de trous cylindriques de 5 mm. Les éléments de moule avaient une épaisseur de 5 mm et étaient percés de trous de 2,5 mm espacés de 2 mm. La couche poreuse plaquée contre les éléments de moule était constituée d'une plaque bidimensionnelle de tissu identique à celles constitutives de la préforme fibreuse. Notons ici que la couche poreuse 400 est constituée par exemple d'un tissu bidimensionnel ou d'un feutre qui incorpore des fibres dont la nature est similaire ou non à celle des fibres de la préforme fibreuse. L'espace libre de tout matériau entre la zone décaissée des plaques et cette couche de tissu était de 6 mm. L'ensemble ainsi constitué a été placé dans une installation d'infiltration chimique où le flux gazeux réactif était descendant parallèlement aux plaques de la double enceinte, selon la disposition de la [Fig.7].

Une interphase de nitrure de bore à partir d'un mélange BCl_3 - NH_3 - H_2 et une couche de matrice en carbure de silicium à partir d'un mélange méthyltrichlorosilane (MTS) - H_2 ont été déposées sur les fibres par ICVI dans des conditions de composition, température et pression bien connues de l'homme de l'art, reportées par exemple dans FR 2756277 et FR 2401888 respectivement. Après traitement thermique de l'interphase puis infiltration chimique la couche de matrice en carbure de silicium, la préforme fibreuse a été retirée de la double enceinte et infiltrée par une résine de façon à pouvoir effectuer des coupes transversales qui, après polissage, ont permis de mesurer les épaisseurs des deux couches déposées. Ces coupes ont été effectuées à 1,5 cm de chaque bout de la préforme fibreuse et au milieu de celle-ci. Des mesures d'épaisseur des deux couches ont été réalisées sur ces coupes, au plus près des deux surfaces de la préforme fibreuse et au centre de celle-ci. L'épaisseur souhaitée pour l'interphase était de 0,2 μm . Les mesures ont montré des épaisseurs comprises entre 0,17 et 0,23 μm . Pour la couche de carbure de silicium les mesures ont montré des variations d'épaisseur comprises entre 0,45 μm et 0,58 μm . Dans les deux cas les variations d'épaisseur relativement à l'épaisseur moyenne étaient inférieures à 20 %. Une infiltration chimique identique a été effectuée jusqu'à consolidation de la préforme fibreuse. Celle-ci a été retirée de la double enceinte et infiltrée complètement. Des coupes transversales du composite ainsi fabriqué ont permis de constater une quasi-absence de porosité entre fibres au sein des fils, condition initiale essentielle pour que le composite final atteigne les meilleures propriétés mécaniques.

[0045] Le deuxième exemple reporte un essai effectué avec une préforme fibreuse constituant le renforcement d'une pièce de forme peu épaisse mais non parallélépipédique. Il s'agissait d'un volet secondaire de tuyère aéronautique. Dans cet

exemple, les conditions étaient identiques à celles de l'exemple précédent sauf l'utilisation d'éléments de moule où les surfaces intérieures des deux éléments du moule correspondaient aux surfaces de la pièce en matériau composite à réaliser. En tenant compte de la géométrie de la pièce et de son épaisseur, des épaisseurs égales des éléments de moule ont été utilisées en face de zones de la pièce présentant la même épaisseur tandis que des épaisseurs un peu plus faibles et plus grandes ont été utilisées en face de zones de la pièce présentant des épaisseurs respectivement plus grandes et plus petites à infiltrer. Des résultats aussi bons que dans le premier exemple ont été obtenus avec cette nouvelle disposition.

[0046] Le troisième exemple utilise une disposition de la double enceinte similaire à celle représentée sur la [Fig.13]. Cet exemple reporte les essais effectués sur une préforme fibreuse qui comportait un renforcement 3D. Cette préforme schématisait une ébauche d'aube avec pale selon la direction longitudinale, pied de sapin et plateau à une extrémité et talon à l'autre extrémité formant des excroissances transversales. Cette préforme a été placée en position verticale comme dans la [Fig.13]. Des essais successifs d'infiltration chimique par une interphase de nitrure de bore avec traitement thermique de l'interphase, puis infiltration chimique de la couche de matrice en carbure de silicium, ont été effectués. A chaque fois, la préforme fibreuse a été retirée de la double enceinte et infiltrée par une résine de façon à pouvoir mesurer les épaisseurs des deux couches déposées. Des résultats d'infiltration chimique aussi bons que précédemment ont été obtenus après des modifications apportées :

- à l'entrée des gaz dans l'espace 300 avec des ouvertures oblongues, remplaçant des ouvertures cylindriques dans la partie basse de la première paroi externe 100, proche de l'arrivée des gaz réactifs ;
- à la hauteur des supports 260 de façon à augmenter le volume de l'espace 300 dans sa zone basse ;
- à la forme des éléments de moule et leur perçage par des ouvertures oblongues dans les zones concaves situées entre ébauche de pale et extrémités transversales, ces ouvertures oblongues ayant leur longueur dans le sens longitudinal de la pièce.
- à la géométrie et la profondeur des ouvertures pratiquées dans les extrémités horizontales des éléments de moule proches de l'axe longitudinal de la préforme fibreuse.

Après optimisation des conditions d'infiltration, une infiltration chimique identique a été effectuée jusqu'à consolidation de la préforme fibreuse. Celle-ci a été retirée de la double enceinte et infiltrée complètement. Des coupes transversales du composite ainsi fabriqué ont permis de constater une quasi-absence de porosité intra-fils, condition initiale nécessaire pour que le composite final atteigne les meilleures propriétés mécaniques.

[0047] Le quatrième exemple utilise une disposition de la double enceinte semblable à celle

schématisée sur la [Fig.14]. La différence importante avec l'exemple précédent réside dans le fait que la surface intérieure des éléments de moule 200 n'est pas, en tous ses points, en contact direct avec la préforme fibreuse. Plus précisément, les éléments de moule 200 sont en retrait par rapport à la partie centrale de l'ébauche représentée schématiquement sur la [Fig.14], c'est-à-dire celle qui correspond à la pale. Cette partie centrale a une épaisseur constante qui ne nécessite pas de moduler les conditions de diffusion à travers les éléments de moule 200 vers cette partie de l'ébauche. Il existe donc un espace libre 350 entre ces parties des éléments de moule et la préforme fibreuse. Cette disposition est utilisée ici avec une préforme fibreuse 3D dont la texture est telle que celle-ci est autoportante et conserve sa forme générale sans nécessiter un maintien total par des parois. Les autres dispositions ont été maintenues similaires à celle de l'exemple 3 à deux exceptions près. Il n'existait plus, dans les éléments de moule, de zone concave située entre ébauche de pale et extrémités transversales. Une modulation de la géométrie et de la profondeur des ouvertures pratiquées dans les extrémités horizontales des éléments de moule a été conservée et la section des ouvertures vers la partie centrale de l'ébauche a été modifiée pour tenir compte de leur changement de profondeur et de l'espace libre 350 nouveau.

Des résultats d'infiltration chimique aussi bons que les précédents ont été obtenus avec cette disposition.

Après densification complète hors de la double enceinte, des coupes transversales du composite ainsi fabriqué ont permis de constater une quasi-absence de porosité intra-fils, condition nécessaire pour que le composite final atteigne les meilleures propriétés mécaniques.

- [0048] Ces exemples montrent que les couches déposées lors de l'étape de consolidation de la préforme fibreuse par infiltration chimique sont, dans le procédé de l'invention, caractérisées par une variation d'épaisseur au sein de la préforme fibreuse telle que les valeurs extrêmes d'épaisseur ne varient pas de plus de 20% relativement à l'épaisseur moyenne de ces couches. Ainsi de façon non limitative, la variation d'épaisseur de l'interphase et de la couche de matrice est telle que les valeurs extrêmes d'épaisseur au sein de la préforme fibreuse consolidée ne varient pas de plus de 20% relativement à l'épaisseur moyenne de ces couches.
- [0049] Les exemples fournis ici ne sont évidemment pas limitatifs et des pièces de géométrie différentes sont aussi fabriquées en utilisant le procédé de cette invention avec une étape d'infiltration chimique contrôlée pour fabriquer l'interphase puis consolider la préforme fibreuse avant d'effectuer une densification par la matrice dans une deuxième étape.
- [0050] Certaines pièces peuvent être fabriquées à partir de préformes fibreuses qui ont une texture qui leur permet un maintien de la géométrie désirée comme cela est montré

avec l'exemple 4. Ces préformes fibreuses autoportantes peuvent être infiltrées dans la double enceinte spécifique sans qu'il existe un contact étroit en tout point de la préforme fibreuse avec les éléments du moule. On peut donc souligner le fait que les éléments de moule sont adaptés à la préforme fibreuse, que ce soit à sa géométrie dans le cas d'un soutien complet par leurs surfaces intérieures mais aussi à sa texture dans le cas où ce soutien total n'est pas obligatoire, enfin par la modulation éventuelle des conditions de diffusion à travers les éléments de moule en fonction de la profondeur sous-jacente de la préforme fibreuse à infiltrer, modulation obtenue en modifiant localement la section et la profondeur des ouvertures pratiquées dans les éléments de moule. De façon générale, cette adaptation entre élément de moule et préforme fibreuse qui permet la modulation des conditions d'infiltration en fonction de la géométrie de la préforme fait évidemment partie intégrante de l'invention.

[0051] Par ailleurs, il est clair que les techniques de densification qui permettent une densification la plus complète par la matrice sont privilégiées pour beaucoup de pièces afin d'obtenir les meilleures propriétés mécaniques finales. Ces techniques, par exemple celles qui utilisent au moins en partie une introduction du carbone et d'une poudre céramique au sein des fibres suivi d'une infiltration d'un métal à base de silicium à l'état fondu, ou bien une infiltration chimique dans un gradient de température et/ou de pression, ne peuvent être facilement employées que sur des ébauches des préformes fibreuses. Dans ce cas, un usinage de l'ébauche totalement densifiée est finalement réalisé selon la géométrie de la pièce de forme.

Dans d'autres cas, comme la réalisation de volets secondaires de tuyères aéronautiques, la densification est effectuée sur une préforme fibreuse de géométrie identique à la pièce finale et celle-ci est terminée avec la densification.

Enfin dans les cas intermédiaires, un usinage de rectification après densification est réalisé. La majorité de ces pièces nécessitent en effet des dimensions, une masse et un ajustage parfaits.

[0052] C'est ainsi que le procédé de l'invention, suivant la technique de densification finale utilisée et en fonction de la géométrie des pièces et/ou leur utilisation, permet de fabriquer des pièces finies, des pièces à rectifier ou à usiner plus profondément. Un revêtement protecteur des fibres mises à jour peut alors être réalisé sur les pièces retouchées. Comme cela a été décrit précédemment, ce revêtement protecteur n'est pas nécessaire lorsque la pièce a été usinée avant le stade final de la densification. Dans de nombreux cas, une barrière thermique et/ou environnementale est finalement déposée sur la pièce de forme.

[0053] Plus généralement, toute la description précédente n'est évidemment pas de nature limitante. Des variantes ou des modifications peuvent y être apportées par l'homme de l'art sans que celles-ci sortent du cadre de l'invention qui est déterminé classiquement

par les revendications qui suivent.

Revendications

[Revendication 1]

Procédé de fabrication d'une pièce de forme en matériau composite à matrice céramique comprenant d'une part un renfort fibreux constitué de fibres formant une préforme fibreuse de géométrie se rapprochant de la pièce de forme ou identique à celle-ci et d'autre part une matrice, le renfort fibreux et la matrice étant séparés par une couche mince servant d'interphase entre fibres et matrice, procédé de fabrication qui comprend :

- a. une première étape de consolidation de la dite préforme fibreuse (10) par deux couches, une interphase et une couche de matrice élaborées successivement par infiltration chimique à partir de la phase gazeuse dans une double enceinte spécifique (50) où règnent principalement des conditions de diffusion caractérisées par un mouvement aléatoire et non dirigé de ladite phase gazeuse vers la préforme fibreuse, la dite double enceinte spécifique comprenant deux parois, externe et interne, séparées par un espace libre de tout matériau (300), où : i) la première paroi externe qui est placée dans le flux gazeux réactif est caractérisée par le fait que toute partie de sa paroi (165) qui est directement exposée à un flux gazeux réactif (20) dont la direction fait un angle supérieur à 30 degrés par rapport à sa surface extérieure est gardée pleine et empêche toute entrée directe du flux gazeux convectif à l'intérieur de l'enceinte, et toute partie de sa paroi (100) qui n'est pas exposée à un flux direct ou fait un angle inférieur à 30 degrés par rapport à la direction de ce flux peut être percée d'ouvertures cylindriques (190) et/ou oblongues (195), celles-ci ayant respectivement un diamètre ou une largeur perpendiculairement à la projection sur la surface de la direction de l'écoulement gazeux, inférieure à environ une fois l'épaisseur de cette première paroi externe dans sa zone percée ; ii) la deuxième paroi interne, disposée à l'intérieur de la première paroi, est constituée de deux éléments d'un moule (200) appliqués l'un contre l'autre sur leur périphérie, ces éléments du moule ayant d'une part une surface intérieure (210) adaptée à la préforme fibreuse et d'autre part une surface extérieure (220) contre laquelle est appliquée une couche de matériau

- poreux (400) de type feutre ou tissu laissant séparées les deux parois externe et interne de la double enceinte par ledit espace libre de tout matériau (300) d'épaisseur supérieure à environ 3 mm, les dits éléments de moules étant percés sur toute ou partie de leur paroi d'ouvertures cylindriques (290) et/ou oblongues (295) dont, respectivement, le diamètre ou la largeur est inférieure à environ 5 mm et l'espacement maximum est inférieur à environ 3 mm ; iii) si nécessaire en cas de variations importantes de l'épaisseur de la préforme fibreuse à infiltrer, des variations locales de la géométrie des ouvertures pratiquées dans les parois, spécialement dans la paroi interne, modulent les conditions d'infiltration chimique ;
- b. au moins une deuxième étape de densification complète par la matrice de la préforme consolidée, en dehors de ladite double enceinte spécifique.

- [Revendication 2] Procédé selon la revendication 1 où l'infiltration chimique à partir de la phase gazeuse d'une couche épaisse de matrice est suivie d'une étape intermédiaire d'usinage selon la géométrie de la pièce finale, avant l'étape de densification complète par la matrice en dehors de la double enceinte spécifique.
- [Revendication 3] Procédé selon la revendication 1 comprenant une première étape de consolidation de la préforme fibreuse par l'interphase et une couche de matrice, une deuxième étape de densification complète de la préforme consolidée en dehors de la double enceinte spécifique, puis une troisième étape de rectification ou d'usinage suivie d'une étape de dépôt d'une couche de protection des fibres.
- [Revendication 4] Procédé selon une quelconque des revendications 1 à 3 où la paroi externe (100) et les éléments de moule (200) sont percés d'ouvertures cylindriques et/ou oblongues dont les sections sont, dans chacune des parois, identiques d'un point à un autre de leur surface.
- [Revendication 5] Procédé selon une quelconque des revendications 1 à 3 où la paroi externe (100) et les éléments de moule (200) sont percés d'ouvertures cylindriques et/ou oblongues dont les sections sont, dans au moins une des parois, différentes d'un point à un autre de la surface.
- [Revendication 6] Procédé selon une quelconque des revendications 1 à 5 où les éléments de moule (200) sont percés d'ouvertures cylindriques et/ou oblongues

dont la profondeur varie selon la position de ces ouvertures sur la surface des éléments de moule.

- [Revendication 7] Procédé selon une quelconque des revendications 1 à 6 où la variation d'épaisseur de l'interphase et de la couche de matrice est telle que les valeurs extrêmes d'épaisseur au sein de la préforme fibreuse consolidée ne varient pas de plus de 20% relativement à l'épaisseur moyenne de ces couches.
- [Revendication 8] Procédé selon une quelconque des revendications 1 à 6 où la paroi externe et les éléments de moule sont constitués par du carbone ou un matériau composite carbone-carbone revêtu ou non par une couche céramique, ou un matériau céramique, ou composite à matrice céramique.
- [Revendication 9] Procédé selon une quelconque des revendications 1 à 6 où les fibres sont des fibres en carbone, alumine, mullite ou carbure de silicium.
- [Revendication 10] Procédé selon une quelconque des revendications 1 à 9 où la préforme fibreuse constitue un renforcement par des fibres qui forment des fils allongés suivant une direction principale de renforcement (composite 1D), par des fils qui constituent des textiles avec deux directions principales de renforcement (composite 2D) ou qui comprennent en plus un renforcement partiel suivant une troisième direction (composite 2,5D), ou qui constituent un renforcement suivant N directions où $N \geq 3$.
- [Revendication 11] Procédé selon une quelconque des revendications 1 à 10 où l'interphase est constituée par au moins une couche constituée par du pyrocarbone, du nitrure de bore et/ou par le ternaire Si-B-N.
- [Revendication 12] Procédé selon la revendication 11 où la fabrication de l'interphase est effectuée par infiltration chimique isotherme à partir de la phase gazeuse et est suivi, sans remise à l'air, d'un traitement thermique à une température plus élevée que celle utilisée pour l'infiltration.
- [Revendication 13] Procédé selon la revendication 12 où le traitement thermique est effectué à une température et selon une durée qui, sous atmosphère inerte, n'altèrent pas de plus de 5% le module d'élasticité intrinsèque nominal des fibres indiqué par le fabricant des fibres.
- [Revendication 14] Procédé selon une quelconque des revendications 1 à 7 où la fabrication de la couche de matrice effectuée par infiltration chimique isotherme à partir de la phase gazeuse (ICVI) est constituée : - soit d'une couche unique d'un matériau pris parmi les groupes des oxydes, des carbures, des nitrures ou des siliciures ou par une combinaison de matériaux pris parmi au moins un de ces groupes ; - soit d'au moins deux sous-couches

- constituées chacune par un de ces matériaux.
- [Revendication 15] Procédé selon une quelconque des revendications 1 à 14 où toute la matrice est constituée d'au moins un matériau pris parmi les groupes des oxydes, des carbures, des nitrures ou des siliciures ou par une combinaison de matériaux pris parmi au moins un de ces groupes.
- [Revendication 16] Procédé selon la revendication 15 où la matrice est constituée principalement de carbure de silicium.
- [Revendication 17] Procédé selon une quelconque des revendications 1 à 16 où la deuxième étape de densification de la matrice est effectuée au moins en partie par infiltration chimique à partir de la phase gazeuse isotherme (ICVI), ou par infiltration chimique à partir de la phase gazeuse dans un gradient de température et/ou de pression.
- [Revendication 18] Procédé selon la revendication 17 où la matrice est constituée de phases de natures différentes qui comprennent un carbure d'un élément métallique ou métalloïdique et au moins, soit un carbure pris parmi le binaire bore-carbone, le ternaire silicium-bore-carbone, soit un borure métallique, l'élément bore étant préférentiellement apporté dans toutes ces couches par une phase gazeuse comprenant un trichlorure de bore de pureté inférieure à environ 99%.
- [Revendication 19] Procédé selon une quelconque des revendications 1 à 16 où la deuxième étape de densification de la matrice est effectuée au moins en partie par imprégnation par au moins un polymère précurseur de céramique suivi d'une pyrolyse.
- [Revendication 20] Procédé selon une quelconque des revendications 1 à 16 où la deuxième étape de densification de la matrice est effectuée au moins en partie en introduisant du carbone et une poudre céramique et en infiltrant un métal à base de silicium à l'état fondu.
- [Revendication 21] Procédé d'infiltration chimique à partir d'une phase gazeuse d'une interphase et d'une couche de matrice selon une quelconque des revendications 1 à 14 qui est mis en œuvre dans une installation d'infiltration chimique (500) où les parois (100) de la double enceinte (50) sont disposées verticalement et où les flux de gaz s'écoulant au long des différentes double enceintes sont identiques et ont une direction verticale ascendante ou descendante.
- [Revendication 22] Procédé d'infiltration chimique à partir d'une phase gazeuse d'une interphase et d'une couche de matrice selon une quelconque des revendications 1 à 14 qui est mis en œuvre dans une installation d'infiltration chimique où les parois (100) de la double enceinte (50) sont disposées

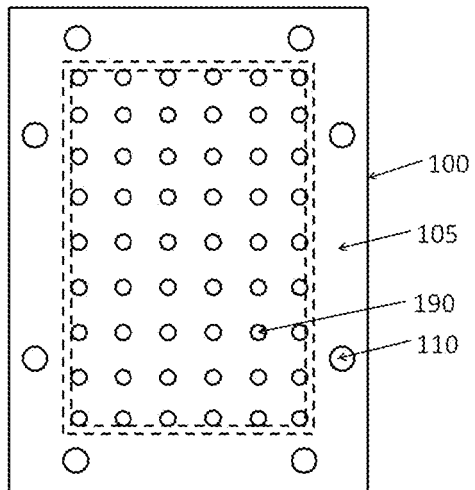
verticalement et où les flux de gaz s'écoulant au long des différentes double enceintes sont identiques et ont une direction horizontale.

[Revendication 23]

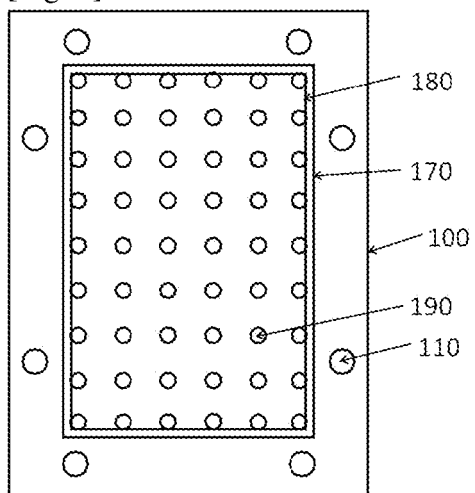
Procédé d'infiltration chimique à partir d'une phase gazeuse d'une interphase et d'une couche de matrice selon la revendication 22 qui est effectuée dans un dispositif d'infiltration chimique cylindrique (600) qui comprend :

- une entrée des gaz (610) vers une zone de préchauffage des gaz (640),
- une sortie des gaz (680), ces entrée-sortie étant situées à chacune des extrémités du cylindre vertical,
- une zone de dépôt cylindrique où, entre deux parois cylindriques (650) et (670) concentriques, des groupes de doubles enceintes d'infiltration chimique (50) ayant des parois 100 verticales sont disposés suivant des rayons du cylindre, un flux gazeux horizontal (620) identique étant introduit entre chaque groupe de doubles enceintes en utilisant, à travers la paroi cylindrique extérieure ou intérieure de la zone de dépôt, une perte de charge singulière à travers des ouvertures (655) entre le flux gazeux vertical (615) sortant de la zone de préchauffage et le flux gazeux horizontal de composante principale radiale (620) qui traverse la zone de dépôt cylindrique dans une direction principale centripète ou centrifuge.

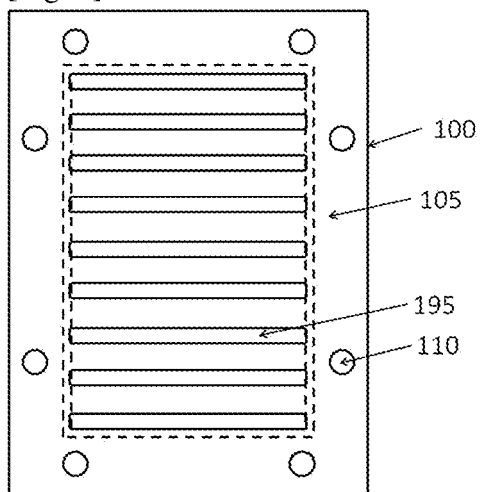
[Fig. 1]



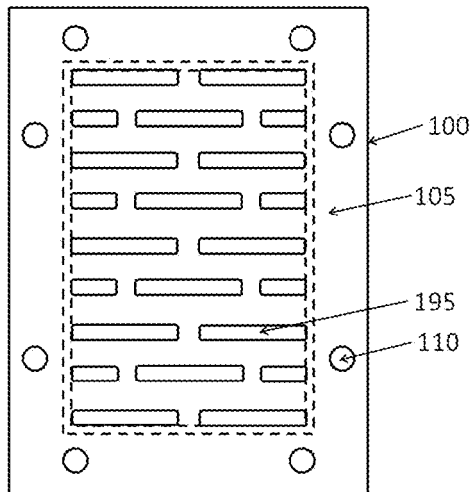
[Fig. 2]



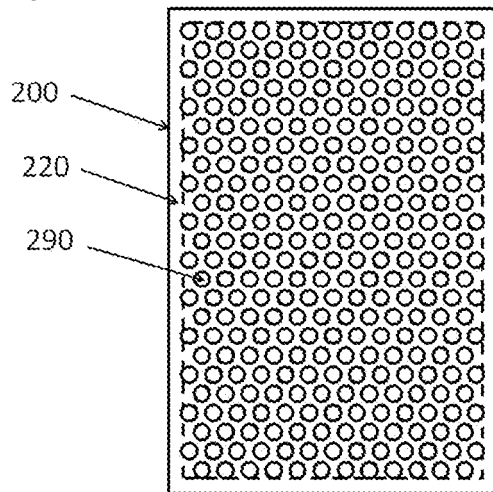
[Fig. 3]



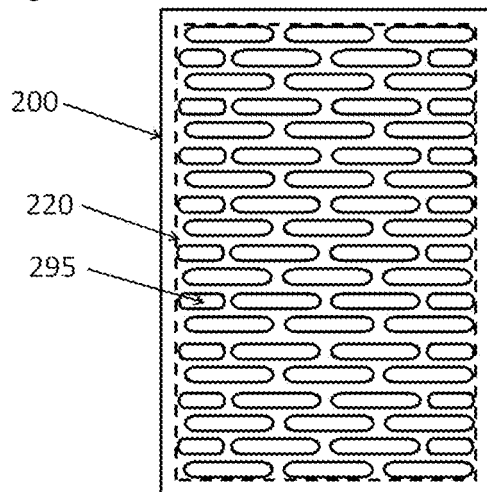
[Fig. 4]



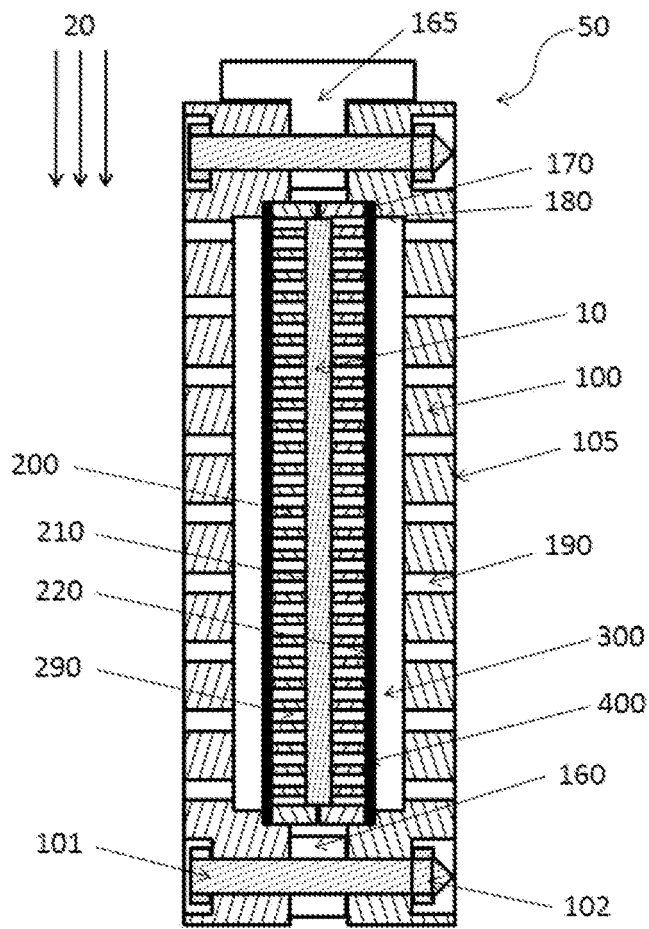
[Fig. 5]



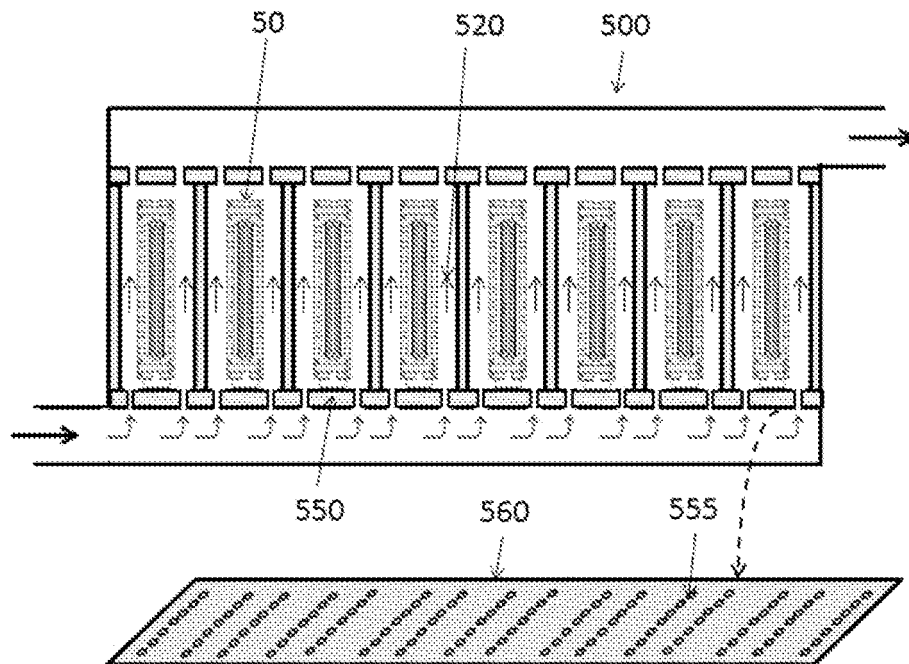
[Fig. 6]



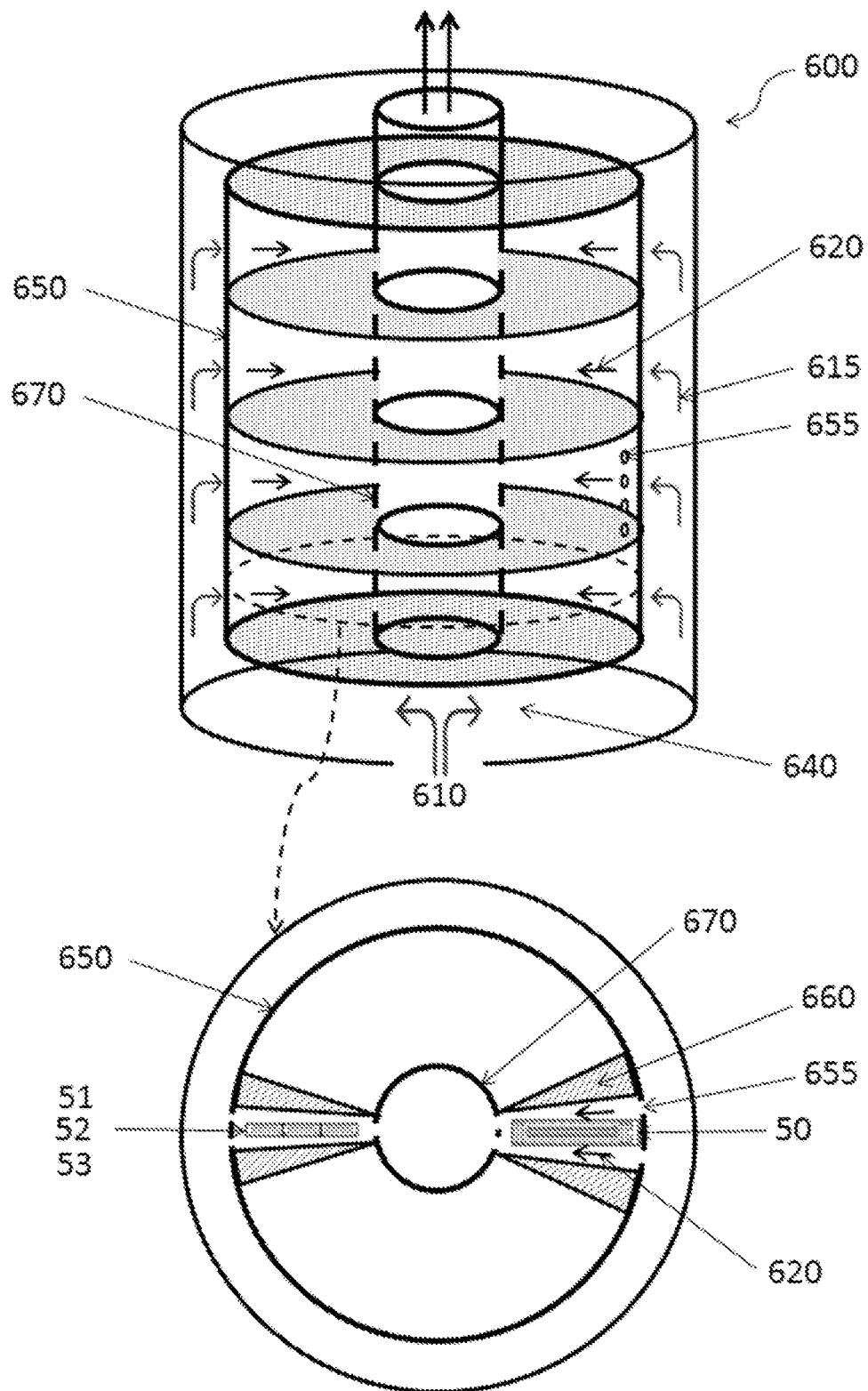
[Fig. 7]



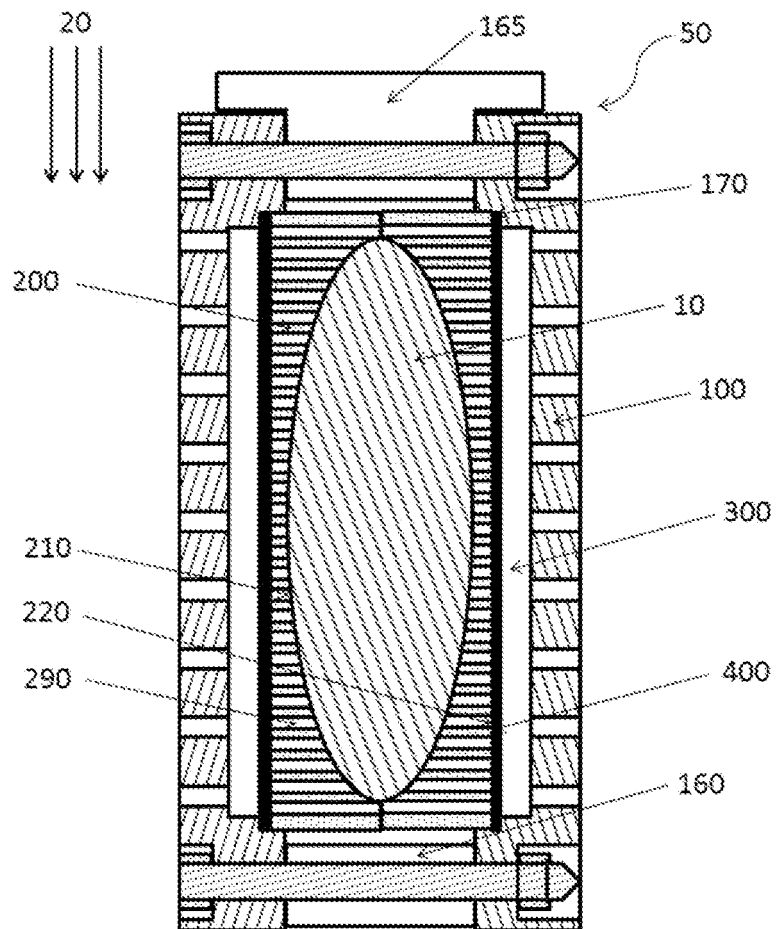
[Fig. 8]



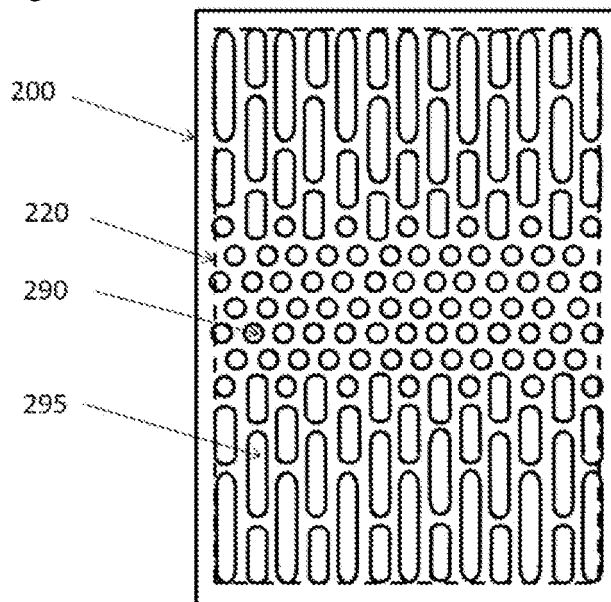
[Fig. 9]



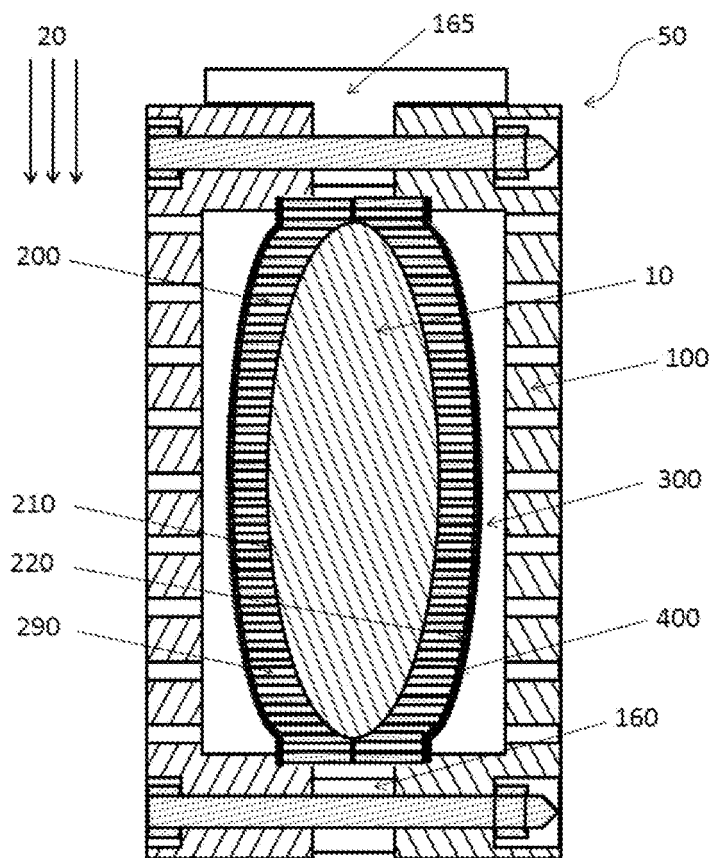
[Fig. 10]



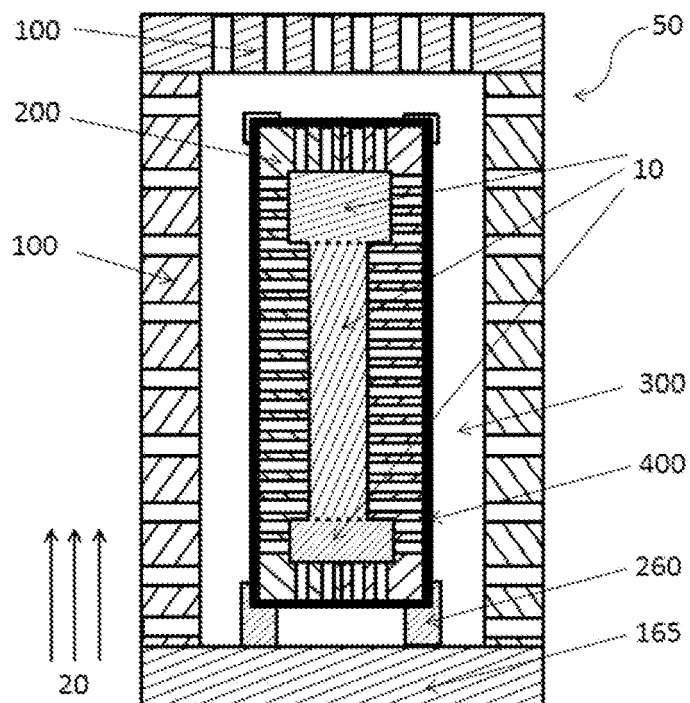
[Fig. 11]



[Fig. 12]



[Fig. 13]



RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement
national

FA 920834
FR 2302452

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
A	FR 3 106 829 A1 (VANDENBULCKE LIONEL GERARD [FR]; VANDENBULCKE MATHIEU PIERRE [FR]) 6 août 2021 (2021-08-06) * le document en entier *	1-23	C04B 41/52 C04B 41/89 C23C 16/30
A	US 5 217 755 A (THEBAULT JACQUES [FR] ET AL) 8 juin 1993 (1993-06-08) * figure 2 *	1-23	
A	DE 10 2012 100176 A1 (CVT GMBH & CO KG [DE]) 11 juillet 2013 (2013-07-11) * figure 1 *	1-23	
A	EP 3 551 593 B1 (SAFRAN CERAM [FR]) 27 janvier 2021 (2021-01-27) * figure 3 *	1-23	
A	US 2004/253377 A1 (BOK LOWELL D [US] ET AL) 16 décembre 2004 (2004-12-16) * figure 5 *	1-23	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
			C04B C23C
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
14 février 2024		Castagné, Caroline	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS			
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	

ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE **RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 2302452 FA 920834**

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.
 Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du **14-02-2024**
 Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
FR 3106829 A1	06-08-2021	CN 115515914 A	23-12-2022
		FR 3106829 A1	06-08-2021
		WO 2021156549 A1	12-08-2021

US 5217755 A	08-06-1993	FR 2670507 A1	19-06-1992
		US 5217755 A	08-06-1993

DE 102012100176 A1	11-07-2013	DE 102012100176 A1	11-07-2013
		EP 2766507 A1	20-08-2014
		JP 5881857 B2	09-03-2016
		JP 2015501884 A	19-01-2015
		US 2014356534 A1	04-12-2014
		WO 2013104685 A1	18-07-2013

EP 3551593 B1	27-01-2021	BR 112019011729 A2	22-10-2019
		CA 3046126 A1	14-06-2018
		CN 110062750 A	26-07-2019
		EP 3551593 A1	16-10-2019
		FR 3059679 A1	08-06-2018
		JP 7053621 B2	12-04-2022
		JP 2020500823 A	16-01-2020
		RU 2019120797 A	11-01-2021
		US 2020061868 A1	27-02-2020
		WO 2018104640 A1	14-06-2018

US 2004253377 A1	16-12-2004	AT E398193 T1	15-07-2008
		EP 1452624 A2	01-09-2004
		US 2004253377 A1	16-12-2004
