

⑫ **BREVET D'INVENTION** **B1**

⑤④ Installation de densification mixte de préformes poreuses.

②② Date de dépôt : 21.03.22.

③③ Priorité :

⑥③ Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

☐ Demande(s) d'extension :

⑦① Demandeur(s) : *SAFRAN CERAMICS Société
anonyme* — FR.

④③ Date de mise à la disposition du public
de la demande : 22.09.23 Bulletin 23/38.

④⑤ Date de la mise à disposition du public du
brevet d'invention : 15.03.24 Bulletin 24/11.

⑤⑥ Liste des documents cités dans le rapport de
recherche :

Se reporter à la fin du présent fascicule

⑦② Inventeur(s) : ROS William et GOUJARD Stéphane
Roger André.

⑦③ Titulaire(s) : *SAFRAN CERAMICS Société
anonyme.*

⑦④ Mandataire(s) : CABINET BEAU DE LOMENIE.



Description

Titre de l'invention : Installation de densification mixte de préformes poreuses

Domaine technique

[0001] L'invention concerne la densification de préformes poreuses combinant une infiltration chimique en phase gazeuse ou CVI et une infiltration par métal fondu (« melt infiltration »).

Technique antérieure

[0002] Un domaine d'application de l'invention est celui de la réalisation de pièces en matériau composite à matrice céramique (CMC) à base de carbure comme le matériau composite SiC/SiC.

[0003] Un procédé connu pour la fabrication de pièces en matériau CMC à base de carbure comprend les étapes suivantes :

[0004] - réalisation d'une préforme à partir de fibres carbure de silicium (SiC),

[0005] - dépôt d'une interphase en nitrure de bore (BN) ou en pyrocarbone (PyC) sur les fibres de la préforme par infiltration chimique en phase gazeuse (CVI),

[0006] - première densification de la préforme par CVI de SiC,

[0007] - deuxième densification par infiltration de la préforme avec une composition à base de silicium fondu, processus de densification connu sous la désignation processus MI ("Melt Infiltration").

[0008] Un tel procédé est notamment divulgué dans le document US 10 011 902 B1.

[0009] Ces première et deuxième densifications sont réalisées de manière indépendante, ce qui implique de faire subir à la préforme deux cycles thermiques complets comprenant chacun une montée en température pour atteindre une température de traitement et un refroidissement de la préforme. La deuxième densification réalisée par infiltration à base de silicium fondu nécessite un traitement thermique à des températures supérieures à celles de la première densification afin de faire fondre le bain d'alliage. L'addition de ces deux cycles thermiques sont susceptibles de dégrader les matériaux de la préforme en raison d'une exposition répétée de celle-ci à des températures élevées.

[0010] En outre, les deux traitements de densification sont chacun réalisés dans des installations différentes, ce qui allonge et complexifie le processus de fabrication des pièces.

[0011] Or, il existe un besoin pour fabriquer des pièces en matériau composite à matrice céramique à base carbure qui ne présente pas les inconvénients précités.

Exposé de l'invention

- [0012] A cet effet, la présente invention propose une installation de densification mixte de préformes poreuses, l'installation comprenant une enceinte renfermant une zone de traitement CVI comprenant au moins une entrée de gaz, une chambre de préchauffage, une chambre de réaction et au moins une sortie de gaz, la chambre de préchauffage étant présente entre ladite au moins une entrée de gaz et une première extrémité de la chambre de réaction, ladite au moins une sortie d'évacuation de gaz étant présente à une deuxième extrémité de la chambre de réaction opposée à la première extrémité, ladite au moins une entrée de gaz étant reliée à une conduite d'alimentation en gaz et ladite au moins une sortie de gaz étant reliée à une conduite d'évacuation de gaz, caractérisée en ce que l'enceinte renferme en outre une zone de traitement par infiltration de métal fondu présente en aval de la zone de traitement CVI, la zone de traitement par infiltration de métal fondu comprenant au moins un creuset ayant un volume interne destiné à contenir un bain de métal fondu, l'installation comprenant en outre des moyens de chauffage pour chauffer la zone de traitement CVI et la zone de traitement par infiltration de métal fondu, l'installation comprenant en outre un dispositif de support pour préformes poreuses destinées à être infiltrées, au moins le creuset ou le dispositif de support étant mobile à l'intérieur de l'enceinte et en ce que l'installation de densification mixte comprend une porte étanche présente entre la zone de traitement CVI et la zone de traitement par infiltration de métal fondu, ladite porte étanche étant mobile entre une position de fermeture dans laquelle les zones de traitement CVI et de traitement par infiltration de métal fondu sont séparées l'une de l'autre de manière étanche et une position d'ouverture dans laquelle les zones de traitement CVI et de traitement par infiltration de métal fondu communiquent entre elles.
- [0013] L'installation de l'invention regroupe à l'intérieur d'une même enceinte des moyens permettant de réaliser à la fois une densification CVI et une densification par infiltration de métal fondu, une porte étanche permettant d'isoler les deux zones de traitement afin de ne pas contaminer la zone de traitement par infiltration de métal fondu pendant le traitement CVI. Par conséquent, les traitements CVI et par infiltration de métal fondu peuvent être enchaînés au cours d'un seul cycle thermique, préservant ainsi la ou les préformes d'une exposition prolongée à des températures élevées. En outre, aucun déchargement et rechargement des préformes n'étant nécessaire entre les deux traitements, une économie significative de temps et de coût de fabrication (consommation énergétique pour cycle thermique) est réalisée.
- [0014] Selon un aspect particulier de l'installation de l'invention, l'installation comprend en outre un dispositif de mesure de masse auquel est relié le dispositif de support. Il est ainsi possible de suivre la progression de la densification par infiltration par un métal fondu des préformes et de stopper cette densification lorsqu'une masse prédéterminée est atteinte.

- [0015] Selon un autre aspect particulier de l'installation de l'invention, l'installation comprend en outre un dispositif de déplacement apte à déplacer le creuset par rapport au dispositif de support entre une première configuration dans laquelle les préformes poreuses sont à l'extérieur du volume interne du creuset ou à distance d'un ou plusieurs drains en communication avec le volume interne du creuset et une deuxième configuration dans laquelle les préformes poreuses sont au moins partiellement présentes dans ledit volume interne ou en contact avec ledit ou lesdits drains.
- [0016] L'invention a également pour objet un procédé de densification de préformes poreuses comprenant les étapes suivantes :
- [0017] - formation d'un chargement comprenant une pluralité de préformes poreuses sur un dispositif de support,
- [0018] - placement du chargement dans une chambre de réaction d'une zone de traitement CVI d'une installation de densification mixte selon l'invention,
- [0019] - chauffage de la zone de traitement CVI jusqu'à une température de traitement CVI déterminée,
- [0020] - injection d'un ou plusieurs gaz réactifs dans la chambre de réaction de la zone de traitement CVI,
- [0021] - chauffage d'une zone de traitement par infiltration de métal fondu de l'installation de densification mixte jusqu'à une température de fusion du métal présent dans la zone de traitement par infiltration de métal fondu,
- [0022] - ouverture d'une porte étanche de l'installation de densification mixte,
- [0023] - mise en contact direct ou via des drains des préformes avec le bain de métal fondu,
- [0024] - refroidissement des préformes densifiées.
- [0025] Les traitements CVI et par infiltration de métal fondu sont enchaînés au cours d'un même cycle thermique (pas de refroidissement des préformes entre les deux traitements) permettant ainsi de raccourcir significativement le temps de fabrication et le temps d'exposition des préformes à de hautes températures.
- [0026] Selon un aspect particulier du procédé de l'invention, celui-ci comprenant en outre, après l'étape d'injection d'un ou plusieurs gaz réactifs et avant l'étape d'ouverture de la porte étanche, une étape de balayage la zone de traitement CVI avec un gaz neutre comme par exemple de l'argon ou de l'azote. Cela permet d'éliminer les traces de résidus gazeux après le traitement CVI si nécessaire.
- [0027] Selon un autre aspect particulier du procédé de l'invention, l'étape de chauffage de la zone de traitement CVI comprend une première montée en température depuis une température ambiante jusqu'à la température de traitement CVI déterminée et le maintien de la température de traitement CVI sur une première durée déterminée, l'étape de chauffage de la zone de traitement par infiltration de métal fondu comprenant une deuxième montée en température depuis la température de traitement

CVI et jusqu'à la température de fusion du métal et le maintien de ladite température de fusion sur une deuxième durée déterminée.

[0028] Selon un autre aspect particulier du procédé de l'invention, la masse des préformes est mesurée en continu pendant l'étape de mise en contact direct ou via des drains des préformes avec le bain de métal fondu et dans lequel ladite étape de mise en contact est interrompue lorsque les préformes atteignent une masse prédéterminée. Il est ainsi possible de piloter précisément la densification des préformes lors de l'infiltration par un métal fondu.

[0029] Selon un autre aspect particulier du procédé de l'invention, un précurseur gazeux de type monométhylsilane (MMS) est injecté dans la chambre de réaction de la zone de traitement CVI. Ce type de précurseur permet d'obtenir des porosités résiduelles faibles, ce qui permet de minimiser la quantité de silicium dans la pièce et, par conséquent, d'améliorer les propriétés thermomécaniques du composite. Il possède en outre un caractère peu nocif vis-à-vis des éléments présents dans l'enceinte de l'installation.

Brève description des dessins

[0030] [Fig.1] La [Fig.1] est une vue schématique en coupe d'une installation de densification mixte en configuration traitement CVI selon un mode de réalisation de l'invention,

[0031] [Fig.2] La [Fig.2] est une vue schématique en coupe de l'installation de densification mixte de la [Fig.1] en configuration traitement par infiltration de métal fondu,

[0032] [Fig.3] La [Fig.3] est une courbe montrant un exemple de cycle thermique unique permettant de réaliser un traitement CVI et un traitement par infiltration de métal fondu de manière enchaîné dans l'installation des figures 1 et 2.

Description des modes de réalisation

[0033] L'invention s'applique d'une manière générale à la densification de préformes poreuses combinant une infiltration chimique en phase gazeuse ou CVI et une infiltration par métal fondu (« melt infiltration »). L'invention s'applique en particulier mais non exclusivement à la fabrication de pièces en matériau composite à matrice céramique (CMC) à base carbure tel que le matériau SiC/SiC.

[0034] La [Fig.1] illustre une installation de densification mixte de préformes poreuses 300 destinée à la densification de préformes poreuses conformément à un mode de réalisation de l'invention. L'installation 300 est délimitée par une enceinte 310 comprenant ici une paroi latérale cylindrique 311, une paroi de fond 312 et une paroi supérieure 113.

[0035] L'installation de densification mixte de préformes poreuses 300 comprend à l'intérieur de l'enceinte 310 une zone de traitement par infiltration chimique en phase

gazeuse ou CVI 100 comprenant une entrée de gaz 101 présente à une première extrémité de la zone de traitement CVI, une chambre de préchauffage 110, une chambre de réaction 120 et une sortie de gaz 130. L'entrée de gaz 101 comprend un port 102 relié à une conduite de gaz réactif 10. La chambre de préchauffage 110 comprend plusieurs plateaux multi-perforés 111, 112 et 113 et est présente entre l'entrée de gaz 101 et une première extrémité 121 de la chambre de réaction 120. La sortie d'évacuation de gaz 130 est présente à une deuxième extrémité 122 de la chambre de réaction opposée à la première extrémité 121. La zone de traitement CVI peut bien entendu comprendre plusieurs entrées de gaz.

- [0036] Dans l'exemple décrit ici, la sortie d'évacuation de gaz 130 comprend un module d'appauvrissement de phase gazeuse 131 comportant des événements 1310 reliés à une conduite d'évacuation de gaz (non représentée sur la [Fig.1]) connectée à l'enceinte 310 de l'installation.
- [0037] L'installation 300 comprend en outre à l'intérieur de l'enceinte 310 une zone de traitement par infiltration de métal fondu 200 présente en aval de la zone de traitement CVI 100, les zones de traitement CVI et de traitement par infiltration de métal fondu 100 et 200 étant superposées. La zone traitement par infiltration de métal fondu 200 comprend un creuset 210 ayant un volume interne contenant un métal sous forme solide 201. Dans la présente invention, on entend par « métal » des matériaux métalliques purs ou alliés comme par exemple du silicium ou un alliage de silicium. Le creuset 210 peut être en un matériau céramique. Le creuset 210 repose sur un plateau support 220. La zone de traitement par infiltration de métal fondu 200 comprend également une sortie d'évacuation de gaz 230 comprenant des événements 2300 reliés à une conduite d'évacuation de gaz (non représentée sur la [Fig.1]) connectée à l'enceinte 310 de l'installation.
- [0038] L'installation 300 comprend en outre une porte ou cloison étanche 320 présente entre la zone de traitement CVI 100 et la zone de traitement par infiltration de métal fondu 200. La porte étanche 320 est mobile entre une position de fermeture dans laquelle les zones de traitement CVI 100 et de traitement par infiltration de métal fondu 200 sont séparées l'une de l'autre de manière étanche ([Fig.1]) et une position d'ouverture dans laquelle les zones de traitement CVI 100 et de traitement par infiltration de métal fondu 200 communiquent entre elles ([Fig.2]).
- [0039] L'installation 300 comprend également un dispositif de support 330 maintenant en suspension une pluralité de préformes poreuses 20 destinées à être densifiées, le dispositif de support 330 étant maintenu en suspension dans l'enceinte 310 par une tige 351.
- [0040] L'installation 300 comprend encore des moyens de chauffage pour chauffer la zone de traitement CVI 100 et la zone de traitement par infiltration de métal fondu 200.

- [0041] Dans l'exemple décrit ici, le chauffage de l'installation est réalisé par induction. Plus précisément, la paroi latérale cylindrique 311 de l'enceinte 310 comprend un induit, ou suscepteur 3110, par exemple en graphite, qui est couplé avec un inducteur 3112 situé à l'extérieur du four et formé d'au moins une bobine d'induction. Un isolant 3111 est interposé entre l'inducteur 3112 et le suscepteur 3110. De façon bien connue, le chauffage des zones de traitement CVI 100 et de traitement par infiltration de métal fondu 200 est assuré par l'échauffement du suscepteur 3110 lorsque l'inducteur 3110 est alimenté avec une tension alternative. A cet effet, la ou les bobines de l'inducteur sont reliées à un générateur de tension alternative (non représenté). Le champ magnétique créé par l'inducteur 3112 induit dans le suscepteur 3110 un courant électrique qui provoque par effet Joule l'échauffement de celui-ci, les éléments présents à l'intérieur de l'enceinte 310 étant chauffés par rayonnement.
- [0042] Le chauffage des zones de traitement CVI 100 et de traitement par infiltration de métal fondu 200 peut être assuré par d'autres moyens tels que des moyens de chauffage électriques constitués par exemple de résistances chauffantes noyées dans la paroi latérale de l'enceinte.
- [0043] On décrit maintenant un exemple de densification de préformes poreuses avec l'installation de densification mixte 300. Dans l'exemple décrit ici, on réalise des pièces, par exemple des aubes ou des secteurs d'anneau pour turbine à gaz en matériau composite SiC/SiC, c'est-à-dire comprenant un renfort fibreux en fibres de carbure de silicium (SiC) et densifié par une matrice également en SiC.
- [0044] Pour la réalisation des préformes poreuses 20, on peut utiliser par exemple des fils en fibres SiC tels que ceux commercialisés par la société japonaise Nippon Carbon sous la dénomination "Hi-Nicalon S". La préforme est de préférence mais non exclusivement réalisée par tissage tridimensionnel, ou tissage multicouches. Le tissage peut être de type interlock mais d'autres armures de tissage tridimensionnel ou multicouches peuvent être utilisées comme par exemple des armures multi-toile ou multi-satin. On pourra se référer au document WO 2006/136755.
- [0045] Les préformes poreuses 20 sont éventuellement mises en forme avant leur montage sur le dispositif de support 330 et maintenues en forme par ce dernier.
- [0046] Une première étape préalable consiste à former un chargement consistant à fixer les préformes poreuses 20 sur le dispositif de support 330 et à placer ce chargement dans la chambre de réaction 120 de la zone de traitement CVI 100 en le reliant à la tige de guidage 351 comme illustré sur la [Fig.1]. A ce stade du procédé, la porte étanche 320 est en position de fermeture, c'est-à-dire que la zone de traitement CVI 100 est séparée de manière étanche de la zone de traitement par infiltration de métal fondu 200.
- [0047] Les moyens de chauffage de l'installation sont alors commandés pour chauffer la zone de traitement CVI 100 jusqu'à atteindre une température de traitement CVI dé-

terminée. Plus précisément, comme illustré sur la [Fig.3], une première montée ou rampe en température est réalisée avec les moyens de chauffage sur une plage de températures comprise entre une température de départ correspondant à la température ambiante T_A (typiquement environ 20°C) et une température de traitement CVI T_{CVI} et sur une durée comprise en T_0 et T_1 . La température de traitement CVI T_{CVI} peut être comprise entre 750°C et 850°C . L'installation 300 comprend de façon connue des moyens de mesure de la température dans les différentes zones afin de contrôler que les températures de traitement CVI et par infiltration de métal fondu sont bien atteintes avant de déclencher lesdits traitements.

- [0048] Un flux gazeux 10, contenant un précurseur gazeux de carbure de silicium comme par exemple du monométhylsilane (MMS) donnant du SiC par décomposition, est admis dans la chambre de réaction 120 à travers la conduite de gaz réactif 10 et le port d'injection 102. Le flux gazeux 11 est préchauffé durant sa circulation respectivement dans la chambre de préchauffage 110 avant son introduction dans la chambre de réaction 120. Le flux gazeux 11 circule au travers des préformes 20 présentes dans la chambre de réaction depuis la chambre de préchauffage 110 jusqu'à la sortie de gaz 130. Une matrice de SiC est déposée dans la porosité des préformes 20 par décomposition du flux gazeux 11. La température de traitement CVI T_{CVI} est maintenue sur une durée comprise entre T_1 et T_2 correspondant au niveau de densification CVI que l'on souhaite atteindre, cette durée étant en général calculée en fonction de la cinétique de dépôt et d'un taux de porosité cible. La durée du palier thermique entre T_1 et T_2 peut être comprise entre 10H et 50H.
- [0049] Les sous-produits 12 issus de la décomposition du flux gazeux 10 sont évacués par la sortie de gaz 130. De cette manière, la zone de traitement CVI 100 est purgée de toute espèce gazeuse résiduelle pouvant éventuellement contaminer la zone de traitement par infiltration de métal fondu 200 lors de l'ouverture de la porte étanche 320. La zone de traitement CVI 100 peut en outre être nettoyée après le traitement CVI et avant l'ouverture de la porte étanche en la balayant avec un gaz neutre.
- [0050] Une fois le traitement CVI terminée, les moyens de chauffage sont commandés pour porter l'installation et plus particulièrement la zone de traitement par infiltration de métal fondu 200 à la température de fusion du métal 201 présent dans le creuset 210. Plus précisément, comme illustré sur la [Fig.3], une deuxième montée ou rampe en température est réalisée avec les moyens de chauffage sur une plage de températures comprise entre la température de traitement CVI T_{CVI} et la température de fusion T_{MI} du métal 201 et sur une durée comprise en T_2 et T_3 . La température de fusion T_{MI} peut être comprise entre 1400°C et 1500°C .
- [0051] La température de fusion T_{MI} est maintenue sur une première durée comprise entre T_3 et T_4 afin d'obtenir la fusion du métal 201 ainsi qu'une fissuration de la matrice CVI

favorisant l'infiltration des préformes par le métal fondu.

- [0052] A l'issue de cette première durée d'exposition des préformes à la température de fusion T_{MI} , la porte étanche 320 est ouverte afin de permettre l'accès à la zone de traitement par métal fondu 200 comme illustré sur la [Fig.2].
- [0053] Les préformes 20 sont alors mises en contact avec un bain 2010 correspondant au métal 201 fondu, ici du silicium, pendant une durée comprise entre T_4 et T_5 . La mise en contact peut être directe, c'est-à-dire que les préformes sont directement trempées dans le bain de métal fondu, ou indirecte en mettant les préformes en contact avec un ou plusieurs drains (non représentés sur la [Fig.2]) eux-mêmes en contact avec le bain de métal fondu qui est alors acheminé jusqu'aux préformes par capillarité. La durée du palier thermique entre T_3 et T_5 peut être comprise entre 0.5H et 4H.
- [0054] La mise en contact des préformes 20 avec le bain 2010 peut être réalisée par déplacement du creuset 210, par déplacement du dispositif de support 330 ou par déplacement mutuel du dispositif de support 330 et du creuset 210. Dans le premier cas, l'installation 300 peut comprendre comme illustré ici un vérin 340 ayant une tige 341 reliée au plateau support 220 sur lequel repose le creuset 210. Dans cet exemple, le vérin 340 est situé à l'extérieur de l'enceinte 310. De la sorte, le vérin 340 permet de déplacer le creuset 210 avec un mouvement de translation verticale à l'intérieur de l'enceinte 310 depuis la zone de traitement par infiltration de métal fondu 200 vers la zone de traitement CVI 100 pour atteindre les préformes 20 présentes sur le dispositif de support 330 comme illustré sur la [Fig.2].
- [0055] Dans le deuxième cas, la tige 351 à laquelle est relié le dispositif de support 330 peut coopérer avec un actionneur 350 (figures 1 et 2) configuré pour déplacer verticalement le dispositif de support 330 entre la chambre de réaction 120 de la zone de traitement CVI 100 et la zone de traitement par infiltration de métal fondu 200 suivant la double direction D_v . L'actionneur 350 est commandé pour descendre la tige de guidage 341 sur une distance permettant la mise en contact des préformes avec le bain 2010 ou un ou plusieurs drains eux-mêmes en contact avec le bain.
- [0056] Dans le troisième cas, c'est-à-dire lors d'un déplacement mutuel du creuset 210 et du dispositif de support 330 les préformes 20 sont descendues dans la zone de traitement par infiltration de métal fondu 200 par la tige de guidage 351 sans entrer en contact avec le bain ou des drains, l'approche finale permettant la mise en contact des préformes avec le bain de métal fondu ou un plusieurs drains étant de préférence réalisée par translation verticale du creuset 210 au moyen du vérin 340 et de la tige 341.
- [0057] Dans l'exemple décrit ici, l'installation 300 comprend également un dispositif de mesure de la masse des préformes 20 correspondant ici à une balance du type peson intégré à l'actionneur 350 auquel le dispositif de support 330 est suspendu par le biais

de la tige d'interface 351. Dans cet exemple, la balance est située à l'extérieur de l'enceinte 310, au-dessus de la zone de traitement CVI 100. Bien entendu, d'autres dispositifs de mesure de masse peuvent être utilisés sans sortir du cadre de la présente invention.

- [0058] Dans l'exemple illustré, l'installation comprend également un système de contrôle 360 de la position relative entre les préformes et le creuset, qui est configuré pour commander le vérin 340 et/ou l'actionneur 350 en fonction de l'évolution de la masse des préformes 20 telle que mesurée par la balance. Ce système de contrôle 360 peut être par exemple un automate ou un ordinateur équipé d'une carte d'acquisition à entrées/sorties. Le système de contrôle 360 peut recevoir en entrée des signaux électriques provenant de la balance, et envoyer des signaux de commande en sortie au vérin 340 et/ou à l'actionneur 350. L'infiltration des préformes 20 par le métal fondu se termine lorsque la balance mesure une prise de masse prédéterminée correspondant au niveau de densification souhaité pour les préformes.
- [0059] Une fois la densification des préformes terminée, elles sont refroidies.
- [0060] On obtient alors des pièces en matériau composite SiC/SiC comprenant un renfort fibreux densifié par une matrice.
- [0061] Le traitement CVI est de préférence réalisé avec un précurseur gazeux de type mono-méthylsilane (MMS) car il permet d'obtenir des porosités résiduelles faibles. Ce type de précurseur possède en outre un caractère peu nocif vis-à-vis des éléments présents dans l'enceinte de l'installation et ne nécessite donc qu'un simple traitement de ses effluents dans la zone de traitement CVI.

Revendications

- [Revendication 1] Installation de densification mixte de préformes poreuses (300), l'installation comprenant une enceinte (310) renfermant une zone de traitement CVI (100) comprenant au moins une entrée de gaz (101), une chambre de préchauffage (110), une chambre de réaction (120) et au moins une sortie de gaz (130), la chambre de préchauffage (110) étant présente entre ladite au moins une entrée de gaz (101) et une première extrémité (121) de la chambre de réaction, ladite au moins une sortie d'évacuation de gaz (130) étant présente à une deuxième extrémité (122) de la chambre de réaction opposée à la première extrémité, ladite au moins une entrée de gaz étant reliée à une conduite d'alimentation en gaz (10) et ladite au moins une sortie de gaz étant reliée à une conduite d'évacuation de gaz, caractérisée en ce que l'enceinte (310) renferme en outre une zone de traitement par infiltration de métal fondu (200) présente en aval de la zone de traitement CVI (100), la zone de traitement par infiltration de métal fondu comprenant au moins un creuset (210) ayant un volume interne destiné à contenir un bain (2010) métal fondu, l'installation comprenant en outre des moyens de chauffage pour chauffer la zone de traitement CVI (100) et la zone de traitement par infiltration de métal fondu (200), l'installation comprenant en outre un dispositif de support (330) pour préformes poreuses (20) destinées à être infiltrées, au moins le creuset ou le dispositif de support étant mobile à l'intérieur de l'enceinte (310) et en ce que l'installation de densification mixte comprend une porte étanche (320) présente entre la zone de traitement CVI et la zone de traitement par infiltration de métal fondu, ladite porte étanche étant mobile entre une position de fermeture dans laquelle les zones de traitement CVI et de traitement par infiltration de métal fondu sont séparées l'une de l'autre de manière étanche et une position d'ouverture dans laquelle les zones de traitement CVI et de traitement par infiltration de métal fondu communiquent entre elles.
- [Revendication 2] Installation selon la revendication 1, comprenant en outre un dispositif de mesure de masse auquel est relié le dispositif de support (330).
- [Revendication 3] Installation selon la revendication 1 ou 2, comprenant en outre un dispositif de déplacement (340, 341) apte à déplacer le creuset (210) par rapport au dispositif de support (330) entre une première configuration dans laquelle les préformes poreuses (20) sont à l'extérieur du volume

interne du creuset ou à distance d'un ou plusieurs drains en communication avec le volume interne du creuset et une deuxième configuration dans laquelle les préformes poreuses sont au moins partiellement présentes dans ledit volume interne ou en contact avec ledit ou lesdits drains.

[Revendication 4]

Procédé de densification de préformes poreuses comprenant les étapes suivantes :

- formation d'un chargement comprenant une pluralité de préformes poreuses (20) sur un dispositif de support (330),
- placement du chargement dans une chambre de réaction (120) d'une zone de traitement CVI (100) d'une installation de densification mixte (300) selon l'une quelconque des revendications 1 à 3,
- chauffage de la zone de traitement CVI (100) jusqu'à une température de traitement CVI (T_{CVI}) déterminée,
- injection d'un ou plusieurs gaz réactifs (11) dans la chambre de réaction (120) de la zone de traitement CVI (100),
- chauffage d'une zone de traitement par infiltration de métal fondu (200) de l'installation de densification mixte (300) jusqu'à une température de fusion du métal (T_{MI}) présent dans la zone de traitement par infiltration de métal fondu,
- ouverture d'une porte étanche (320) de l'installation de densification mixte,
- mise en contact direct ou via des drains des préformes (20) avec le bain de métal fondu (2010),
- refroidissement des préformes densifiées.

[Revendication 5]

Procédé selon la revendication 4, comprenant en outre, après l'étape d'injection d'un ou plusieurs gaz réactifs et avant l'étape d'ouverture de la porte étanche, une étape de balayage la zone de traitement CVI (100) avec un gaz neutre.

[Revendication 6]

Procédé selon la revendication 4 ou 5, dans lequel l'étape de chauffage de la zone de traitement CVI (100) comprend une première montée en température depuis une température ambiante (T_A) jusqu'à la température de traitement CVI déterminée (T_{CVI}) et le maintien de la température de traitement CVI sur une première durée déterminée, l'étape de chauffage de la zone de traitement par infiltration de métal fondu comprenant une deuxième montée en température depuis la température de traitement CVI (T_{CVI}) et jusqu'à la température de fusion du métal (T_{MI}) et le maintien de ladite température de fusion sur une deuxième

durée déterminée.

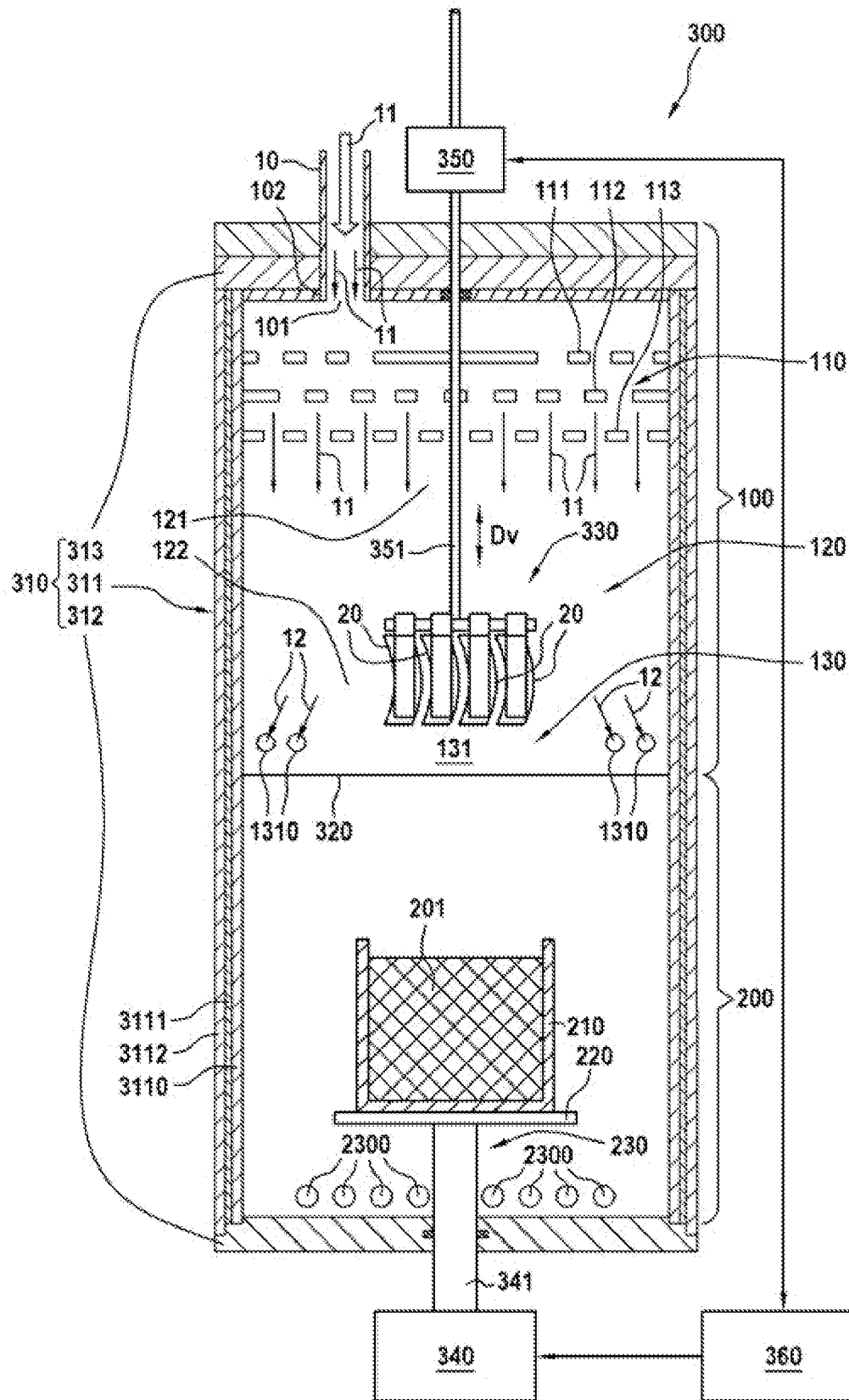
[Revendication 7]

Procédé selon l'une quelconque des revendications 4 à 6, dans lequel la masse des préformes (20) est mesurée en continu pendant l'étape de mise en contact direct ou via des drains des préformes avec le bain de métal fondu (2010) et dans lequel ladite étape de mise en contact est interrompue lorsque les préformes atteignent une masse prédéterminée.

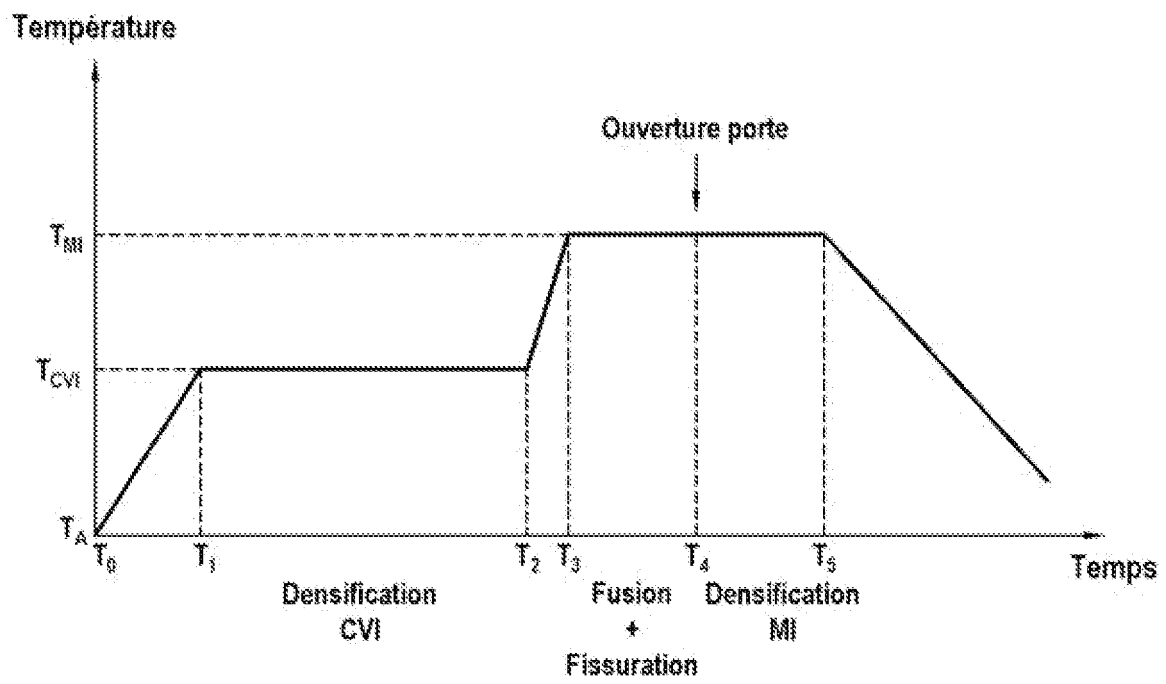
[Revendication 8]

Procédé selon l'une quelconque des revendications 5 à 7, dans lequel un précurseur gazeux de type monométhylsilane (MMS) est injecté dans la chambre de réaction de la zone de traitement CVI.

[Fig. 1]



[Fig. 3]



RAPPORT DE RECHERCHE

articles L.612-14, L.612-53 à 69 du code de la propriété intellectuelle

OBJET DU RAPPORT DE RECHERCHE

L'I.N.P.I. annexe à chaque brevet un "RAPPORT DE RECHERCHE" citant les éléments de l'état de la technique qui peuvent être pris en considération pour apprécier la brevetabilité de l'invention, au sens des articles L. 611-11 (nouveau) et L. 611-14 (activité inventive) du code de la propriété intellectuelle. Ce rapport porte sur les revendications du brevet qui définissent l'objet de l'invention et délimitent l'étendue de la protection.

Après délivrance, l'I.N.P.I. peut, à la requête de toute personne intéressée, formuler un "AVIS DOCUMENTAIRE" sur la base des documents cités dans ce rapport de recherche et de tout autre document que le requérant souhaite voir prendre en considération.

CONDITIONS D'ETABLISSEMENT DU PRESENT RAPPORT DE RECHERCHE

☐ Le demandeur a présenté des observations en réponse au rapport de recherche préliminaire.

☒ Le demandeur a maintenu les revendications.

☐ Le demandeur a modifié les revendications.

☐ Le demandeur a modifié la description pour en éliminer les éléments qui n'étaient plus en concordance avec les nouvelles revendications.

☐ Les tiers ont présenté des observations après publication du rapport de recherche préliminaire.

☐ Un rapport de recherche préliminaire complémentaire a été établi.

DOCUMENTS CITES DANS LE PRESENT RAPPORT DE RECHERCHE

La répartition des documents entre les rubriques 1, 2 et 3 tient compte, le cas échéant, des revendications déposées en dernier lieu et/ou des observations présentées.

☐ Les documents énumérés à la rubrique 1 ci-après sont susceptibles d'être pris en considération pour apprécier la brevetabilité de l'invention.

☒ Les documents énumérés à la rubrique 2 ci-après illustrent l'arrière-plan technologique général.

☐ Les documents énumérés à la rubrique 3 ci-après ont été cités en cours de procédure, mais leur pertinence dépend de la validité des priorités revendiquées.

☐ Aucun document n'a été cité en cours de procédure.

1. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE SUSCEPTIBLES D'ETRE PRIS EN CONSIDERATION POUR APPRECIER LA BREVETABILITE DE L'INVENTION

NEANT

2. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE ILLUSTRANT L'ARRIERE-PLAN TECHNOLOGIQUE GENERAL

US 9 758 436 B2 (ROLLS ROYCE CORP [US])
12 septembre 2017 (2017-09-12)

FR 3 063 724 A1 (SAFRAN CERAM [FR]; CENTRE
NAT RECH SCIENT [FR])
14 septembre 2018 (2018-09-14)

FR 3 074 173 A1 (SAFRAN CERAM [FR])
31 mai 2019 (2019-05-31)

XU Y ET AL: "Carbon/silicon carbide
composites prepared by chemical vapor
infiltration combined with silicon melt
infiltration",
CARBON, ELSEVIER OXFORD, GB,
vol. 37, no. 8,
1 janvier 1999 (1999-01-01), pages
1179-1187, XP004169418,
ISSN: 0008-6223, DOI:
10.1016/S0008-6223(98)00310-8

3. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE DONT LA PERTINENCE DEPEND DE LA VALIDITE DES PRIORITES

NEANT