



(51) Classification internationale des brevets :
C04B 41/85 (2006.01) F01D 5/28 (2006.01)

(21) Numéro de la demande internationale :
PCT/EP2015/065059

(22) Date de dépôt international :
2 juillet 2015 (02.07.2015)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :
1456392 3 juillet 2014 (03.07.2014) FR

(71) Déposant : HERAKLES [FR/FR]; Rue de Touban, Les
Cinq Chemins, F-33185 Le Haillan (FR).

(72) Inventeurs : COURCOT, Emilie; 85 avenue de Germin-
gnan, F-33320 Le Taillan (FR). PHILIPPE, Eric; 20 ave-
nue Victoria, F-33700 Merignac (FR). BOUILLON, Eric;
33 rue des Graves, F-33185 Le Haillan (FR). JIMENEZ,
Sébastien; 30 rue Duquesne, F-33000 Bordeaux (FR).

(74) Mandataires : LAIK, Eric et al.; Cabinet Beau De Lome-
nie, 158 Rue de l'Université, F-75340 Paris Cedex 07 (FR).

(81) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre
de protection nationale disponible) : AE, AG, AL, AM,
AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY,
BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM,
DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT,
HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR,
KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG,
MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM,
PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC,
SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN,
TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre
de protection régionale disponible) : ARIPO (BW, GH,
GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ,
TZ, UG, ZM, ZW), eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU,
TJ, TM), européen (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE,
DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU,
LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK,
SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ,
GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Publiée :

— avec rapport de recherche internationale (Art. 21(3))

(54) Title : METHOD FOR PRODUCING A PART COATED WITH A SURFACE COATING COMPRISING AN ALLOY

(54) Titre : PROCEDE DE FABRICATION D'UNE PIECE REVETUE PAR UN REVETEMENT DE SURFACE COMPOR-
TANT UN ALLIAGE

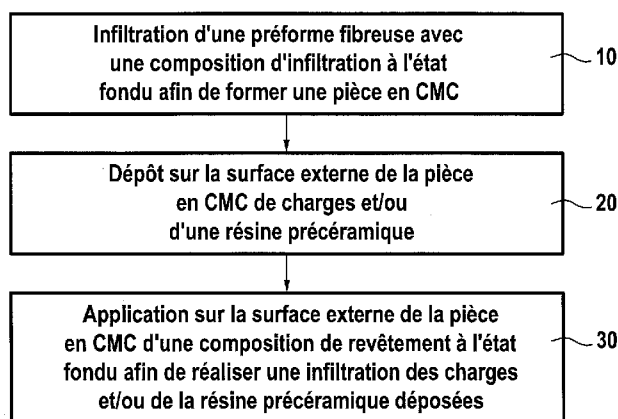


FIG.2

(57) Abstract : The invention concerns a method for produ-
cing a composite material part comprising a fibrous reinforce-
ment densified by a ceramic matrix, the part having an outer
surface and being coated on at least one part of the outer sur-
face of same with a surface coating in solid form comprising
an alloy, the method comprising the following steps: a) form-
ing the ceramic matrix of the composite material part by in-
filtrating the fibrous preform with an infiltration composition
in the melted state, the infiltration composition comprising si-
licon and having a first melting temperature, the infiltration
composition being brought into contact with all or part of a
first set of fillers present in the fibrous preform, and b) form-
ing the surface coating of the composite material part by in-
filtrating a second set of fillers and/or a preceramic resin with
a coating composition in the melted state, the coating compo-
sition having a second melting temperature lower than the
first melting temperature and a composition different to that
of the ceramic matrix, step b) being initiated after carrying out
step a).

(57) Abrégé :

[Suite sur la page suivante]

- 10 Infiltration of a fibrous preform with an infiltration composition in the
melted state in order to form a CMC part
20 Deposition, on the outer surface of the CMC part, of fillers and/or a
preceramic resin
30 Application, onto the outer surface of the CMC part, of a coating
composition in the melted state in order to infiltrate the deposited fillers and/or
preceramic resin





L'invention concerne un procédé pour la fabrication d'une pièce en matériau composite comportant un renfort fibreux densifié par une matrice céramique, la pièce présentant une surface externe et étant revêtue sur au moins une partie de sa surface externe par un revêtement de surface sous forme solide comportant un alliage, le procédé comportant les étapes suivantes : a) formation de la matrice céramique de la pièce en matériau composite par infiltration de la préforme fibreuse avec une composition d'infiltration à l'état fondu, la composition d'infiltration comportant du silicium et ayant une première température de fusion, la composition d'infiltration étant mise en contact avec tout ou partie d'un premier ensemble de charges présentes dans la préforme fibreuse, et b) formation du revêtement de surface de la pièce en matériau composite par infiltration d'un deuxième ensemble de charges et/ou d'une résine précéramique par une composition de revêtement à l'état fondu, la composition de revêtement ayant une deuxième température de fusion inférieure à la première température de fusion et une composition différente de celle de la matrice céramique, l'étape b) étant initiée après réalisation de l'étape a).

Procédé de fabrication d'une pièce revêtue par un revêtement de surface comportant un alliage

Arrière-plan de l'invention

5 L'invention concerne des procédés de fabrication de pièces en matériau composite à matrice céramique (CMC) comportant un revêtement de surface.

Les matériaux composites CMC sont aptes à constituer des pièces destinées à être exposées en service à des températures élevées et
10 présentent l'avantage de conserver de bonnes propriétés mécaniques à haute température.

Il est connu de traiter la surface des matériaux CMC en fonction des applications envisagées pour ces derniers. On peut par exemple réaliser, sur la surface du CMC, les revêtements suivants :

- 15 - revêtement de lissage pour la zone de pâle d'aube de turbine afin d'améliorer le caractère aérodynamique,
- barrière environnementale pour protéger le carbure de silicium (SiC) du phénomène de corrosion humide à haute température, ou
- revêtement permettant de limiter les phénomènes d'usure et
20 d'usure de contact (« fretting ») aux interfaces.

Actuellement, les revêtements fonctionnels sont réalisés sur le matériau composite à son stade final d'élaboration.

Il existe donc un découplage total entre la fabrication du CMC et la formation de son revêtement. Les revêtements à base d'oxydes
25 utilisés pour améliorer la tenue à la corrosion et lisser la surface peuvent être élaborés par projection plasma ou frittage flash. Les revêtements de type carbure peuvent, quant à eux, être réalisés par des technologies de dépose de poudre (peinture, trempage « dip-coating », injection ou surmoulage, par exemple) suivis d'une consolidation par voie gazeuse.

30 Les procédés actuels de fabrication de pièces en CMC revêtues présentent principalement deux inconvénients.

D'une part, ces procédés peuvent comporter un nombre élevé d'étapes et peuvent donc être relativement complexes et coûteux. D'autre part, l'accrochage sur le matériau composite du revêtement obtenu peut
35 ne pas être entièrement satisfaisant du fait du découplage existant entre la fabrication du CMC et la formation de son revêtement.

Par ailleurs, un autre problème est à prendre en considération pour les pièces en CMC lequel concerne les interactions chimiques que peuvent subir ces pièces avec le support sur lequel elles sont montées lors de leur utilisation. De telles interactions peuvent être problématiques dans la mesure où elles peuvent conduire à un endommagement des pièces en CMC et/ou des pièces métalliques.

Il existe donc un besoin pour obtenir des procédés plus simples et moins coûteux de préparation de pièces en CMC recouvertes par un revêtement.

Il existe aussi un besoin pour obtenir de nouvelles pièces en CMC présentant des interactions limitées avec le support sur lequel elles sont destinées à être montées lors de leur utilisation.

Il existe encore un besoin pour obtenir de nouvelles pièces en CMC présentant une résistance accrue aux phénomènes d'usure de contact (« fretting »).

Objet et résumé de l'invention

A cet effet, l'invention propose un procédé pour la fabrication d'une pièce en matériau composite comportant un renfort fibreux densifié par une matrice céramique, la pièce présentant une surface externe et étant revêtue sur au moins une partie de sa surface externe par un revêtement de surface sous forme solide comportant un alliage, le procédé comportant les étapes suivantes :

- a) formation de la matrice céramique de la pièce en matériau composite par infiltration de la préforme fibreuse avec une composition d'infiltration à l'état fondu, la composition d'infiltration comportant du silicium et ayant une première température de fusion, la composition d'infiltration étant mise en contact avec tout ou partie d'un premier ensemble de charges présentes dans la préforme fibreuse, et
- b) formation du revêtement de surface de la pièce en matériau composite par infiltration d'un deuxième ensemble de charges et/ou d'une résine précéramique par une composition de revêtement à l'état fondu, la composition de revêtement ayant une deuxième température de fusion inférieure à la première

température de fusion et une composition différente de celle de la matrice céramique.

Le procédé selon l'invention met, par conséquent, en œuvre deux étapes d'infiltration à l'état fondu (« melt-infiltration »), la première pour former la matrice céramique et la seconde pour former le revêtement de surface à l'aide d'une composition de revêtement comportant un alliage.

Le fait d'utiliser à la fois pour l'obtention de la matrice céramique et du revêtement de surface le même type de procédé contribue avantageusement à simplifier la préparation de la pièce revêtue.

Le fait d'utiliser une composition de revêtement de température de fusion inférieure à la température de fusion de la composition d'infiltration permet avantageusement, si l'étape b) est initiée après l'étape a), de ne pas faire fondre, à nouveau, la composition d'infiltration éventuellement encore présente dans la pièce en matériau composite.

Par « revêtement de surface », il faut comprendre un revêtement dont la majorité de la masse est présente sur la surface externe de la pièce. En d'autres termes, au moins 50%, de préférence au moins 60%, de préférence au moins 70%, de préférence au moins 80%, de préférence au moins 90%, de préférence au moins 95%, de préférence sensiblement 100%, de la masse du revêtement de surface est présente sur la surface externe de la pièce (donc à l'extérieur de la pièce).

Il est possible que le revêtement de surface pénètre légèrement dans la pièce, par exemple pour assurer sa fixation à cette dernière. Toutefois, le revêtement de surface ne pénètre, de préférence, sensiblement pas dans la pièce.

Le revêtement de surface est fixé à la surface externe de la pièce et peut pénétrer dans les pores de la surface externe de la pièce.

Par ailleurs, le revêtement de surface ne densifie, de préférence, pas le renfort fibreux.

Le revêtement de surface peut reprendre la forme de la pièce qu'il revêt. Ainsi, la surface du revêtement de surface située du côté opposé à la pièce peut avoir la même forme que la surface externe de la pièce.

La deuxième température de fusion peut avantageusement être inférieure ou égale à 1400°C.

L'alliage présent dans le revêtement de surface peut, par exemple, être au contact de la matrice céramique.

Dans un exemple de réalisation, la composition d'infiltration peut, lors de l'étape a), être mise en contact avec des charges réactives
5 présentes dans la préforme fibreuse, une réaction chimique pouvant avoir lieu entre la composition d'infiltration et les charges réactives lors de l'étape a). Ces charges réactives peuvent, par exemple, être choisies parmi : C, B₄C, SiB₆, et leurs mélanges.

Dans un exemple de réalisation, l'alliage du revêtement de
10 surface peut être un alliage de silicium. Dans ce cas, la composition de revêtement comporte un alliage de silicium.

Dans un exemple de réalisation, l'alliage du revêtement de surface peut être un alliage de silicium et de nickel ou un alliage de silicium et de cobalt. Dans ce cas, la composition de revêtement comporte
15 un alliage de silicium et de nickel ou un alliage de silicium et de cobalt.

La mise en œuvre de ce type d'alliages au sein du revêtement permet avantageusement de limiter les interactions, notamment les réactions chimiques, entre la pièce, d'une part, et le matériau constitutif du support sur lequel la pièce est destinée à être montée lors de son
20 utilisation, d'autre part.

Ainsi, les inventeurs ont constaté que la présence, au sein du revêtement de surface, de ces alliages particuliers permettait avantageusement de limiter les interactions entre la pièce et le support. Ainsi, la pièce fabriquée par le procédé selon l'invention présente
25 avantageusement des interactions limitées avec le superalliage à base de nickel et/ou cobalt du support de fixation, et ce grâce à la saturation du silicium par le nickel ou le cobalt présents au sein du revêtement.

Dans un exemple de réalisation, le revêtement de surface peut comporter une phase de NiSi₂ et/ou une phase de NiSi. En particulier, le
30 revêtement de surface peut comporter :

- une phase de NiSi₂ et éventuellement une phase de Si, et/ou
- une phase de NiSi et éventuellement une phase de Si.

Dans un exemple de réalisation, le revêtement de surface peut
35 comporter une phase de CoSi₂ et éventuellement une phase de Si.

Lorsque l'on utilise un alliage de silicium et de nickel, la teneur massique en silicium au sein de l'alliage peut être comprise entre 29% et 45 %, de préférence entre 40% et 45%.

5 Lorsque l'on utilise un alliage de silicium et de cobalt, la teneur massique en silicium au sein de l'alliage peut être comprise entre 34% et 90%, par exemple entre 40% et 90%, par exemple entre 42% et 70%, par exemple entre 45% et 60%.

10 Dans un exemple de réalisation, l'alliage du revêtement de surface peut être présent en une teneur massique supérieure ou égale à 5%, de préférence supérieure ou égale à 50%, par rapport à la masse du revêtement de surface.

L'épaisseur du revêtement de surface peut, sur tout ou partie de la surface externe de la pièce revêtue, être comprise entre 20µm et 1000µm, de préférence entre 50µm et 300µm.

15 En particulier, lorsque la pièce constitue une aube de moteur aéronautique, l'épaisseur du revêtement de surface peut, par exemple, être inférieure ou égale à 300 µm dans la zone du pied d'aube et/ou être inférieure ou égale à 100 µm dans la zone de la pale.

20 L'épaisseur du revêtement de surface peut varier lorsque l'on se déplace le long de la surface externe de la pièce.

Une telle variation de l'épaisseur permet avantageusement de disposer d'une pièce dont le revêtement présente différentes fonctions selon la zone considérée.

25 En variante, l'épaisseur du revêtement de surface peut être sensiblement constante lorsque l'on se déplace le long de la surface externe de la pièce.

Le revêtement de surface peut, en outre, comporter des charges et/ou un matériau céramique.

30 Les charges présentes au sein du revêtement de surface peuvent être choisies parmi : SiC, Si₃N₄ ou BN, et leurs mélanges.

35 Le matériau céramique présent au sein du revêtement de surface peut être choisi parmi les matériaux céramiques issus de la pyrolyse de résines précéramiques, les résines précéramiques étant par exemple choisies parmi : les polycarbosilanes, les polysilazanes, les polyborosilanes, et leurs mélanges.

Le revêtement de surface peut, dans un exemple de réalisation, présenter sensiblement la même composition lorsque l'on se déplace le long de la surface externe de la pièce.

5 En variante, la composition du revêtement de surface varie lorsque l'on se déplace le long de la surface externe de la pièce.

Une telle variation de la composition permet avantageusement de disposer d'une pièce dont le revêtement présente différentes fonctions selon la zone considérée.

10 Dans un exemple de réalisation, le revêtement de surface peut être présent sur une première et une deuxième région de la surface externe de la pièce et la composition et/ou l'épaisseur du revêtement de surface peut différer entre la première région et la deuxième région.

15 Comme expliqué plus haut, une telle caractéristique permet avantageusement de disposer d'une pièce dont le revêtement présente différentes fonctions selon la zone considérée.

Les fibres du renfort fibreux sont avantageusement revêtues d'une couche d'interphase.

20 L'utilisation d'une interphase est avantageuse dans la mesure où elle permet d'accroître la résistance mécanique des fibres constituant le renfort fibreux en permettant notamment une déviation des fissures éventuelles de la matrice afin que celles-ci n'affectent pas l'intégrité des fibres.

25 La couche d'interphase peut comporter, notamment consister en, du Pyrocarbone (PyC), du Pyrocarbone dopé par du bore ou du BN. La couche d'interphase peut être multi-séquencée ou non, comportant par exemple une répétition de séquences [PyC/Carbure], [BC/Carbure] ou [BN/Carbure].

30 Les fibres du renfort fibreux sont avantageusement revêtues d'une couche barrière, laquelle est par exemple sous la forme d'une matrice carbure auto-cicatrisante.

L'utilisation d'une telle couche barrière permet avantageusement de protéger les fibres contre l'oxydation et de générer un réseau de fissuration éloigné du renfort fibreux.

35 Dans un exemple de réalisation, l'étape b) peut être initiée après réalisation de l'étape a).

Dans un exemple de réalisation, l'étape b) peut, en outre, comporter l'application de la composition de revêtement à l'état fondu sur un dépôt du deuxième ensemble de charges et/ou de la résine précéramique présent sur la surface externe de la pièce en matériau composite.

Dans un exemple de réalisation, le deuxième ensemble de charges et/ou la résine précéramique ont été déposés, après l'étape a), sur la surface externe de la pièce en matériau composite.

Les charges du deuxième ensemble de charges peuvent ou non être réactives. Les charges non réactives du deuxième ensemble de charges peuvent, par exemple, être choisies parmi : SiC, Si₃N₄ ou BN, et leurs mélanges. Les charges réactives du deuxième ensemble de charges peuvent, par exemple, être choisies parmi : C, B₄C, SiB₆, et leurs mélanges.

La composition de revêtement à l'état fondu peut réagir chimiquement avec les charges réactives lors de sa mise en contact avec ces dernières. En variante, la composition de revêtement peut, une fois solidifiée, participer à assurer la liaison des charges présentes sur la surface externe de la pièce en matériau composite.

Le dépôt de charges du deuxième ensemble de charges et/ou de la résine précéramique peut avantageusement être d'épaisseur variable et/ou de composition variable lorsque l'on se déplace le long de la surface externe de la pièce, par exemple suivant les différentes zones fonctionnelles de la pièce.

Un tel dépôt permet avantageusement d'obtenir un revêtement présentant différentes fonctions selon la position sur la surface externe de la pièce.

Dans un exemple de réalisation, la pièce fabriquée peut constituer une aube de moteur aéronautique comportant au moins un pied d'aube et une pale et le revêtement de surface peut recouvrir au moins le pied d'aube. En variante, la pièce peut constituer un secteur d'anneau de turbine comportant une ou plusieurs portions d'accrochage à une structure de support d'anneau métallique et peut être telle que le revêtement de surface recouvre au moins la ou lesdites portions d'accrochage.

Brève description des dessins

D'autres caractéristiques et avantages de l'invention ressortiront de la description suivante de modes particuliers de réalisation de l'invention, donnés à titre d'exemples non limitatifs, en référence aux
5 dessins annexés, sur lesquels :

- la figure 1 représente une section schématique et partielle d'une pièce obtenue par un procédé selon l'invention,
- la figure 2 est un ordinogramme d'un exemple de procédé de préparation d'une pièce selon l'invention,
- 10 - la figure 3 est un ordinogramme plus détaillé d'un exemple de procédé de préparation d'une pièce selon l'invention,
- la figure 4 est une vue en perspective d'une aube de turbomachine fabriquée par un procédé selon l'invention, et
- la figure 5 est une vue en perspective d'une roue de
15 turbomachine comportant des aubes fabriquées par les procédés selon l'invention.

Description détaillée de modes de réalisation

On a représenté, à la figure 1, une section d'une pièce 1 en
20 matériau composite comportant un renfort fibreux (non représenté) densifié par une matrice céramique 2. La pièce 1 présente sur sa surface externe 3 un revêtement de surface sous forme solide 4.

Le revêtement de surface 4 peut, en outre, comporter des charges et/ou un matériau céramique.

25 Comme illustré, le revêtement de surface 4 ne pénètre pas au sein de la matrice 2. Le revêtement de surface 4 reste, en effet, dans l'exemple illustré entièrement sur la surface externe 3 de la pièce 1. On ne sort pas du cadre de l'invention si le revêtement de surface pénètre au sein de la matrice tant que la majorité de la masse de ce dernier reste sur
30 la surface externe de la pièce (donc à l'extérieur de celle-ci).

L'épaisseur e du revêtement de surface 4 peut comme illustré être sensiblement constante lorsque l'on se déplace le long de la surface externe 3 de la pièce. Dans une variante non illustrée, l'épaisseur e du revêtement de surface varie lorsque l'on se déplace le long de la surface
35 externe de la pièce.

Le revêtement de surface 4 peut comme illustré reprendre la forme de la pièce 1. Dans l'exemple illustré, la surface S du revêtement de surface située du côté opposé à la pièce 1 présente la même forme que la surface externe 3 de la pièce 1.

5 On va maintenant décrire plus en détail quelques éléments relatifs à la fabrication de matériaux composites comportant un renfort fibreux densifié par une matrice céramique utilisables dans le cadre de la présente invention.

10 La préforme fibreuse destinée à former le renfort fibreux de la pièce selon l'invention peut être obtenue par tissage multicouche entre une pluralité de couches de fils de chaîne et une pluralité de couches de trame. Le tissage multicouche réalisé peut être notamment un tissage à armure "interlock", c'est-à-dire une armure de tissage dans laquelle chaque couche de fils de trame lie plusieurs couches de fils de chaîne avec
15 tous les fils d'une même colonne de trame ayant le même mouvement dans le plan de l'armure.

D'autres types de tissage multicouche pourront bien entendu être utilisés.

20 Lorsque la préforme fibreuse est réalisée par tissage, le tissage peut être réalisé avec des fils de chaîne s'étendant dans la direction longitudinale de la préforme, étant noté qu'un tissage avec des fils de trame dans cette direction est également possible.

Dans un exemple de réalisation, les fils utilisés peuvent être des fils de carbure de silicium (SiC) fournis sous la dénomination "Nicalon",
25 « Hi-Nicalon » ou « Hi-Nicalon-S » par la société japonaise Nippon Carbon ou « Tyranno SA3 » par la société UBE et ayant un titre (nombre de filaments) de 0,5K (500 filaments).

Différents modes de tissage multicouche sont notamment décrits dans le document WO 2006/136755.

30 Le renfort fibreux de la pièce selon l'invention peut encore être formé à partir d'une préforme fibreuse obtenue par assemblage de deux textures fibreuses. Dans ce cas, les deux textures fibreuses peuvent être liées entre elles, par exemple par couture ou aiguilletage. Les deux textures fibreuses peuvent notamment être chacune obtenue à partir
35 d'une couche ou d'un empilement de plusieurs couches de :

- tissu unidimensionnel (UD),

- tissu bidimensionnel (2D),
- tresse,
- tricot,
- feutre,

5 - nappe unidirectionnelle (UD) de fils ou câbles ou nappes multidirectionnelle (nD) obtenue par superposition de plusieurs nappes UD dans des directions différentes et liaison des nappes UD entre elles par exemple par couture, par agent de liaison chimique ou par aiguilletage.

10 Dans le cas d'un empilement de plusieurs couches, celles-ci sont liées entre elles par exemple par couture, par implantation de fils ou d'éléments rigides ou par aiguilletage.

15 Comme décrit ci-avant, une préforme fibreuse destinée à former le renfort fibreux d'une pièce selon l'invention peut être obtenue par tissage multicouche, ou par empilement de structures fibreuses. Pour des aubes de turbomachine destinées à une utilisation à température élevée et notamment en environnement corrosif (notamment humidité), on peut avantageusement utiliser pour le tissage des fils formés de fibres en céramique, notamment des fibres de carbure de silicium (SiC). Pour des pièces de plus courtes durées d'utilisation, des fibres de carbone peuvent être également utilisées.

20 La pièce peut comporter un renfort en fibres de carbone et/ou céramique densifié par une matrice céramique par exemple choisie parmi les matrices SiC/Si, Si₃N₄/SiC/Si, SiB ou SiMo.

25 On va maintenant décrire, en lien avec les figures 2 et 3, des procédés de préparation selon l'invention.

 On a représenté à la figure 2 un ordinogramme représentant les étapes d'un exemple de réalisation d'un procédé selon l'invention.

30 Une préforme fibreuse comportant des charges, par exemple choisies parmi SiC, Si₃N₄, C, B et leurs mélanges, est tout d'abord infiltrée par une composition d'infiltration à l'état fondu comportant du silicium (étape 10). Après mise en contact entre la composition d'infiltration et les charges, une pièce en matériau composite comportant une matrice céramique est obtenue. Lorsqu'il y a réaction entre la composition d'infiltration et des charges réactives présentes dans la préforme fibreuse, 35 sensiblement l'intégralité des charges réactives peut être consommée. En

variante, seule une partie des charges réactives est consommée durant cette réaction.

La composition d'infiltration peut être constituée de silicium fondu ou en variante être sous la forme d'un alliage fondu de silicium et d'un ou plusieurs autres constituants. Le(s) constituant(s) présent(s) au sein de l'alliage de silicium peuvent être choisi(s) parmi B, Al, Mo, Ti, et leurs mélanges.

Les fibres du renfort fibreux peuvent, avant infiltration de la composition d'infiltration, avoir été revêtues d'une couche d'interphase, par exemple en BN ou BN dopé par du silicium, ainsi que d'une couche de carbure, par exemple en SiC et/ou Si₃N₄, par exemple réalisée par voie gazeuse.

La matrice peut être obtenue par réaction entre des charges solides, par exemple de type C, SiC, introduites par voie barbotine ou pré-imprégnées, et un alliage fondu à base de silicium. La réaction peut se produire à une température supérieure ou égale à 1420°C. Compte tenu des températures élevées mises en œuvre, il peut être avantageux que le renfort fibreux soit constitué de fibres thermostables, par exemple de type Hi-Nicalon voire Hi-Nicalon S.

Une fois la matrice céramique obtenue, on procède au dépôt de charges et/ou d'une résine précéramique sur la surface externe de la pièce (étape 20).

L'étape 30 menée par la suite consiste à appliquer sur la surface externe de la pièce en CMC une composition de revêtement à l'état fondu, cette composition de revêtement ayant une température de fusion inférieure à la température de fusion de la composition d'infiltration ayant permis de former la matrice céramique de densification du renfort fibreux. La composition de revêtement à l'état fondu s'infiltre, durant l'étape 30, au sein des charges et/ou de la résine précéramique déposées sur la surface externe de la pièce. La température imposée lors de l'étape b) est inférieure à la température imposée lors de l'étape a).

Ainsi, deux étapes successives d'infiltration à l'état fondu (« melt-infiltration ») sont réalisées, la première pour réaliser la matrice céramique (étape 10) puis la seconde pour réaliser le revêtement de surface (étape 30).

On a représenté à la figure 3 un ordinogramme plus détaillé d'un procédé de fabrication selon l'invention selon l'exemple de réalisation représenté à la figure 2. Ce procédé peut comporter les étapes suivantes :

- 5 - préparation d'une préforme fibreuse, par exemple à base de fibres Hi-Nicalon S (étape 5), par exemple par tissage et préformage par voie liquide et/ou gazeuse, les fibres de la préforme fibreuse étant revêtues d'une couche d'interphase (étape 6), par exemple en PyC ou BN, et d'un revêtement permettant (i) d'éviter une réaction entre la composition d'infiltration, d'une part, et les fibres et l'interphase d'autre part et (ii) de consolider la préforme fibreuse (étape 7), le revêtement étant par exemple en carbure, par exemple en SiC, B₄C et/ou SiBC, et pouvant comporter une matrice auto-cicatrisante, le revêtement pouvant être déposé par CVI,
- 10 - usinage de la préforme fibreuse (étape 8, cette étape est optionnelle dans l'exemple de réalisation considéré),
- 15 - introduction, au sein de la préforme fibreuse, d'un premier ensemble de charges, par exemple de charges réactives, par voie barbotine (« Slurry cast ») (étape 9), les charges étant par exemple choisies parmi SiC, Si₃N₄, C, B, et leurs mélanges, et l'excédent de charges en surface étant éventuellement éliminé totalement ou partiellement à l'issue du « slurry cast »,
- 20 - infiltration de la préforme fibreuse avec la composition d'infiltration à l'état fondu (étape 10 ; procédé d'infiltration à l'état fondu) pour former la matrice céramique, cette infiltration étant éventuellement précédée d'une étape de désoxydation de la préforme fibreuse et de la composition d'infiltration, l'infiltration permettant par exemple de former majoritairement du carbure de silicium avec un minimum de silicium résiduel,
- 25 - nettoyage du composite par exemple par opération simple de sablage ou écouvillage (cette étape est optionnelle dans l'exemple de réalisation considéré),
- 30 - dépôt sur la surface externe de la pièce en matériau composite d'un deuxième ensemble de charges (étape 20), par exemple choisies parmi : SiC, Si₃N₄, C, Mo₂C, B₄C et leurs mélanges, et/ou d'une résine précéramique, par exemple de PCS, PSZ ou d'une résine phénolique, le dépôt étant par exemple effectué par trempage (« dip-
- 35

coating »), surmoulage ou RTM, le dépôt effectué pouvant être d'épaisseur variable et/ou de composition variable lorsque l'on se déplace le long de la surface externe de la pièce, par exemple suivant les différentes zones fonctionnelles de la pièce, dans l'exemple illustré à la figure 3, un dépôt de charges de SiC a été réalisé,

- infiltration de la surface externe de la pièce par une composition de revêtement à l'état fondu ayant un point de fusion inférieur à celui de la composition d'infiltration (étape 30), cette infiltration étant éventuellement précédée d'une étape de désoxydation de la pièce et de la composition de revêtement,

- usinage de finition (étape 31 ; cette étape est optionnelle dans l'exemple de réalisation considéré).

L'invention est applicable à différents types d'aubes de turbomachine, notamment des aubes de compresseur et de turbine de différents corps de turbines à gaz, par exemple une aube de roue mobile de turbine basse pression, telle que celle illustrée à la figure 4.

L'aube 100 de la figure 4 comprend de façon en soi bien connue, une pale 101, un pied 102 formé par une partie de plus forte épaisseur, par exemple à section en forme de bulbe, prolongé par une échasse 103, une plateforme intérieure 110 située entre l'échasse 103 et la pale 101 et une plateforme extérieure ou talon 120 au voisinage de l'extrémité libre de la pale. Le pied d'aube 102 est, dans l'exemple illustré, recouvert par un revêtement de surface (non représenté). Bien entendu, on ne sort pas du cadre de la présente invention si le pied d'aube est revêtu par un premier revêtement de surface et la pale est revêtue par un deuxième revêtement de surface, identique ou différent du premier revêtement de surface, permettant par exemple de lisser la surface de ladite pale.

On a représenté à la figure 5 un exemple de roue 200 de turbomachine comportant des aubes fabriquées par un procédé selon l'invention selon l'invention.

Les pièces fabriquées par les procédés selon l'invention peuvent être fixées sur différents types de rotors de turbines, notamment des rotors de compresseur et de turbine de différents corps de turbines à gaz, par exemple une roue mobile de turbine basse pression (BP), telle que celle illustrée par la figure 5.

La figure 5 montre une roue 200 de turbomachine comprenant un moyeu 130 sur lequel sont montées une pluralité d'aubes 100 fabriquées par un procédé selon l'invention, chaque aube 100 comportant un pied 102 formé par une partie de plus forte épaisseur, par exemple à section en forme de bulbe, qui est engagée dans un logement correspondant 131 ménagé à la périphérie du moyeu 130 et une pale 101. La paroi des logements 131 comporte du nickel et/ou du cobalt.

La roue 200 comporte, en outre, plusieurs éléments de talon d'aube 120 montés sur chacune des aubes 100.

On peut fixer des pièces fabriquées par les procédés selon l'invention sur des turbines de turboréacteurs basse ou haute pression.

Les pièces fabriquées par les procédés selon l'invention peuvent équiper des turboréacteurs par exemple de type CFM 56, LEAP X ou M88. Les pièces fabriquées par les procédés selon l'invention peuvent aussi équiper des turbines à gaz.

Exemple

Une texture Guipex® a été utilisée afin de former le renfort fibreux d'une pièce selon l'invention. Cette texture était formée de fibres Hi-Nicalon® Type S commercialisées par la société Nippon Carbon, présentait une armure de tissage de type « Interlock » et vérifiait les caractéristiques suivantes : ratio fils de chaîne / fils de trame = 55/45, 10 fils de chaîne / cm et 7,5 fils de trame / cm.

Cette texture a été placée dans un conformateur en graphite afin d'obtenir un taux de fibres de 40% en volume. La texture maintenue dans le conformateur a alors été consolidée par un procédé d'infiltration chimique en phase vapeur afin de déposer sur les fibres une couche de nitrure de bore (BN) et une couche de carbure de silicium. La texture consolidée a été extraite du conformateur et une nouvelle étape d'infiltration chimique en phase vapeur a été réalisée afin de compléter la densification de la texture et déposer dans sa porosité du carbure de silicium. La texture consolidée et partiellement densifiée ainsi obtenue présentait une densité de 2,0 et une porosité résiduelle de 30% en volume.

Une barbotine comprenant un milieu liquide aqueux chargé à 20 % en volume d'une poudre de carbure de silicium a été injectée dans

la texture consolidée partiellement densifiée par un procédé d'aspiration de poudre submicronique. La poudre de carbure de silicium utilisée présentait une granulométrie d50 de 0,6 μm . La texture imprégnée par la barbotine a ensuite été placée dans une étuve et séchée pendant trois heures à 60°C. A l'issue de cette étape, la texture obtenue présentait une densité de 2,3 et une porosité de 23 % en volume.

La densification de la texture ainsi obtenue a alors été finalisée par infiltration de silicium à l'état fondu. Avant d'infiltrer la texture par le silicium fondu, une composition anti-mouillante à base de nitrure de bore a été appliquée sur les faces de la texture afin d'empêcher le silicium fondu de déborder à l'extérieur de la pièce. La texture a ensuite été infiltrée par du silicium à l'état fondu. L'infiltration par le silicium fondu a été réalisée sous 5 mbar d'argon avec deux paliers de température consécutifs :

- une première température de 1395°C a été imposée pendant une heure, cette température a été atteinte avec une rampe de 600°C/heure,
- une deuxième température de 1450°C a été imposée pendant 30 minutes, cette température a été atteinte avec une rampe de 120°C/heure.

Durant l'infiltration, la pièce était posée sur un drain C/C qui permettait de l'alimenter en silicium.

A l'issue de l'infiltration, la composition anti-mouillante a été éliminée par nettoyage à l'eau distillée et aux ultrasons. A ce stade, la pièce présentait une densité de 2,8 et une porosité de l'ordre de 2 % en volume.

La surface externe de la pièce obtenue a alors été revêtue par une composition comprenant des particules de carbure de silicium de granulométrie 9 μm , du polycarbosilane et un solvant (xylène). Le polycarbosilane a alors été réticulé sous argon par mise en œuvre du traitement thermique suivant :

- montée à 90°C en 1 heure,
- palier à 90°C pendant 1 heure,
- montée à 220°C en 100 minutes,
- palier à 220°C pendant 1 heure,
- montée à 350°C en 1 heure,

- palier à 350°C pendant 1 heure,
- refroidissement naturel.

Le polycarbosilane a ensuite été pyrolysé sous azote à 900°C pendant 1 heure (montée à 100°C/heure).

5 Une phase de carbure de silicium issue de la pyrolyse du PCS et une phase particulière de carbure de silicium étaient présentes sur la surface externe de la pièce en matériau composite. Un alliage de silicium et de nickel à l'état fondu ayant une teneur atomique en nickel de 44% et une teneur atomique en silicium de 56% (correspondant à une teneur
10 massique en silicium dans l'alliage d'environ 38%) a ensuite été appliqué de manière à infiltrer les phases de carbure de silicium présentes en surface. L'infiltration par l'alliage de silicium et de nickel a été réalisée sous vide secondaire avec deux paliers de température consécutifs :

- une première température de 950°C a été imposée pendant
15 deux heures, cette température a été atteinte avec une rampe de 600°C/heure,
- une deuxième température de 1020°C a été imposée pendant 30 minutes, cette température a été atteinte avec une rampe de 120°C/heure.

20 La zone à densifier par l'alliage est en contact avec un mat de carbone qui permet d'alimenter la pièce en alliage. Un revêtement solide de 100 µm d'épaisseur a été obtenu.

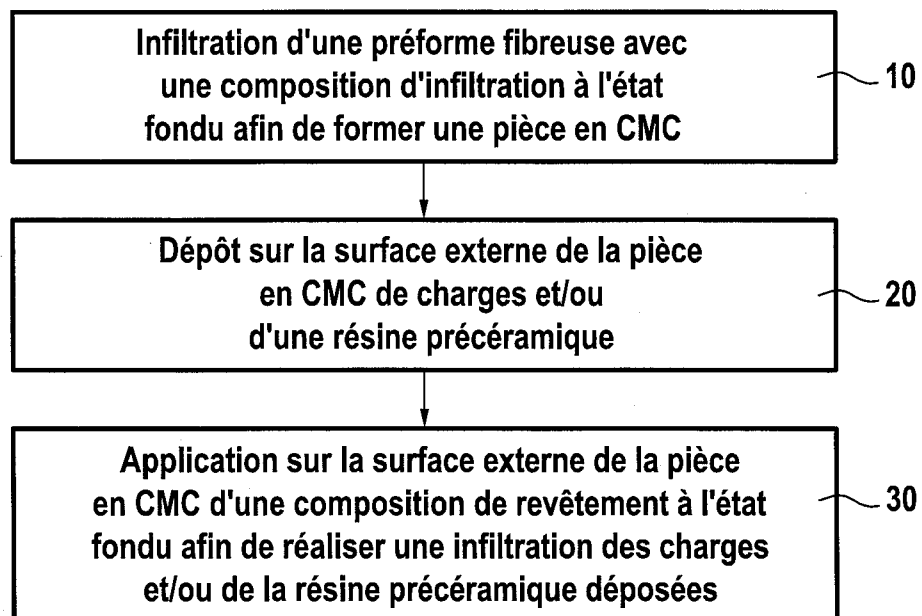
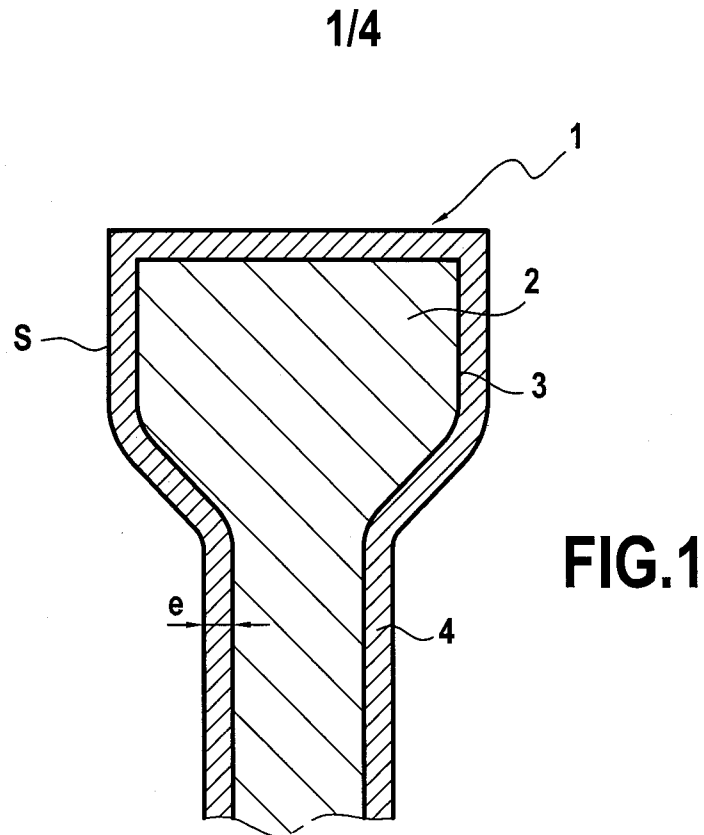
25 L'expression « comportant/contenant un(e) » doit se comprendre comme « comportant/contenant au moins un(e) ».

L'expression « compris(e) entre ... et ... » ou « allant de ... à ... » doit se comprendre comme incluant les bornes.

REVENDEICATIONS

1. Procédé pour la fabrication d'une pièce (1) en matériau composite comportant un renfort fibreux densifié par une matrice céramique (2), la
5 pièce (1) présentant une surface externe (3) et étant revêtue sur au moins une partie de sa surface externe (3) par un revêtement de surface (4) sous forme solide comportant un alliage, le procédé comportant les étapes suivantes :
- a) formation de la matrice céramique (2) de la pièce (1) en
10 matériau composite par infiltration de la préforme fibreuse avec une composition d'infiltration à l'état fondu, la composition d'infiltration comportant du silicium et ayant une première température de fusion, la composition d'infiltration étant mise en contact avec tout ou partie d'un premier ensemble de charges présentes dans la préforme fibreuse, et
- b) formation du revêtement de surface (4) de la pièce (1) en
15 matériau composite par infiltration d'un deuxième ensemble de charges et/ou d'une résine précéramique par une composition de revêtement à l'état fondu comportant un alliage, la composition de revêtement ayant une deuxième température de fusion inférieure à la première
20 température de fusion et une composition différente de celle de la matrice céramique (2), l'étape b) étant initiée après réalisation de l'étape a).
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'alliage du
25 revêtement de surface (4) est un alliage de silicium.
3. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 et 2, caractérisé en ce que l'alliage du revêtement de surface (4) est un alliage de silicium et de nickel ou un alliage de silicium et de cobalt.
30
4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que l'alliage du revêtement de surface (4) est présent en une teneur massique supérieure ou égale à 5% par rapport à la masse du revêtement de surface (4).
35

5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que l'épaisseur (e) du revêtement de surface (4) est, sur tout ou partie de la surface externe (3) de la pièce (1) revêtue, comprise entre 20 μm et 1000 μm .
- 5
6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que le revêtement de surface (4) est présent sur une première et une deuxième région de la surface externe (3) de la pièce (1) et en ce que la composition et/ou l'épaisseur (e) du revêtement de surface (4) diffère entre la première région et la deuxième région.
- 10
7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que la composition d'infiltration est, lors de l'étape a), mise en contact avec des charges réactives présentes dans la préforme fibreuse, une réaction chimique ayant lieu entre la composition d'infiltration et les charges réactives lors de l'étape a).
- 15
8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que l'étape b) comporte, en outre, l'application de la composition de revêtement à l'état fondu sur un dépôt du deuxième ensemble de charges et/ou de la résine précéramique présent sur la surface externe (3) de la pièce (1) en matériau composite.
- 20
9. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisé en ce que la pièce fabriquée constitue une aube (100) de moteur aéronautique comportant au moins un pied d'aube (102) et une pale (101) et en ce que le revêtement de surface (4) recouvre au moins le pied d'aube (102).
- 25
- 30

**FIG.2**

2/4

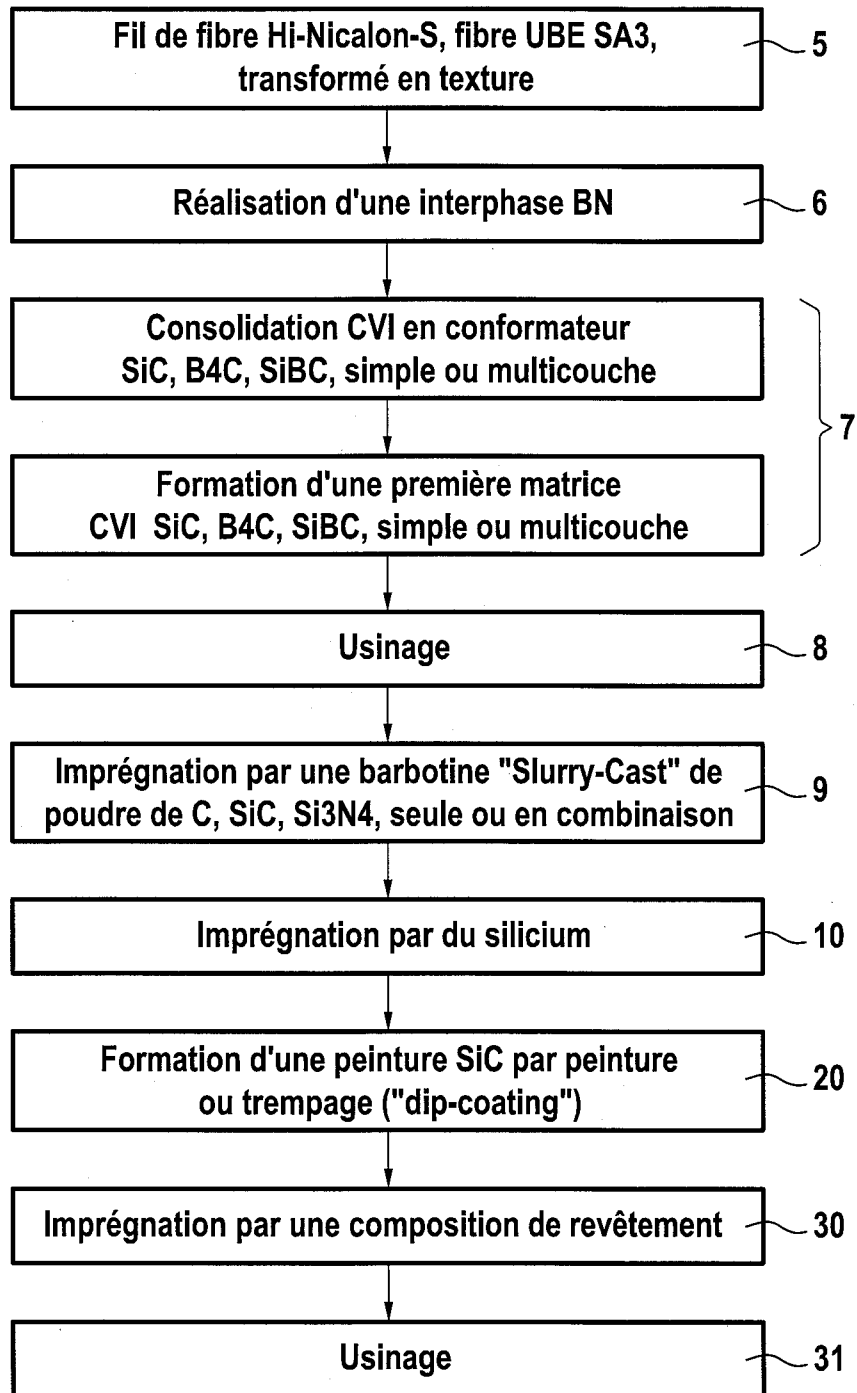


FIG.3

3/4

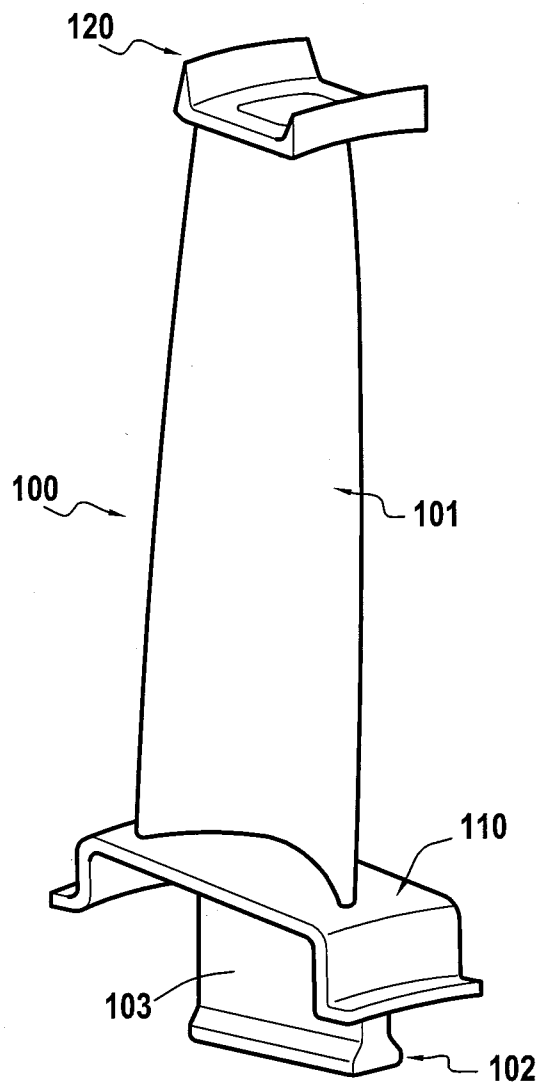


FIG.4

4/4

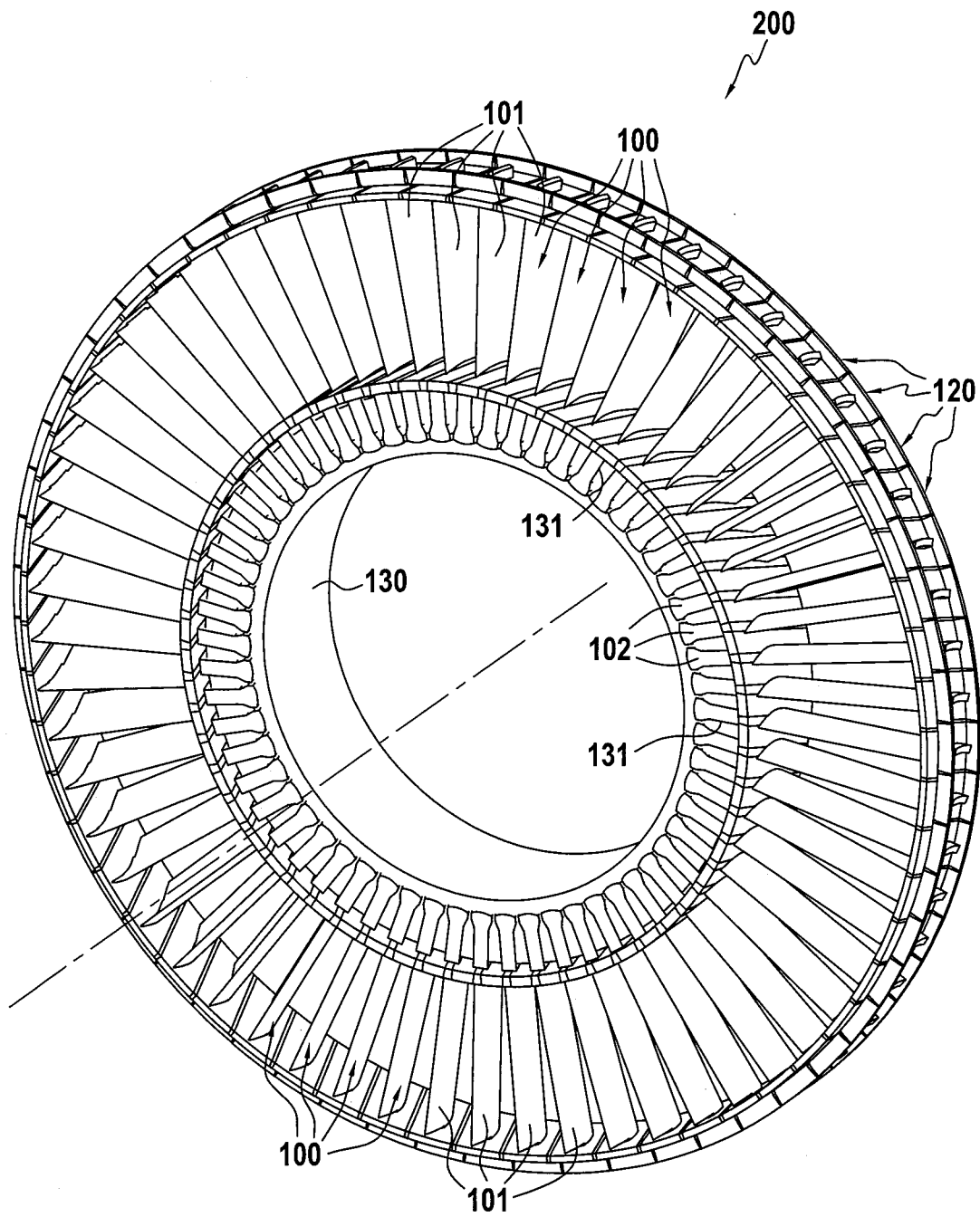


FIG.5

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2015/065059

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
INV. C04B41/85 F01D5/28
ADD.

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
C04B F01D

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data, COMPENDEX

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	FR 2 939 430 A1 (SNECMA PROPULSION SOLIDE [FR]; SNECMA [FR]) 11 June 2010 (2010-06-11) claims -----	1-9



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents :

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

10 September 2015

Date of mailing of the international search report

18/09/2015

Name and mailing address of the ISA/

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Rosenberger, Jürgen

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/EP2015/065059

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
FR 2939430	A1	11-06-2010	CA 2745506 A1 10-06-2010
			CN 102239129 A 09-11-2011
			EP 2356085 A1 17-08-2011
			FR 2939430 A1 11-06-2010
			JP 5628193 B2 19-11-2014
			JP 2012510890 A 17-05-2012
			RU 2011126078 A 10-01-2013
			US 2011268577 A1 03-11-2011
			WO 2010063946 A1 10-06-2010

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°

PCT/EP2015/065059

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
INV. C04B41/85 F01D5/28
ADD.

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)
C04B F01D

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de recherche utilisés)

EPO-Internal, WPI Data, COMPENDEX

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	FR 2 939 430 A1 (SNECMA PROPULSION SOLIDE [FR]; SNECMA [FR]) 11 juin 2010 (2010-06-11) revendications -----	1-9



Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents



Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

* Catégories spéciales de documents cités:

"A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent

"E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date

"L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)

"O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens

"P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

"T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention

"X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément

"Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier

"&" document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

10 septembre 2015

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

18/09/2015

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale

Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040,
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Rosenberger, Jürgen

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale n°

PCT/EP2015/065059

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
FR 2939430	A1	11-06-2010	CA 2745506 A1 10-06-2010
			CN 102239129 A 09-11-2011
			EP 2356085 A1 17-08-2011
			FR 2939430 A1 11-06-2010
			JP 5628193 B2 19-11-2014
			JP 2012510890 A 17-05-2012
			RU 2011126078 A 10-01-2013
			US 2011268577 A1 03-11-2011
			WO 2010063946 A1 10-06-2010
