

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
COURBEVOIE

①1 N° de publication :
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

3 130 276

②1 N° d'enregistrement national : **21 13563**

⑤1 Int Cl⁸ : **C 04 B 35/80 (2022.01), C 04 B 35/83, B 01 J 15/00**

⑫

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 15.12.21.

③0 Priorité :

④3 Date de mise à la disposition du public de la demande : 16.06.23 Bulletin 23/24.

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) : SAFRAN CERAMICS Société anonyme — FR.

⑦2 Inventeur(s) : CAZAUBON Damien, LOMONACO Clément Bruno et DELCAMP Adrien.

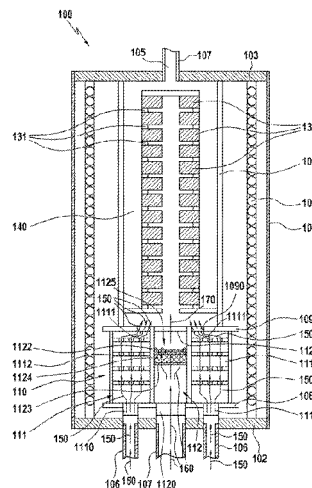
⑦3 Titulaire(s) : SAFRAN CERAMICS Société anonyme.

⑦4 Mandataire(s) : CABINET BEAU DE LOMENIE.

⑤4 Installation de traitement thermochimique et procédé de fabrication d'une pièce de friction en matériau composite.

⑤7 Installation de traitement thermochimique et procédé de fabrication d'une pièce de friction en matériau composite
Une installation de traitement thermochimique (100) comprend une chambre de réaction (140) et une chambre de préchauffage (110) comprenant un premier compartiment (111) définissant un premier chemin de circulation de gaz entre une première entrée de gaz (1110) et la chambre de réaction. La chambre de préchauffage (110) comprend en outre au moins un deuxième compartiment (112) indépendant du premier compartiment (111) définissant un deuxième chemin de circulation de gaz entre une deuxième entrée de gaz (1120) et la chambre de réaction (140), le deuxième compartiment contenant un précurseur métallique ou métalloïde sous forme solide (1125) présent dans le deuxième chemin de circulation de gaz.

Figure pour l'abrégié : Fig. 1.



FR 3 130 276 - A1



Description

Titre de l'invention : Installation de traitement thermochimique et procédé de fabrication d'une pièce de friction en matériau composite

Domaine technique

[0001] La présente invention concerne la fabrication de pièces en matériau composite et plus particulièrement des pièces de friction à base de matériau composite carbone/carbone (C/C), telles que des disques de freins d'avions.

Technique antérieure

[0002] La demande EP 2 253 604 propose un procédé pour obtenir une pièce de friction en matériau composite carbone/carbone (C/C) incorporant une phase céramique sous forme de grains ou cristallites d'un ou plusieurs composés de zirconium. Le procédé divulgué dans cette demande comprend la réalisation d'une préforme en fils de carbone, la densification de la préforme par une matrice de carbone et, au cours du processus de fabrication, l'introduction de grains ou particules en céramique dispersés au sein de la pièce. La pièce de friction obtenue par le procédé décrit dans la demande EP 2 253 604 présente de bonnes performances. En revanche, ce procédé est plus complexe que le procédé standard de réalisation d'un disque entièrement C/C. En effet, dans cette demande, on réalise un premier stade de densification par du carbone pyrolytique (PyC) par infiltration chimique en phase gazeuse (CVI). La pièce est alors déchargée du four CVI puis immergée dans un sol précurseur de zircone, séchée et traitée thermiquement. La pièce est alors à nouveau introduite dans le four CVI, pour terminer la densification de la matrice PyC. Cette insertion du zirconium, totalement dissociée du procédé d'infiltration chimique en phase vapeur, occasionne une complexification et un rallongement de la fabrication.

[0003] Le document EP 0 085 601 divulgue un procédé de fabrication d'une structure composite dans lequel des dépôts de type Zr-O-C par CVI sont réalisés en utilisant un chlorureur externe présent en amont de l'installation de CVI. Si cette solution présente l'avantage de pouvoir traiter directement la préforme dans l'installation de CVI, elle présente toutefois plusieurs inconvénients. En effet, des phénomènes de condensation de chlorure de zirconium ($ZrCl_4$) se produisent dans les canalisations reliant le chlorureur externe à l'installation de CVI. Afin d'éviter ces phénomènes, il est nécessaire de maintenir les canalisations à une température élevée pouvant dépasser 600°C tout en utilisant des vannes pour assurer l'étanchéité du circuit. Ces contraintes entraînent une augmentation de la complexité et du coût de la technologie à mettre en œuvre. En outre, l'utilisation d'un chlorureur externe augmente l'encombrement global

de l'installation.

Il est donc souhaitable de pouvoir disposer d'une solution qui permet de réaliser par CVI des dépôts de natures différentes dont au moins un dépôt de matériau oxyde et/ou oxycarbure, et ce sans les inconvénients précités.

Exposé de l'invention

- [0004] La présente invention vise, selon un premier aspect, une installation de traitement thermo-chimique comprenant une chambre de réaction et une chambre de préchauffage comprenant un premier compartiment définissant un premier chemin de circulation de gaz entre une première entrée de gaz et la chambre de réaction, caractérisée en ce que la chambre de préchauffage comprend en outre au moins un deuxième compartiment indépendant du premier compartiment définissant un deuxième chemin de circulation de gaz entre une deuxième entrée de gaz et la chambre de réaction, le deuxième compartiment contenant un précurseur métallique ou métalloïde sous forme solide présent dans le deuxième chemin de circulation de gaz.
- [0005] En compartimentant ainsi la chambre de préchauffage, il est possible de réaliser un dépôt d'oxyde et/ou d'oxycarbure dans une ou plusieurs préformes sans avoir à les extraire de la chambre de réaction. Le procédé de fabrication de pièce en matériau composite est ainsi grandement simplifié et le temps de fabrication grandement réduit. En outre, dans le cas du dépôt d'une phase de type Zr-O-C, le problème de la condensation de $ZrCl_4$ ne se pose pas car le chlorureur est ici directement intégré dans la chambre de préchauffage, ce qui n'entraîne pas d'augmentation de l'encombrement de l'installation.
- [0006] Selon un mode de réalisation, le précurseur métallique ou métalloïde présent dans le deuxième compartiment est un composé ou un mélange de composés choisis parmi : le zirconium, le titane, l'hafnium et l'yttrium et la deuxième entrée de gaz est reliée à une source de dichlore ou de chlorure d'hydrogène.
- [0007] Selon un aspect particulier, le deuxième compartiment comprend un plateau multi-perforé supportant le précurseur métallique ou métalloïde sous forme solide.
- [0008] Selon un autre aspect particulier, une couche de laine de quartz est interposée entre le plateau multi-perforé et le précurseur métallique ou métalloïde.
- [0009] Selon un mode de réalisation, la première entrée de gaz est reliée à une source de précurseur gazeux de carbone pyrolytique.
- [0010] L'invention a également pour objet un procédé de fabrication d'une pièce en matériau composite comprenant au moins les étapes suivantes :
- [0011] - réalisation d'au moins une préforme fibreuse en fibres de carbone, ou en fibres réfractaires, ou un mélange de fibres de carbone et de fibres réfractaires,,
- [0012] - chargement de la ou les préformes fibreuses dans la chambre de réaction d'une ins-

- tallation de traitement thermochimique selon l'invention,
- [0013] - densification de la ou les préforme fibreuses par une matrice comprenant au moins une première phase et une deuxième phase, la première phase de matrice étant formée par infiltration chimique en phase gazeuse à partir d'un premier précurseur gazeux introduit dans le premier compartiment de la chambre de préchauffage de l'installation de traitement thermochimique, la deuxième phase de matrice étant formée par infiltration chimique en phase gazeuse à partir d'un deuxième précurseur gazeux obtenu par réaction entre un gaz réactif introduit dans le deuxième compartiment de la chambre de préchauffage de l'installation de traitement thermochimique et le précurseur métallique sous forme solide présent dans le deuxième compartiment.
- [0014] Les première et deuxième phases décrites ci-avant peuvent être mise en œuvre dans différents ordres ou séquences. La première phase peut être réalisée avant la deuxième phase. La deuxième phase peut être réalisée avant la première phase. Chaque phase peut être réalisée de manière séquencée, c'est-à-dire en plusieurs fois en alternant une séquence de formation de la première phase avec une séquence de formation de la deuxième phase. Les premières et deuxièmes phases peuvent encore être formées simultanément par les gaz qui passent dans la chambre de préchauffage et les gaz réagissant avec le précurseur dans la chambre de réaction.
- [0015] Selon un mode de réalisation, le précurseur métallique ou métalloïde présent dans le deuxième compartiment est un composé ou un mélange de composés choisis parmi : le zirconium, le titane, l'hafnium et l'yttrium et le gaz réactif introduit dans le deuxième compartiment du dichlore ou du chlorure d'hydrogène.
- [0016] Selon un aspect particulier, le deuxième compartiment comprend un plateau multi-perforé supportant le précurseur métallique ou métalloïde sous forme solide.
- [0017] Selon un autre aspect particulier, une couche de laine de quartz est interposée entre le plateau multi-perforé et le précurseur métallique ou métalloïde.
- [0018] Selon un mode de réalisation, le premier précurseur gazeux est un précurseur de carbone pyrolytique.

Brève description des dessins

- [0019] [Fig.1] La [Fig.1] est une vue schématique en coupe d'une installation de traitement thermochimique selon un mode de réalisation de l'invention.

Description des modes de réalisation

- [0020] L'invention s'applique à tout type d'installations ou fours utilisés pour réaliser des traitements thermiques et dans lesquels le ou les gaz utilisés dans les traitements sont préchauffés dans une chambre de préchauffage avant leur introduction dans la chambre de réaction ou zone de traitement de l'installation. De telles installations sont notamment utilisées pour réaliser des traitements thermochimiques de densification de

substrats poreux par infiltration chimique en phase gazeuse.

[0021] La [Fig.1] illustre une installation de traitement thermo-chimique 100 destinée à la densification par infiltration chimique en phase vapeur ou gazeuse (CVI) de préformes fibreuses conformément à un mode de réalisation de l'invention. L'installation 100 est délimitée par une paroi latérale cylindrique 101, une paroi de fond 102 et une paroi supérieure 103.

[0022] Une chambre de préchauffage de gaz 110, dont la structure sera décrite ci-après en détails, s'étend entre un plateau d'entrée 108 présent au voisinage du fond 102 de l'installation et un plateau de sortie 109 séparant la chambre de préchauffage 110 d'une zone de chargement/traitement ou chambre de réaction 140 délimitée par une paroi 104. Le plateau de sortie 109 comporte une ouverture 1090 permettant à la chambre de préchauffage 110 de déboucher dans la chambre de réaction 140. Des première et deuxième conduites 106 et 107 présentes à travers le fond 102 relient respectivement des premières et deuxièmes entrées de gaz 1110 et 1120 présentes dans le plateau d'entrée 108 de la chambre de préchauffage 110. La paroi supérieure 103 comporte un passage 105 pour l'évacuation du ou des gaz effluents, le passage 105 étant relié par une conduite 107 à des moyens d'aspiration, tels qu'une pompe à vide (non représentée).

[0023] Conformément à l'invention, la chambre de préchauffage comprend au moins deux compartiments formant chacun des chemins de circulation de gaz indépendants. Plus précisément, dans l'exemple décrit ici, un premier compartiment 111 délimité entre une première paroi cylindrique 1112 et une deuxième paroi cylindrique 1122 s'étendant entre la première entrée de gaz 1110 et une première sortie 1111 débouchant au niveau de l'ouverture 1090 du plateau de sortie 109. Le premier compartiment 111 définit un premier chemin de circulation de gaz entre la première entrée de gaz 1110 et la chambre de réaction 140. La chambre de préchauffage comprend en outre un deuxième compartiment 112 délimité par la deuxième paroi cylindrique 1122 s'étendant entre la deuxième entrée de gaz 1120 et une deuxième sortie 1121 débouchant au niveau de l'ouverture 1090 du plateau de sortie 109. Le deuxième compartiment 112 définit un deuxième chemin de circulation de gaz entre la deuxième entrée de gaz 1120 et la chambre de réaction 140.

[0024] Toujours conformément à l'invention, le deuxième compartiment 112 contient un précurseur métallique ou métalloïde sous forme solide présent dans le deuxième chemin de circulation de gaz qui est destiné à réagir avec un gaz introduit dans la deuxième entrée de gaz 1120. A cet effet, le deuxième compartiment comprend un plateau support multi-perforé 1123 interposé dans le chemin de circulation de gaz du deuxième compartiment 112, le plateau supportant une forme solide, ici des particules solides 1125 d'un précurseur métallique ou métalloïde. Selon un aspect particulier, une

couche de laine de quartz 1124 peut être interposée entre le plateau support multi-perforé 1123 et les particules solides 1125. La laine de quartz permet de poser le précurseur métallique ou métalloïde solide dans le chlorureur interne en évitant qu'il soit en contact avec le plateau support. Par ailleurs, c'est un matériau inerte et qui résiste aux températures rencontrées dans la mise en œuvre du procédé de l'invention.

- [0025] Dans l'exemple décrit ici, le chauffage de l'installation est réalisé par induction. Plus précisément, la paroi latérale cylindrique 104 délimitant la chambre de réaction 140 constitue un induit, ou susceptible, par exemple en graphite, qui est couplé avec un inducteur 108 situé à l'extérieur du four et formé d'au moins une bobine d'induction. La première paroi cylindrique 1112 constitue également un induit ou susceptible, par exemple en graphite, qui est également couplé avec l'inducteur 108. De manière optionnelle, la deuxième paroi cylindrique 1122 peut également constituer un induit. De façon bien connue, le chauffage de la chambre de réaction 140 et de la chambre de préchauffage 110 est assuré par l'échauffement respectivement des parois 104 et 1112 lorsque l'inducteur 108 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 108 induit dans les parois 104 et 1112 (suscepteurs) un courant électrique qui provoque par effet Joule l'échauffement de ces dernières, les éléments présents à l'intérieur de la chambre de réaction 140 et de la chambre de préchauffage 110 étant chauffés par rayonnement.
- [0026] Le chauffage de l'installation 100 peut être assuré par d'autres moyens tels que des fours à lampe, micro-ondes, laser, ou encore des moyens de chauffage électriques constitués par exemple de résistances chauffantes noyées dans les parois 104 et 1112.
- [0027] Des préformes fibreuses 130 à densifier sont disposées dans la chambre de réaction 140. Dans l'exemple décrit ici, les préformes fibreuses 130 correspondent à des préformes fibreuses de disques de freins réalisées en fils de carbone et empilées les uns sur les autres, une cale 131 étant interposée entre deux préformes consécutives. Toutefois, plus généralement, les préformes fibreuses peuvent être en fibres de carbone, ou en fibres réfractaires (par exemple SiC), ou un mélange de fibres de carbone et fibres réfractaires,
- [0028] Un premier flux gazeux 150, contenant un premier précurseur gazeux d'une première phase d'un matériau constitutif de la matrice, est admis dans l'installation 100 à travers la première conduite 106 et la première entrée de gaz 1110. Le flux gazeux est préchauffé durant sa circulation dans le compartiment 111 avant son introduction dans la chambre de réaction 140.
- [0029] Un deuxième flux gazeux 160, contenant un gaz réactif est admis dans l'installation 100 à travers la deuxième conduite 107 et la deuxième entrée de gaz 1120. Le flux gazeux 160 circule dans le deuxième compartiment en traversant le plateau multi-

perforé 1123 et la couche de laine de quartz 1124 afin d'atteindre les particules solides d'un précurseur métallique ou métalloïde 1125. Le gaz réagit alors avec les particules solides afin de former un troisième flux gazeux 170 correspondant à un deuxième précurseur gazeux d'une deuxième phase d'un matériau constitutif de la matrice. Le flux gazeux est préchauffé durant sa circulation dans le compartiment 112 avant son introduction dans la chambre de réaction 140.

- [0030] La température, la pression et les débits dans l'installation sont réglés pour permettre au gaz de diffuser au sein de la porosité des préformes fibreuses et y former un dépôt des matériaux constitutifs de la matrice par décomposition d'un ou plusieurs constituants du gaz, ces constituants formant le précurseur de la matrice. Le processus est réalisé sous pression réduite, afin de favoriser la diffusion des gaz réactifs dans les substrats. La température de transformation du ou des précurseurs pour former le matériau de la matrice, tel que du carbone pyrolytique et/ou une céramique et/ou un carbure et/ou un oxycabure, est dans la plupart des cas comprise entre 900°C et 1100°C.
- [0031] Les première et deuxième phases décrites ci-avant peuvent être mise en œuvre dans différents ordres ou séquences. La première phase peut être réalisée avant la deuxième phase. La deuxième phase peut être réalisée avant la première phase. Chaque phase peut être réalisée de manière séquencée, c'est-à-dire en plusieurs fois en alternant une séquence de formation de la première phase avec une séquence de formation de la deuxième phase. Les premières et deuxièmes phases peuvent encore être formées simultanément par les gaz qui passent dans la chambre de préchauffage et les gaz réagissant avec le précurseur dans la chambre de réaction.
- [0032] Le précurseur métallique ou métalloïde présent dans le deuxième compartiment 112 est un composé ou un mélange de composés choisis parmi au moins un les composés suivants : le zirconium, le titane, l'hafnium et l'yttrium. Dans le cas où la deuxième entrée de gaz 1120 est reliée à une source de dichlore ou de chlorure d'hydrogène, cela permet de former une phase Zr-O-C, Ti-O-C, Si-O-C, Hf-O-C, Y-O-C, ou une combinaison de deux ou plusieurs de ces phases dans les préformes fibreuses 130.
- [0033] Le précurseur métallique ou métalloïde est présent dans le deuxième compartiment sous forme solide, c'est-à-dire sous forme de particules, poudres, grains, éponges, morceaux, etc.
- [0034] On décrit maintenant un exemple de procédé de fabrication d'une pièce en matériau composite utilisant l'installation de traitement thermo-chimique 100 décrite précédemment, le procédé de l'invention étant ici mis en œuvre pour la fabrication de disques de freins en matériau composite carbone/carbone (C/C).
- [0035] Le procédé débute par la réalisation de préformes fibreuses annulaires comme les préformes fibreuses 130 décrites précédemment à partir de précurseurs de fils de

carbone ou de fils de carbone. De telles préformes sont par exemple réalisées par superposition de strates découpées dans une texture fibreuse en fils de précurseur de carbone, liaison des strates entre elles par aiguilletage et transformation du précurseur en carbone par traitement thermique. En variante, on peut aussi réaliser des préformes annulaires par enroulement en spires superposées d'un tissu hélicoïdal en fils de précurseur de carbone, liaison des spires entre elles par aiguilletage et transformation du précurseur par traitement thermique. On pourra par exemple se référer aux documents US 5 792 715, US 6 009 605 et US 6 363 593. On peut aussi réaliser la préforme directement à partir de strates de texture fibreuse en fils de carbone qui sont superposées et liées entre elles par exemple par aiguilletage.

- [0036] Une fois les préformes fibreuses réalisées, celles-ci sont chargées dans l'installation 100 et, plus précisément, dans la chambre de réaction 140 comme illustrées sur la [Fig.1].
- [0037] Les particules solides de précurseur métallique ou métalloïde 1125 correspondent ici à des particules solides de zirconium présentes dans le chemin de circulation de gaz du deuxième compartiment 112.
- [0038] On procède ensuite à la densification des préformes fibreuses par une matrice formée d'une première phase de carbone pyrolytique ou PyC et d'une deuxième phase de type Zr-O-C.
- [0039] Selon un exemple de réalisation, la densification comprend un premier cycle de densification dans lequel une première phase de matrice PyC est formée par infiltration chimique en phase vapeur à partir d'un premier précurseur gazeux (flux gazeux 150) introduit dans le premier compartiment 111 de la chambre de préchauffage 110 de l'installation 100. La première phase PyC peut être formée directement sur les fils formant la préforme.
- [0040] On obtient, après le premier cycle de densification et avant le début du deuxième cycle de densification, une préforme partiellement densifiée par la première phase de matrice PyC. La première phase de matrice PyC peut occuper entre 5% et 40%, par exemple entre 15% et 25%, de la porosité initiale de la préforme fibreuse.
- [0041] On réalise ensuite un deuxième cycle de densification durant lequel une deuxième phase de matrice comprenant la phase de type Zr-O-C est formée par infiltration chimique en phase vapeur à partir d'un deuxième précurseur gazeux (flux gazeux 170) obtenu par réaction d'un gaz chloré (flux gazeux 160), par exemple du dichlore ou du chlorure d'hydrogène, avec les particules solides de zirconium présentes dans le deuxième compartiment 112.
- [0042] La deuxième phase de matrice de type Zr-O-C peut être formée directement sur la première phase de matrice PyC. Selon cet exemple, l'introduction du deuxième précurseur gazeux dans la chambre de réaction est initiée lors du passage du premier au

deuxième cycle de densification.

- [0043] En variante, on peut introduire, dans la chambre de réaction, un mélange gazeux d'un précurseur de PyC et du deuxième précurseur durant le deuxième cycle de densification. Auquel cas, on obtient un co-dépôt de la phase Zr-O-C et de PyC formé par infiltration chimique en phase vapeur.
- [0044] La deuxième phase de matrice peut occuper entre 1% et 10%, par exemple entre 2% et 7%, de la porosité initiale de la préforme.
- [0045] Le précurseur gazeux de PyC peut être choisis parmi : le gaz naturel, le méthane, l'éthane, le propane, le benzène ou un mélange de ces composés.
- [0046] La matrice formée par CVI à partir des premier et deuxième précurseurs peut occuper au moins 50%, voire au moins 75%, de la porosité initiale de la préforme fibreuse. Un troisième cycle de densification peut être réalisé, en particulier, permettre de terminer la densification de la préforme.
- [0047] Selon une variante, on peut réaliser un co-dépôt de la première phase de PyC et de la deuxième phase de type Zr-O-C par infiltration chimique en phase vapeur. On peut ainsi, en particulier, obtenir des inclusions de Zr-O-C réparties dans tout le volume de la matrice. Ces inclusions Zr-O-C- sont dispersées dans la phase de matrice de PyC.
- [0048] Les proportions relatives entre le premier précurseur de PyC et le deuxième précurseur de Zr-O-C injectés déterminent la teneur massique de la phase Zr-O-C obtenue dans la pièce finale. L'homme du métier sait, grâce à ses compétences générales, déterminer les débits à utiliser pour les différents précurseurs de sorte à obtenir la teneur souhaitée pour la phase Zr-O-C dans la pièce finale. On peut en particulier obtenir dans la pièce finale une teneur massique comprise entre 0,5% et 25%, voire entre 2% et 10%, pour la phase de type Zr-O-C.

Revendications

- [Revendication 1] Installation de traitement thermochimique (100) comprenant une chambre de réaction (140) et une chambre de préchauffage (110) comprenant un premier compartiment (111) définissant un premier chemin de circulation de gaz entre une première entrée de gaz (1110) et la chambre de réaction, caractérisée en ce que la chambre de préchauffage (110) comprend en outre au moins un deuxième compartiment (112) indépendant du premier compartiment (111) définissant un deuxième chemin de circulation de gaz entre une deuxième entrée de gaz (1120) et la chambre de réaction (140), le deuxième compartiment contenant un précurseur métallique ou métalloïde sous forme solide (1125) présent dans le deuxième chemin de circulation de gaz.
- [Revendication 2] Installation selon la revendication 1, dans laquelle le précurseur métallique ou métalloïde (1125) présent dans le deuxième compartiment est un composé ou un mélange de composés choisis parmi : le zirconium, le titane, l'hafnium et l'yttrium et la deuxième entrée de gaz est reliée à une source de dichlore ou de chlorure d'hydrogène.
- [Revendication 3] Installation selon la revendication 2, dans laquelle le deuxième compartiment (112) comprend un plateau multi-perforé (1123) supportant le précurseur métallique ou métalloïde sous forme solide.
- [Revendication 4] Installation selon la revendication 3, dans laquelle une couche de laine de quartz (1124) est interposée entre le plateau multi-perforé (1123) et le précurseur métallique ou métalloïde.
- [Revendication 5] Installation selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, dans laquelle la première entrée de gaz (1110) est reliée à une source de précurseur gazeux de pyrocarbone.
- [Revendication 6] Procédé de fabrication d'une pièce en matériau composite comprenant au moins les étapes suivantes :
- réalisation d'au moins une préforme fibreuse (130) en fibres de carbone, ou en fibres réfractaires, ou un mélange de fibres de carbone et de fibres réfractaires,
 - chargement de la ou les préformes fibreuses (130) dans la chambre de réaction (140) d'une installation de traitement thermochimique (100) selon l'une quelconque des revendications 1 à 5,
 - densification de la ou les préforme fibreuses par une matrice comprenant au moins une première phase et une deuxième phase, la

première phase de matrice étant formée par infiltration chimique en phase gazeuse à partir d'un premier précurseur gazeux (150) introduit dans le premier compartiment (111) de la chambre de préchauffage (110) de l'installation de traitement thermo-chimique, la deuxième phase de matrice étant formée par infiltration chimique en phase gazeuse à partir d'un deuxième précurseur gazeux (170) obtenu par réaction entre un gaz réactif (160) introduit dans le deuxième compartiment (112) de la chambre de préchauffage (110) de l'installation de traitement thermo-chimique et le précurseur métallique ou métalloïde(1125) sous forme solide présent dans le deuxième compartiment.

- [Revendication 7] Procédé selon la revendication 6, dans lequel le précurseur métallique ou métalloïde (1125) présent dans le deuxième compartiment (112) est un composé ou un mélange de composés choisis parmi : le zirconium, le titane, l'hafnium et l'yttrium et le gaz réactif (160) introduit dans le deuxième compartiment du dichlore ou du chlorure d'hydrogène.
- [Revendication 8] Procédé selon la revendication 7, dans lequel le deuxième compartiment (112) comprend un plateau multi-perforé (1123) supportant le précurseur métallique ou métalloïde sous forme solide.
- [Revendication 9] Procédé selon la revendication 8, dans lequel une couche de laine de quartz (1124) est interposée entre le plateau multi-perforé (1123) et le précurseur métallique ou métalloïde.
- [Revendication 10] Procédé selon l'une quelconque des revendications 6 à 9, dans lequel le premier précurseur gazeux (150) est un précurseur de pyrocarbone.

**RAPPORT DE RECHERCHE
PRÉLIMINAIRE**

N° d'enregistrement
national

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

FA 901734
FR 2113563

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		
X	US 5 223 305 A (TANAKA KOICHI [JP] ET AL) 29 juin 1993 (1993-06-29) * figures 1,3 *	1	C04B35/80 C04B35/83 B01J15/00
X	EP 1 458 902 A1 (MESSIER BUGATTI [FR]) 22 septembre 2004 (2004-09-22) * colonne 9, lignes 10-33; figure 7 *	1-5	
A		6-10	
X	US 2017/268101 A1 (RUDOLPH JAMES W [US]) 21 septembre 2017 (2017-09-21) * page 3, alinéas 23,25 - page 5, alinéa 43; figure 1 *	1,2,5	
A		6-10	
A	WO 2019/077260 A1 (SAFRAN CERAM [FR]; CENTRE NAT RECH SCIENT [FR]) 25 avril 2019 (2019-04-25) * le document en entier *	1-10	
A,D	EP 0 085 601 A1 (EUROP PROPULSION [FR]) 10 août 1983 (1983-08-10) * le document en entier *	1-10	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
			C23C C04B F16D
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
13 juillet 2022		Boussard, Nadège	
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 2113563 FA 901734**

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 **13-07-2022**
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
US 5223305	A	29-06-1993	FI 912316 A	15-11-1991
			JP H0421780 A	24-01-1992
			US 5223305 A	29-06-1993

EP 1458902	A1	22-09-2004	AT 340880 T	15-10-2006
			AU 2002364339 A1	15-07-2003
			BR 0215313 A	19-10-2004
			CA 2471672 A1	10-07-2003
			CN 1608142 A	20-04-2005
			DE 60215048 T2	10-05-2007
			EP 1458902 A1	22-09-2004
			ES 2274121 T3	16-05-2007
			HU 0402078 A2	28-01-2005
			JP 4426302 B2	03-03-2010
			JP 2005512940 A	12-05-2005
			KR 20040071754 A	12-08-2004
			MX PA04006329 A	04-10-2004
			RU 2319682 C2	20-03-2008
			UA 78733 C2	25-04-2007
			US 2003118728 A1	26-06-2003
			US 2003205203 A1	06-11-2003
WO 03056059 A1	10-07-2003			

US 2017268101	A1	21-09-2017	EP 3231890 A1	18-10-2017
			US 2017268101 A1	21-09-2017
			US 2019345602 A1	14-11-2019

WO 2019077260	A1	25-04-2019	CN 111226057 A	02-06-2020
			EP 3698066 A1	26-08-2020
			FR 3072675 A1	26-04-2019
			US 2020325950 A1	15-10-2020
			WO 2019077260 A1	25-04-2019

EP 0085601	A1	10-08-1983	EP 0085601 A1	10-08-1983
			FR 2520352 A1	29-07-1983
			JP H0351668 B2	07-08-1991
			JP S5921586 A	03-02-1984
			US 4576836 A	18-03-1986
