

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

①1 N° de publication : **2 989 390**
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

②1 N° d'enregistrement national : **12 53520**

⑤1 Int Cl⁸ : **D 06 B 5/00 (2013.01), C 04 B 35/78, B 32 B 18/00**

⑫ **DEMANDE DE BREVET D'INVENTION**

A1

②2 **Date de dépôt** : 17.04.12.

③0 **Priorité** :

④3 **Date de mise à la disposition du public de la demande** : 18.10.13 Bulletin 13/42.

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** :

⑦1 **Demandeur(s)** : SNECMA PROPULSION SOLIDE
Société anonyme — FR.

⑦2 **Inventeur(s)** : FILLION ARNAUD, PHILIPPE ERIC,
CHARLEUX FRANCOIS et BOUILLON ERIC.

⑦3 **Titulaire(s)** : SNECMA PROPULSION SOLIDE
Société anonyme.

⑦4 **Mandataire(s)** : CABINET BEAU DE LOMENIE
Société civile.

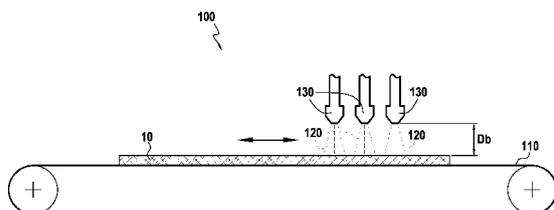
⑤4 **PROCEDE DE FABRICATION D'UNE PIECE EN MATERIAU COMPOSITE AVEC AMELIORATION DE LA DENSIFICATION INTRA-FILS.**

⑤7 Procédé de fabrication d'une pièce en matériau composite comprenant un renfort fibreux densifié par une matrice, ledit procédé comprenant les étapes suivantes :

- réalisation d'une texture fibreuse (10) par tissage de fils, ladite texture fibreuse présentant un taux moyen initial de fibres déterminé,

- densification de la texture fibreuse par une matrice.

Conformément à l'invention, la texture fibreuse (10) est soumise, avant densification, à un fluide sous pression (120) de manière à réduire le taux moyen de fibres dans la texture à une valeur comprise entre 20% et 45%.



FR 2 989 390 - A1



Arrière-plan de l'invention

5 La présente invention concerne un procédé de fabrication d'une pièce en matériau composite comportant un renfort fibreux densifié par une matrice.

Le domaine d'application de l'invention concerne plus particulièrement, mais non exclusivement, les matériaux composites thermostructuraux, c'est-à-dire des matériaux composites ayant des
10 bonnes propriétés mécaniques et une capacité à conserver ces propriétés à température élevée. Des matériaux composites thermostructuraux typiques sont les matériaux composites carbone/carbone (C/C) formés d'un renfort en fibres de carbone densifié par une matrice en carbone et
15 les matériaux composites à matrice céramique (CMC) formés d'un renfort en fibres réfractaires (carbone ou céramique) densifié par une matrice au moins partiellement céramique. Des exemples de CMC sont les composites C/SiC (renfort en fibres de carbone et matrice en carbure de silicium), les composites C/C-SiC (renfort en fibres de carbone et matrice comprenant
20 une phase carbone, généralement au plus près des fibres, et une phase carbure de silicium) et les composites SiC/SiC (fibres de renfort et matrice en carbure de silicium). Une couche d'interphase peut être interposée entre les fibres de renfort et la matrice pour améliorer la tenue mécanique du matériau.

25 La fabrication d'une pièce en matériau composite thermostructural comprend généralement la réalisation d'une préforme fibreuse dont la forme est voisine de celle de la pièce à fabriquer et la densification de la préforme par la matrice.

La préforme fibreuse constitue le renfort de la pièce dont le rôle
30 est essentiel vis-à-vis des propriétés mécaniques. La préforme est obtenue à partir de textures fibreuses : fils, câbles, tresses, tissus, feutres... La mise en forme est réalisée par bobinage, tissage, empilage, et éventuellement aiguilletage de strates bidimensionnelles de tissu ou de nappes de câbles...

La densification de la préforme fibreuse consiste à combler la porosité de la préforme, dans tout ou partie du volume de celle-ci, par le matériau constitutif de la matrice.

5 La matrice d'un matériau composite peut être obtenue suivant différents procédés connus et notamment suivant le procédé par voie liquide et le procédé par voie gazeuse.

Le procédé par voie liquide consiste à imprégner la préforme par une composition liquide contenant un précurseur organique du matériau de la matrice. Le précurseur organique se présente
10 habituellement sous forme d'un polymère, tel qu'une résine, éventuellement dilué dans un solvant. La transformation du précurseur en phase réfractaire est réalisée par traitement thermique, après élimination du solvant éventuel et réticulation du polymère. Le traitement thermique consiste à pyrolyser le précurseur organique pour transformer la matrice
15 organique en une matrice carbone ou céramique selon le précurseur utilisé et les conditions de pyrolyse. A titre d'exemple, des précurseurs liquides de carbone peuvent être des résines à taux de coke relativement élevé, telles que des résines phénoliques, tandis que des précurseurs liquides de céramique, notamment de SiC, peuvent être des résines de type
20 polycarbosilane (PCS), polysiloxane (PSX), polytitanocarbosilane (PTCS), ou polysilazane (PSZ). Plusieurs cycles consécutifs, depuis l'imprégnation jusqu'au traitement thermique, peuvent être réalisés pour parvenir au degré de densification souhaité.

Le procédé par voie gazeuse consiste dans l'infiltration chimique
25 en phase vapeur. La préforme fibreuse est placée dans un four dans lequel est admise une phase gazeuse réactionnelle. La pression et la température régnant dans le four et la composition de la phase gazeuse sont choisies de manière à permettre la diffusion de la phase gazeuse au sein de la porosité de la préforme pour y former la matrice par dépôt, au
30 contact des fibres, d'un matériau solide résultant d'une décomposition d'un constituant de la phase gazeuse ou d'une réaction entre plusieurs constituants. A titre d'exemple, des précurseurs gazeux du carbone peuvent être des hydrocarbures donnant le carbone par craquage, tel que le méthane, et un précurseur gazeux de céramique, notamment de SiC,
35 peut-être du méthyltrichlorosilane (MTS) donnant du SiC par décomposition du MTS (éventuellement en présence d'hydrogène).

Afin d'obtenir une densification homogène et optimale de la préforme fibreuse et conférer ainsi de bonnes propriétés mécaniques à la pièce, la matrice doit être déposée non seulement dans la porosité présente entre les fils de la préforme (porosité ou espaces inter-fils) mais
5 aussi dans la porosité présente à l'intérieur des fils, c'est-à-dire la porosité entre les filaments d'un même fil (porosité ou espaces intra-fil).

Cependant, la densification à cœur d'un fil continu, par voie liquide ou gazeuse, est souvent difficile à réaliser en raison d'une distance moyenne entre les fibres des fils trop faibles et, par conséquent, d'une
10 porosité intra-fil insuffisante et difficile d'accès depuis l'extérieur des fils, en particulier lorsque la texture est réalisée par tissage. Dans certains cas, une trop faible quantité de matrice à l'intérieur des fils peut conduire à une diminution des propriétés mécaniques et de la tenue à la fatigue sous contrainte haute température du matériau.

15

Objet et résumé de l'invention

La présente invention a pour but de remédier aux inconvénients précités et de proposer une solution qui permet de faciliter et d'améliorer
20 la densification intra-fils par une matrice dans une texture fibreuse tissée.

A cet effet, l'invention propose un procédé de fabrication d'une pièce en matériau composite comprenant un renfort fibreux densifié par une matrice, ledit procédé comprenant les étapes suivantes :

- 25 - réalisation d'une texture fibreuse par tissage de fils, ladite texture fibreuse présentant un taux moyen initial de fibres déterminé,
- densification de la texture fibreuse par une matrice, caractérisé en ce qu'il comprend, avant la densification de la texture fibreuse, une étape de traitement de la texture consistant à soumettre ladite texture à un fluide sous pression de manière à réduire le
30 taux moyen de fibres dans la texture à une valeur comprise entre 20% et 45%.

En réduisant le taux moyen de fibres dans la texture fibreuse par rapport au taux moyen initial de fibres présenté par celle-ci après
35 tissage, on augmente la distance moyenne entre les fibres des fils. En effet, en traitant la texture avant densification avec un fluide sous pression, on fait foisonner les fils de la texture. On augmente ainsi le

nombre et le volume des porosités présentes dans les fils (porosité intra-fils), ce qui favorise la densification à cœur des fils et améliore les propriétés mécaniques et la durée de vie du matériau obtenu.

5 La réduction du taux de fibres dans la texture par traitement de celle-ci avec un fluide sous pression est réalisée de manière à obtenir une texture fibreuse dont le taux moyen final de fibres est compris entre 20% et 45%, ce qui permet d'ouvrir les fils d'une manière significative pour améliorer leur infiltration à cœur sans déstructurer la texture fibreuse.

10 Le traitement de la texture fibreuse avec un fluide sous pression peut notamment être réalisé en passant la texture fibreuse sous un ou plusieurs jets d'eau ou d'air sous pression.

Selon un aspect de l'invention, la texture fibreuse est une texture multicouche réalisée par tissage tridimensionnel de fils continus de fibres de carbone, de carbure de silicium ou d'oxyde.

15 La densification de la texture fibreuse peut être réalisée par infiltration chimique en voie gazeuse d'une matrice dans ladite texture, ou par infiltration en voie liquide d'une matrice, ou encore en combinant une infiltration en voie liquide d'une matrice et une infiltration chimique en voie gazeuse d'une matrice dans ladite texture. Avant la densification, une
20 couche d'interphase peut être déposée sur les fibres de la texture fibreuse.

Selon un autre aspect de l'invention, la matrice est une matrice céramique choisie parmi au moins : un oxyde, un nitrure, un carbure et un siliciure. La matrice céramique peut notamment comprendre au moins du
25 carbure de silicium et du bore ou un de ses composés.

Selon encore un autre aspect de l'invention, le procédé comprend en outre une étape de mise en forme et consolidation de la texture fibreuse réalisée après l'étape de traitement de la texture avec un fluide sous pression et avant l'étape de densification de ladite texture.

30

Brève description des dessins

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

- la figure 1 est une vue schématique d'une installation de traitement aux jets d'eau sous pression d'une texture fibreuse conformément à l'invention,

5 - la figure 2 est un ordinogramme illustrant des étapes successives d'un mode de mise en oeuvre d'un procédé conforme à l'invention,

- les figures 3 et 4 sont des microphotographies montrant un matériau composite obtenu suivant respectivement un procédé de fabrication de l'art antérieur et un procédé de fabrication de l'invention.
10

Description détaillée de modes de réalisation

La présente invention propose une méthode de fabrication d'une pièce en matériau composite thermostructural réalisée à partir d'une texture fibreuse obtenue par tissage de fils continus. Afin d'améliorer la densification intra-fils et, par conséquent, les propriétés mécaniques de la pièce, la texture est soumise à un fluide sous pression avant densification, ce qui permet de faire foisonner les fils de la texture tissée et d'augmenter la distance moyenne entre les fibres des fils. Ce traitement revient ainsi à
15
20 augmenter l'épaisseur de la texture et à réduire le taux moyen de fibres dans la texture.

Conformément à l'invention, le traitement par un fluide sous pression est réalisé de manière, d'une part, à réduire le taux moyen de fibres dans la texture par rapport au taux moyen initial et, d'autre part, d'obtenir un taux moyen final de fibres dans la texture d'une valeur comprise entre 20% et 45%. Pour des textures présentant un taux moyen initial de fibres supérieur à 30%, le traitement par un fluide sous pression correspond à réduire ce taux initial à une valeur inférieure.
25

A titre d'exemple, pour un taux moyen initial de fibres de 40%,
30 le traitement par fluide sous pression est réalisé pour réduire ce taux à une valeur inférieure à 40% comme par exemple entre 20% et 35%.

Pour des textures présentant un taux moyen initial de fibres supérieur à 40%, le traitement par un fluide sous pression correspond à réduire ce taux initial à une valeur inférieure de manière à ramener ce
35 taux à une valeur comprise entre 20% et 45%.

Le procédé de fabrication d'une pièce en matériau composite débute par la réalisation d'une texture fibreuse obtenue par tissage tridimensionnel entre des fils de chaîne et des fils de trame. Par "tissage tridimensionnel" ou "tissage 3D", on entend ici un mode de tissage par lequel certains au moins des fils de chaîne lient des fils de trame sur plusieurs couches de trame. Parmi les tissages tridimensionnels qui peuvent être utilisés pour réaliser la texture fibreuse dans la présente invention, on citera notamment le tissage interlock et le tissage multicouches. Par "tissage interlock", on entend ici une armure de tissage 3D dont chaque couche de chaîne lie plusieurs couches de trames avec tous les fils de la même colonne de chaîne ayant le même mouvement dans le plan de l'armure. Un exemple de texture obtenue par tissage interlock est une texture ou préforme Guipex®. Par "tissage multicouches", on désigne ici un tissage 3D avec plusieurs couches de trame dont l'armure de base de chaque couche est équivalente à une armure de tissu 2D classique, tel qu'une armure de type toile (tissu multi-toile), satin ou sergé (tissu multi-satin ou multi-sergé), mais avec certains points de l'armure qui lient les couches de trame entre elles.

Des exemples détaillés de réalisation d'une texture ou préforme fibreuse par tissage 3D sont notamment décrits en détail dans les documents US 7 101 154, US 7 241 112, WO 2010/061140 et WO 2006/136755 dont le contenu est incorporé ici par voie de référence.

Les fils utilisés pour réaliser la texture fibreuse peuvent être en fibres de diverses natures, en particulier des fibres de carbone, de céramique (par exemple carbure de silicium) ou d'oxyde.

Après le tissage de la texture fibreuse et conformément à la présente invention, la texture fibreuse est soumise à un fluide sous pression afin de réduire le taux de fibres dans la texture.

La figure 1 illustre une installation 100 permettant de réaliser un tel traitement. L'installation 100 comprend un tapis 110 sur lequel est disposée une texture fibreuse 10 destinée à être soumise à des jets d'eau sous pression 120 délivrés par des buses 130 positionnées sur le trajet du tapis 110. Lors du fonctionnement de l'installation, la texture fibreuse peut passer une ou plusieurs fois sous les jets d'eau sous pression 120. La texture peut être orientée différemment à chaque passage afin d'homogénéiser l'effet des jets d'eau sur l'ensemble des fils de la texture.

Elle peut, par exemple, être tournée de 45° ou 90° avant chaque nouveau passage. La texture peut être également retournée après un ou plusieurs passages sous les jets d'eau sous pression 120 afin de soumettre les deux faces de celle-ci aux jets d'eau sous pression. Cela peut permettre
5 notamment d'atteindre toutes les couches de fils dans le cas d'une texture épaisse.

La pression du jet d'eau en sortie de buse est réglée de manière à réduire le taux de fibres dans la texture à une valeur comprise entre 20% et 45% comme expliqué ci-avant. La pression à ajuster dépend
10 principalement de l'épaisseur de la texture fibreuse à traiter et de la distance D_b entre les buses 130 et la texture 10. Dans une moindre mesure, la pression est également réglée en fonction de la forme du jet en sortie de buse. Par exemple, la pression sera réglée plus fortement pour un jet très dispersé en sortie de buse que pour un jet plus concentré en
15 sortie de buse.

A titre d'exemple, pour une texture fibreuse tissée 3D, telle qu'une texture Guipex®, ayant une épaisseur comprise entre 1 mm et 2 mm et étant traitée aux jets d'eau sous pression dans une installation PERFOJET JETLACE 3000 dans laquelle les buses sont situées à une
20 distance de 50 mm de la face de la texture fibreuse, la pression de jet d'eau en sortie de buse est ajustée à environ 80 bars.

En outre de l'étape de réalisation d'une texture fibreuse et de son traitement avec un fluide sous pression comme décrits ci-avant, le procédé de fabrication d'une pièce en matériau composite conforme à
25 l'invention comprend les étapes bien connues de mise en forme et consolidation de la texture par voie liquide, pour obtenir une préforme consolidée, et densification de la préforme par voie gazeuse et/ou voie liquide.

Avant les étapes de consolidation et de densification, une étape
30 de dépôt d'une couche d'interphase comme décrit dans les documents US 4 752 503 et US 5 486 379 peut être éventuellement réalisée.

La consolidation par voie liquide est, de façon bien connue en soi, réalisée par imprégnation de la texture fibreuse par un précurseur organique du matériau désiré pour la première phase de matrice assurant
35 la consolidation. Il peut s'agir de précurseurs de céramique tels que les polycarbosilanes (PCS), polysiloxanes (PSX), polytitanocarbosilanes

(PTCS), ou polysilazanes (PSZ), ou de précurseurs de carbone (résine phénolique, résine furanique, du brai, etc.).

La mise en forme de la texture fibreuse est réalisée généralement par moulage avant ou après l'imprégnation de la texture
5 fibreuse avec la composition de consolidation. La texture fibreuse imprégnée est polymérisée, généralement à une température inférieure à 400 °C. A ce stade, la texture mise en forme est soumise à un traitement thermique pour transformer le précurseur par pyrolyse. Ce dernier traitement est réalisé à une température généralement comprise entre
10 500 °C et 2 800 °C, selon la nature du précurseur, la texture étant éventuellement maintenue dans le moule pour éviter des déformations.

La densification par voie gazeuse est réalisée par infiltration chimique en phase vapeur dans un four d'infiltration dans lequel est admise une phase gazeuse contenant généralement des précurseurs
15 gazeux de céramique, notamment de carbure de silicium (SiC), ou de carbone. Les techniques de formation de matrices par voie gazeuse sont bien connues.

En référence à la figure 2, on décrit un mode de mise en oeuvre d'un procédé pour la fabrication d'une pièce en matériau composite
20 thermostructural conforme à l'invention dans lequel la texture fibreuse, après sa réalisation par tissage et avant sa consolidation et sa densification, est soumise à un fluide sous pression.

La première étape (étape S1) consiste à tisser une texture fibreuse par tissage 3D de fils de fibres en céramique, par exemple des fils
25 de fibre SiC de type ZMI® ou Nicalon®.

On procède ensuite à l'étape de traitement de la texture fibreuse par un fluide sous pression, par exemple de l'eau, comme décrit ci-avant, c'est-à-dire dans des conditions opératoires permettant de réduire le taux de fibres dans la texture à une valeur comprise entre 20%
30 et 45% et de favoriser ainsi l'infiltration des fils par la matrice déposée ultérieurement (étape S2).

Dans l'exemple décrit ici, une couche d'interphase est déposée sur les fibres de la texture fibreuse afin d'améliorer la tenue mécanique du matériau (étape S3).

35 La texture fibreuse est ensuite imprégnée avec une composition liquide de consolidation, ici une résine précurseur de carbure de silicium

éventuellement diluée dans un solvant, par exemple de l'acétone (étape S4). Après les étapes éventuelles d'évaporation du solvant et de pré-polymérisation (pré-poussage), la texture fibreuse imprégnée est mise en forme par moulage (étape S5) et la résine est polymérisée (étape S6). La texture est alors soumise à un traitement thermique pour transformer la résine par pyrolyse en résidus solides de SiC qui permettent de consolider la texture et d'obtenir une préforme fibreuse qui se tient (préforme autoporteuse) (étape S7).

A ce stade du procédé, la préforme est suffisamment rigide pour être placée dans un four de densification par infiltration chimique en phase vapeur (CVI) sans recourir à des outillages (étape S8). Suivant la nature de la phase gazeuse introduite dans le four, une matrice céramique ou carbone est formée au sein de la texture fibreuse. La porosité interne des fils ayant été ouverte par le traitement au fluide sous pression, la phase gazeuse pénètre à la fois dans les espaces inter-fils et dans la porosité des fils, ce qui permet de former une matrice par voie gazeuse aussi bien en dehors qu'à l'intérieur des fils de la préforme.

Les propriétés thermomécaniques de la pièce en matériau composite ainsi réalisée sont supérieures à celles d'une pièce réalisée de façon similaire mais sans soumettre préalablement la texture fibreuse à un fluide sous pression.

La figure 3 montre un matériau CMC après densification voie gazeuse d'une texture fibreuse en fibres SiC n'ayant pas été soumise, avant densification, à un fluide sous pression tandis que la figure 4 montre un matériau CMC après densification voie gazeuse d'une texture fibreuse ayant été soumise à un fluide sous pression conformément à l'invention.

Le matériau composite des figures 3 et 4 est un matériau CMC réalisé dans les conditions suivantes:

- formation texture fibreuse correspondant à un tissu Guipex® de 1 mm d'épaisseur par réalisation d'une structure multicouche de tissage tridimensionnel de fils de fibres SiC ZMI®,
- dépôt d'une interphase,
- consolidation voie liquide par imprégnation de la texture dans un bain de résine pré-céramique, polymérisation et pyrolyse de la résine,
- densification voie gazeuse (CVI) par une matrice SiC.

Pour le matériau de la figure 3, chacune des deux faces de la texture fibreuse est en outre préalablement soumise à deux passages sous des jets d'eau sous pression dans une installation PERFOJET JETLACE 3000 la pression des jets d'eau étant de 80 bars avec des buses situées à une distance de 50 mm de la texture. Les jets d'eau sous pression sont ici
5 délivrés par des buses comportant chacune 15 trous ayant chacun un diamètre de sortie de 0,127 mm.

Sur la figure 4 (microphotographie du matériau obtenu avec texture traitée aux jets d'eau sous pression), on observe la fragmentation
10 des fils de la texture et la présence de matrice à la fois dans les espaces intra-fils et inter-fils ainsi créés alors que sur la figure 3 (microphotographie du matériau obtenu avec texture non traitée aux jets d'eau sous pression), on n'observe pas de fragmentation des fils de la texture, la matrice étant essentiellement localisée à l'extérieur des fils,
15 c'est-à-dire dans les espaces inter-fils.

En outre, en comparant le matériau des figures 3 et 4, on constate une répartition plus homogène des fibres pour une texture ayant été préalablement traitée aux jets d'eau sous pression (figure 4) que non (figure 3). En effet, en réduisant le taux de fibres pour un volume donné
20 avec un fluide sous pression, on fait foisonner les fils de la texture et on répartit les fibres dans des espaces inter-fils qui n'étaient pas couverts par les fils à l'origine.

Le tableau I ci-après indique les résultats de réduction du taux de fibres obtenu après un traitement d'une texture fibreuse (tissu Guipex®) aux jets d'eau dans la même installation que celle utilisée pour
25 traiter les textures du matériau de la figure 4, la texture ayant été soumise à un jet d'eau sous pression avec une pression déterminée et sur une ou deux faces consécutivement comme indiqués dans la deuxième colonne du tableau.

30

Tableau I

Fibre	Pression jet d'eau (bars)	Taux de fibres (%) initial	Epaisseur initiale texture (mm à 5 kPa)	taux de fibres (%) après traitement au jet d'eau	Epaisseur texture (mm à 5 kPa) après traitement au jet d'eau
ZMI®	30 (1 face)	57,6	1,075	53,6	1,16
		57,6	1,075	53,6	1,16
	80 (2 faces)	57,6	1,075	34,5	1,22
		57,6	1,075	34,5	1,45
	80 (2 faces)	57,6	1,075	34,5	1,51
	30 à 120 (1 face)	57,6	1,075	27,7	1,79
	30 à 120 (1 face)	57,6	1,075	27,7	1,52
Nicalon®	30 (2 faces)	54,1	1,3	41,5	1,14
	30 (1 face)	54,1	1,3	41,5	1,14

5 Dans le tableau ci-dessus, les textures fibreuses réalisées à partir de fibres ZMI® présentent une masse surfacique de 955 g/m² tandis que celles réalisées à parti de fibres Nicalon® présentent une masse surfacique de 870 g/m². Certaines textures ont été testées plusieurs fois dans les mêmes conditions de traitement afin de démontrer la reproductibilité du procédé de l'invention.

10 Le taux de fibres dans la texture fibreuse (initial et après traitement au jet d'eau) est calculé à partir de la masse surfacique de la texture, de la densité ou masse volumique de fibres et de l'épaisseur de la texture suivant la formule suivante :

15
$$\text{Taux de fibre} = \text{masse surfacique} / (\text{densité fibres} \times \text{épaisseur texture})$$

Des essais comparatifs de durées de vie ont été réalisés entre deux éprouvettes réalisées en matériau composite CMC à partir de textures fibreuses tissées Guipex® identiques (même armure de tissage et

même épaisseur), consolidées par voie liquide (CVL) avec une résine pré-céramique et densifiées par voie gazeuse (CVI). La texture fibreuse de la première éprouvette est réalisée avec des fibres SiC de type ZMI® et n'a pas été traitée aux jets d'eau sous pression avant densification. La texture fibreuse de la deuxième éprouvette est également réalisée avec des fibres SiC de type ZMI® mais a été soumise, avant consolidation et densification, à des jets d'eau à une pression de 80 bars sur ses deux faces consécutivement. Les deux éprouvettes ont été évaluées en fluage dans les mêmes conditions, à savoir à une température de 450°C et sous une charge de 2640 N. La durée de vie de la première éprouvette (sans traitement préalable de la texture fibreuse aux jets d'eau) est de 310 heures tandis que la durée de vie de la deuxième éprouvette (texture fibreuse traitée aux jets d'eau) est de 520 heures, ce qui montre l'influence positive du traitement aux jets d'eau sous pression sur la durée de vie du matériau.

La texture fibreuse tissée peut être traitée avec d'autres types de fluides sous pression que de l'eau. Elle peut être notamment traitée avec d'autres liquides adaptés ou avec des flux d'air sous pression. L'homme du métier adaptera les conditions opératoires, en particulier la pression du fluide, en fonction de la nature de celui-ci et des autres paramètres décrits ci-avant (distance entre buse(s) et texture, épaisseur texture, etc.). L'adaptation des conditions opératoires pourra notamment être effectuée après plusieurs essais jusqu'à obtenir la réduction désirée du taux de fibres dans la texture, c'est-à-dire conformément à l'invention, une réduction du taux moyen initial de fibres dans la texture à une valeur comprise entre 20% et 45%.

REVENDEICATIONS

1. Procédé de fabrication d'une pièce en matériau composite comprenant un renfort fibreux densifié par une matrice, ledit procédé
5 comprenant les étapes suivantes :
- réalisation d'une texture fibreuse (10) par tissage de fils, ladite texture fibreuse présentant un taux moyen initial de fibres déterminé,
 - densification de la texture fibreuse par une matrice,
10 caractérisé en ce qu'il comprend, avant la densification de la texture fibreuse (10), une étape de traitement de la texture consistant à soumettre ladite texture à un fluide sous pression (120) de manière à réduire le taux moyen de fibres dans la texture à une valeur comprise entre 20% et 45%.
- 15 2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'étape de traitement de la texture fibreuse consiste à soumettre ladite texture à un ou plusieurs jets d'eau sous pression.
- 20 3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'étape de traitement de la texture fibreuse consiste à soumettre ladite texture à un ou plusieurs jets d'air sous pression.
- 25 4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que la texture fibreuse (10) est une texture multicouche réalisée par tissage tridimensionnel de fils continus de fibres de carbone, de carbure de silicium ou d'oxyde.
- 30 5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce qu'il comprend, avant la densification de la texture fibreuse, le dépôt d'une interphase sur les fibres de ladite texture fibreuse.
- 35 6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que la densification de la texture fibreuse comprend l'infiltration chimique en voie gazeuse d'une matrice dans ladite texture.

7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que la densification de la texture fibreuse comprend l'infiltration en voie liquide d'une matrice dans ladite texture.

5 8. Procédé selon la revendication 6 ou 7, caractérisé en ce que la matrice est une matrice céramique choisie parmi au moins : un oxyde, un nitrure, un carbure et un siliciure.

10 9. Procédé selon la revendication 8, caractérisé en ce que la matrice céramique comprend au moins du carbure de silicium et du bore ou un de ses composés.

15 10. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, caractérisé en ce qu'il comprend en outre une étape de mise en forme et consolidation de la texture fibreuse réalisée après l'étape de traitement de la texture avec un fluide sous pression et avant l'étape de densification de ladite texture.

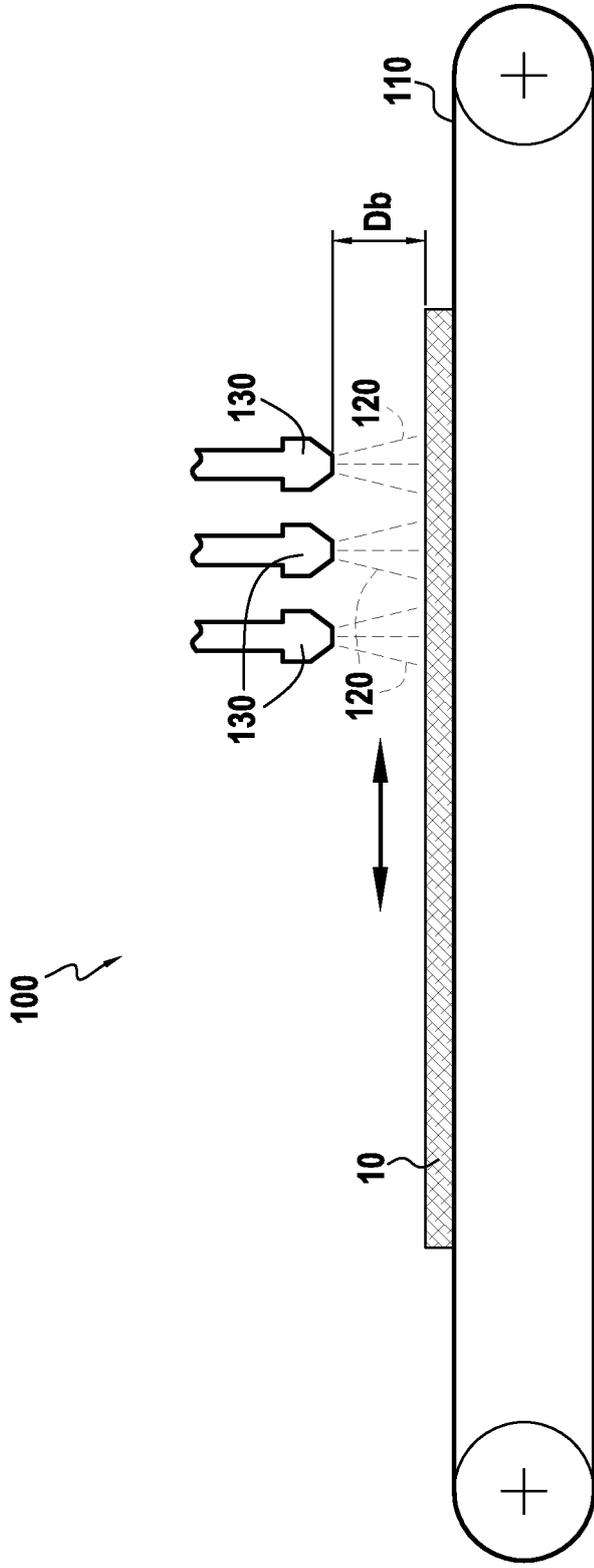


FIG.1

2/3

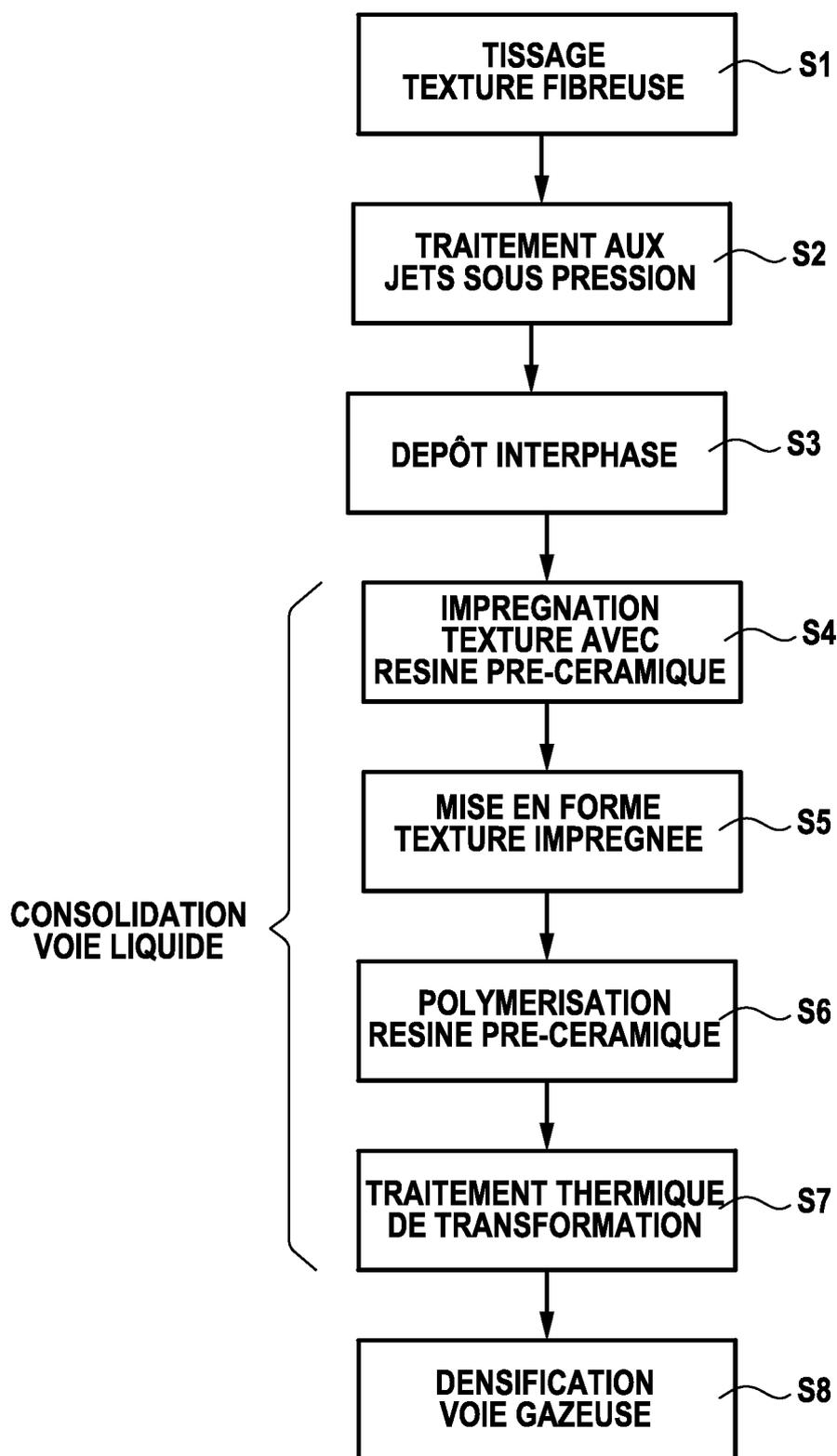


FIG.2

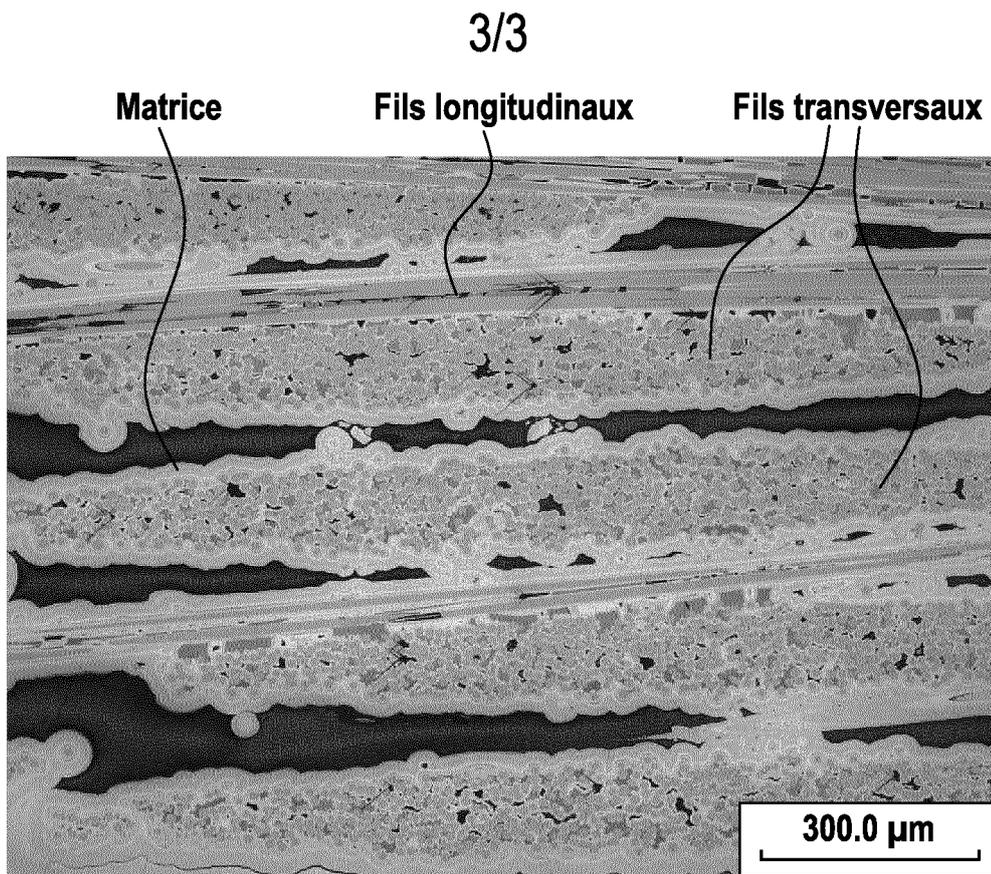


FIG.3

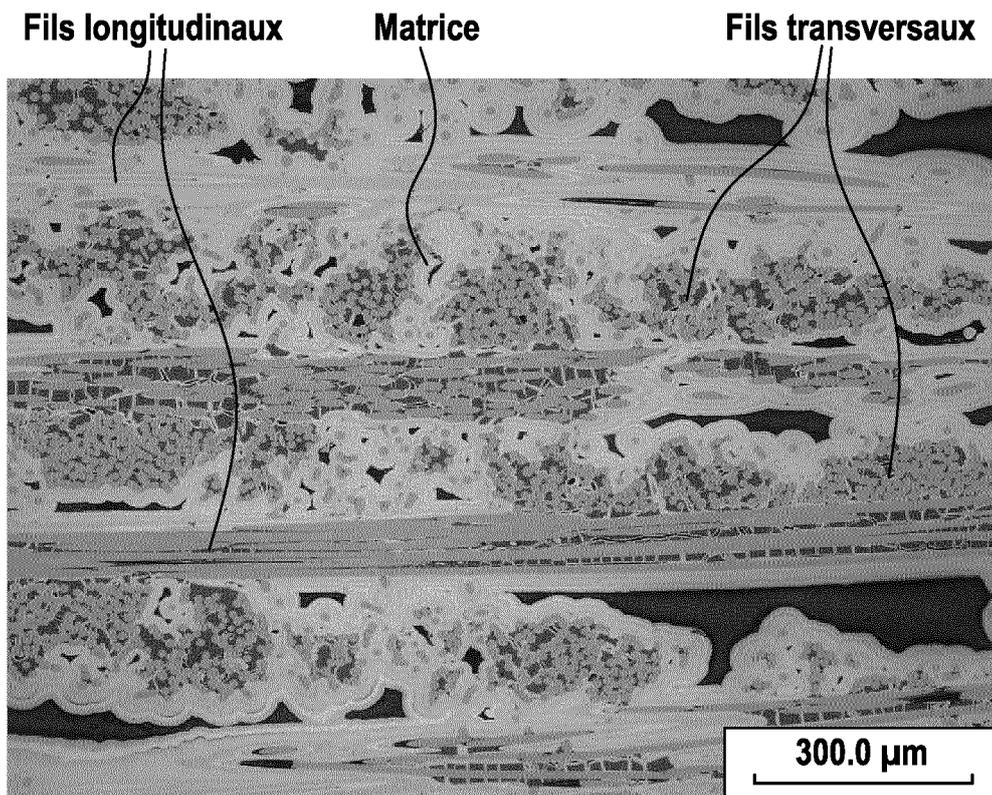


FIG.4



RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE

N° d'enregistrement
national

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

FA 768016
FR 1253520

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	FR 2 952 052 A1 (SNECMA PROPULSION SOLIDE [FR]) 6 mai 2011 (2011-05-06) * page 5, ligne 11-19; revendications 1,5,8 * * page 6, ligne 5-30 * * exemple 1 et 2 *	1-10	D06B5/00 C04B35/78 B32B18/00
X	----- US 5 217 796 A (KASAI SHIN [JP] ET AL) 8 juin 1993 (1993-06-08) * revendication 1 * * colonne 3, ligne 3-18 *	1-10	
X	----- US 5 557 831 A (KISHI HAJIME [JP] ET AL) 24 septembre 1996 (1996-09-24) * colonne 9, ligne 43 - colonne 10, ligne 67 *	1-10	
A	----- WO 00/75410 A1 (CARR REINFORCEMENTS LTD [GB]; TAYLOR ERIC [GB]; RIDGE NORMAN [GB]) 14 décembre 2000 (2000-12-14) * page 5, alinéa 3; revendication 1 * * page 6, alinéa 2 *	1,3	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
A	----- EP 0 207 422 A2 (BASF AG [DE]) 7 janvier 1987 (1987-01-07) * page 10 *	1-10	D06C B29C C04B B32B
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
17 janvier 2013		Bichi, Marco	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS		T : théorie ou principe à la base de l'invention	
X : particulièrement pertinent à lui seul		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.	
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie		D : cité dans la demande	
A : arrière-plan technologique		L : cité pour d'autres raisons	
O : divulgation non-écrite		
P : document intercalaire		& : membre de la même famille, document correspondant	

1

EPO FORM 1503 12.99 (P04C14)

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 1253520 FA 768016**

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 **17-01-2013**

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
FR 2952052	A1	06-05-2011	CA 2778383 A1	05-05-2011
			CN 102712546 A	03-10-2012
			EP 2493832 A1	05-09-2012
			FR 2952052 A1	06-05-2011
			US 2012301691 A1	29-11-2012
			WO 2011051611 A1	05-05-2011

US 5217796	A	08-06-1993	US 5217796 A	08-06-1993
			US 5281441 A	25-01-1994

US 5557831	A	24-09-1996	US 5447785 A	05-09-1995
			US 5557831 A	24-09-1996
			US 5616405 A	01-04-1997
			US 5626916 A	06-05-1997

WO 0075410	A1	14-12-2000	AU 5233900 A	28-12-2000
			GB 2364328 A	23-01-2002
			WO 0075410 A1	14-12-2000

EP 0207422	A2	07-01-1987	EP 0207422 A2	07-01-1987
			JP 62006935 A	13-01-1987
			US 4714642 A	22-12-1987
