

12

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

22 Date de dépôt : 03.07.14.

30 Priorité :

43 Date de mise à la disposition du public de la  
demande : 08.01.16 Bulletin 16/01.

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) : HERAKLES Société anonyme — FR.

72 Inventeur(s) : COURCOT EMILIE, PHILIPPE ERIC,  
BOUILLON ERIC et JIMENEZ SEBASTIEN.

73 Titulaire(s) : HERAKLES Société anonyme.

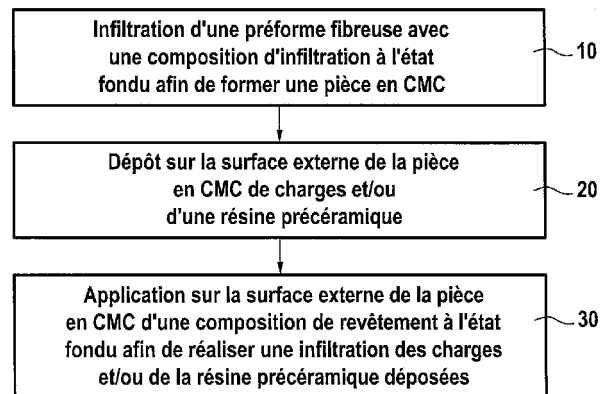
74 Mandataire(s) : CABINET BEAU DE LOMENIE.

54 PROCÉDE DE FABRICATION D'UNE PIÈCE REVÊTUE PAR UN REVÊTEMENT DE SURFACE COMPORTANT  
UN ALLIAGE.

57 L'invention concerne un procédé pour la fabrication  
d'une pièce en matériau composite comportant un renfort fi-  
breux densifié par une matrice céramique, la pièce présen-  
tant 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 com-  
portant les étapes suivantes :

a) formation de la matrice céramique de la pièce en ma-  
térialu 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 com-  
position de revêtement à l'état fondu, la composition de re-  
vêtement ayant une deuxième température de fusion  
inférieure à la première température de fusion et une com-  
position différente de celle de la matrice céramique.



5 Arrière-plan de l'invention

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

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

15 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 :

- revêtement de lissage pour la zone de pale 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
- 20 - revêtement permettant de limiter les phénomènes d'usure et d'usure de contact (« fretting ») aux interfaces.

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

25 Il existe donc un découplage total entre la fabrication du CMC et la formation de son revêtement. Les revêtements à base d'oxydes 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 dépôt de poudre (peinture, trempage « dip-coating », injection ou

30 surmoulage, par exemple) suivis d'une consolidation par voie gazeuse.

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

35 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

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.

5 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.

10 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.

15 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.

20 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).

25 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.

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

35 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.

5 Dans un exemple de réalisation, la composition d'infiltration peut, lors de l'étape a), être mise en contact avec des charges réactives 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  
10 parmi : C, B<sub>4</sub>C, SiB<sub>6</sub>, et leurs mélanges.

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

15 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 un alliage de silicium et de nickel ou un alliage de silicium et de cobalt.

20 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 utilisation, d'autre part.

25 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 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.

30 Dans un exemple de réalisation, le revêtement de surface peut comporter une phase de NiSi<sub>2</sub> et/ou une phase de NiSi. En particulier, le revêtement de surface peut comporter :

- une phase de NiSi<sub>2</sub> et éventuellement une phase de Si, et/ou
- 35 - une phase de NiSi et éventuellement une phase de Si.

Dans un exemple de réalisation, le revêtement de surface peut comporter une phase de  $\text{CoSi}_2$  et éventuellement une phase de Si.

5 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%.

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.

15 L'épaisseur du revêtement de surface peut, sur tout ou partie de la surface externe de la pièce revêtue, être comprise entre  $20\mu\text{m}$  et  $1000\mu\text{m}$ , de préférence entre  $50\mu\text{m}$  et  $300\mu\text{m}$ .

20 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  $300\mu\text{m}$  dans la zone du pied d'aube et/ou être inférieure ou égale à  $100\mu\text{m}$  dans la zone de la pale.

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

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

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.

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

Les charges présentes au sein du revêtement de surface peuvent être choisies parmi :  $\text{SiC}$ ,  $\text{Si}_3\text{N}_4$  ou  $\text{BN}$ , 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.

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.

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.

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.

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.

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].

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.

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

5 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.

10 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.

15 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, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ou BN, et leurs mélanges. Les charges réactives du deuxième ensemble de charges peuvent, par exemple, être choisies parmi : C, B<sub>4</sub>C, SiB<sub>6</sub>, et leurs mélanges.

20 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.

25 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.

30 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 composition de revêtement à l'état fondu peut être présente sur la préforme fibreuse avant infiltration de la préforme fibreuse par la composition d'infiltration à l'état fondu.

35 Dans ce cas, un traitement thermique de la préforme fibreuse peut être réalisé, le traitement thermique comportant la soumission de la préforme fibreuse à :



- une première température permettant d'obtenir, sur la surface externe de la préforme fibreuse, la couche de composition de revêtement à l'état fondu, puis à

5 - une deuxième température, supérieure à la première température, lors de l'infiltration de la préforme fibreuse avec la composition d'infiltration à l'état fondu, puis à

- un refroidissement de l'ensemble obtenu après infiltration de la préforme fibreuse.

10 La première température peut, par exemple, être maintenue pendant une durée supérieure ou égale à 15 minutes, par exemple pendant une durée comprise entre 15 minutes et 60 minutes.

La deuxième température peut, par exemple, être maintenue pendant une durée supérieure ou égale à 15 minutes, par exemple pendant une durée comprise entre 15 minutes et 60 minutes.

15 Le traitement thermique peut, par exemple, comporter la réalisation d'un premier palier de température à la première température, puis une augmentation de la température de manière monotone, voire strictement monotone, jusqu'à la deuxième température puis la réalisation d'un deuxième palier de température à la deuxième température.

20 Dans un exemple de réalisation, la surface externe de la préforme fibreuse peut avoir été revêtue, avant soumission à la première température, par la composition de revêtement à l'état solide. Dans ce cas, la soumission à la première température permet de faire fondre la composition de revêtement à l'état solide déposée sur la surface externe  
25 de la préforme fibreuse.

Plus précisément, une couche précurseur de revêtement de surface peut, avant soumission à la première température, avoir été déposée sur la surface externe de la préforme fibreuse, la couche précurseur de revêtement de surface comportant, d'une part,  
30 la composition de revêtement à l'état solide et, d'autre part, le deuxième ensemble de charges et/ou la résine précéramique.

Le deuxième ensemble de charges et/ou la résine précéramique présents dans la couche précurseur de revêtement de surface peuvent être tels que décrits plus haut.

35 Comme expliqué plus haut, la composition de revêtement à l'état fondu peut réagir chimiquement avec les charges ou, en variante, la

composition de revêtement peut, une fois solidifiée, participer à assurer la liaison des charges.

5 Dans un exemple de réalisation, avant soumission de la préforme fibreuse à la première température, le deuxième ensemble de charges peut être appliqué sur la surface externe de la préforme fibreuse par voie barbotine (« Slurry cast »), ces charges étant par exemple choisies parmi SiC, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, C, B, et leurs mélanges, ces charges étant destinées à être mises en contact avec la composition de revêtement à l'état fondu.

10 La présence de ces charges sur la surface externe permet avantageusement de combler la porosité de la préforme afin de limiter, voire d'éviter, la pénétration au sein de la préforme de la composition de revêtement à l'état fondu.

15 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.

#### Brève description des dessins

20 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 dessins annexés, sur lesquels :

- 25 - 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,
- la figure 3 est un ordinogramme plus détaillé d'un exemple de procédé de préparation d'une pièce selon l'invention,
- 30 - la figure 4 est un ordinogramme d'une variante de procédé de préparation d'une pièce selon l'invention,
- la figure 5 est une vue en perspective d'une aube de turbomachine fabriquée par un procédé selon l'invention, et
- 35 - la figure 6 est une vue en perspective d'une roue de 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 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.

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 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 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.

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.

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 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.

5 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.

10 Dans un exemple de réalisation, les fils utilisés peuvent être des fils de carbure de silicium (SiC) fournis sous la dénomination "Nicalon", « 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.

15 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 d'une couche ou d'un empilement de plusieurs couches de :

20 - tissu unidimensionnel (UD),  
- tissu bidimensionnel (2D),  
- tresse,  
- tricot,  
- feutre,  
25 - 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.

30 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.

35 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.

5           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, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/SiC/Si, SiB ou SiMo.

On va maintenant décrire, en lien avec les figures 2 à 4, des procédés de préparation selon l'invention.

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

15           Une préforme fibreuse comportant des charges, par exemple choisies parmi SiC, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, 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, sensiblement l'intégralité des charges réactives peut être consommée. En variante, seule une partie des charges réactives est consommée durant cette réaction.

20           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.

25           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 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, par exemple réalisée par voie gazeuse.

30           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.

5 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).

10 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'infiltré, durant l'étape 30, au sein des charges et/ou de la résine précéramique déposées sur la surface externe de la pièce.

15 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).

20 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 :

25 - 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, B<sub>4</sub>C et/ou SiBC, et pouvant comporter une matrice auto-cicatrisante, le revêtement pouvant être déposé par CVI,

30 - usinage de la préforme fibreuse (étape 8, cette étape est optionnelle dans l'exemple de réalisation considéré),

35 - 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, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, C, B, et leurs mélanges, et l'excédent de charges en surface étant éventuellement éliminé totalement ou partiellement à l'issue du « slurry cast »,

5 - 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,

10 - nettoyage du composite par exemple par opération simple de sablage ou écouvillage (cette étape est optionnelle dans l'exemple de réalisation considéré),

15 - dépôt sur la surface externe de la pièce en matériau composite d'un deuxième ensemble de charges (étape 20), par exemple choisies parmi : SiC, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, C, Mo<sub>2</sub>C, B<sub>4</sub>C 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-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,

20 - 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,

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

On va à présent décrire, en référence à la figure 4, un ordinogramme représentant les étapes d'une variante d'un procédé de fabrication selon l'invention.

35 On réalise tout d'abord une fusion de la composition de revêtement à l'état solide présente sur la surface externe d'une préforme fibreuse par soumission de celle-ci à une première température (étape

40). La composition de revêtement à l'état fondu vient alors infiltrer des charges et/ou une résine précéramique présentes sur la surface externe de la préforme fibreuse (étape 50). On infiltre ensuite, après fusion de la composition de revêtement, la préforme fibreuse avec une composition d'infiltration à l'état fondu comportant du silicium en soumettant la préforme à une deuxième température supérieure à la première température (étape 60). On réalise ensuite un refroidissement de l'ensemble obtenu à l'issue de l'étape 60 (étape 70).

Comme dans l'exemple de réalisation de procédé décrit précédemment, la préforme fibreuse comporte des charges, par exemple choisies parmi SiC, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, C, B et leurs mélanges, au moment de l'infiltration par la composition d'infiltration. Lorsque des charges réactives sont présentes dans la préforme fibreuse, l'intégralité des charges réactives peut être consommée lors de l'étape a). En variante, seule une partie des charges réactives est consommée lors de l'étape a).

La composition d'infiltration utilisée dans cet exemple de réalisation pour densifier le renfort fibreux peut être telle que décrite plus haut.

On donne ci-dessous un exemple plus détaillé d'un procédé de préparation d'une pièce selon l'invention selon la variante représentée à la figure 4. Le procédé peut comporter les étapes suivantes :

- préparation d'une préforme fibreuse, par exemple à base de fibres Hi-Nicalon S, 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, 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, le revêtement étant par exemple en carbure, par exemple en SiC, B<sub>4</sub>C et/ou SiBC, et pouvant comporter une matrice autocicatrisante, le revêtement pouvant être déposé par CVI,

- introduction, au sein de la préforme fibreuse, de premières charges, par exemple de charges réactives, par voie barbotine (« Slurry cast »), les charges étant par exemple choisies parmi SiC, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, C, B, et leurs mélanges, et l'excédent de charges en surface étant éventuellement totalement ou partiellement éliminé à l'issue du « slurry cast »,



- dépôt, sur la surface externe de la préforme fibreuse, de deuxièmes charges, par exemple choisies parmi SiC, C, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, Mo<sub>2</sub>C, B<sub>4</sub>C et leurs mélanges, et/ou d'une résine précéramique, par exemple de PCS, PSZ ou d'une résine phénolique, et de la composition de revêtement à l'état solide, le dépôt étant par exemple effectué par trempage (« dip-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 préforme fibreuse, par exemple suivant les différentes zones fonctionnelles de la pièce à obtenir,

- traitement thermique d'infiltration à l'état fondu (« melt-infiltration ») comportant la soumission de la préforme fibreuse à :

- une première température permettant de faire fondre la composition de revêtement à l'état solide présente sur la surface externe de la préforme fibreuse et que celle-ci infiltre les deuxièmes charges et/ou la résine précéramique, puis à

- une deuxième température, supérieure à la première température, lors de l'infiltration de la préforme fibreuse avec la composition d'infiltration à l'état fondu pour obtenir une densification par une matrice céramique de la préforme fibreuse, cette infiltration étant éventuellement précédée d'une étape de désoxydation de la préforme fibreuse et de la composition d'infiltration, puis à

- un refroidissement de l'ensemble obtenu.

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 5.

L'aube 100 de la figure 5 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.

5 On a représenté à la figure 6 un exemple de roue 200 de turbomachine comportant des aubes fabriquées par un procédé selon l'invention selon l'invention.

10 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 6.

15 La figure 6 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.

20 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.

25 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.

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

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

## REVENDICATIONS

1. Procédé pour la fabrication d'une pièce (1) en matériau composite comportant un renfort fibreux densifié par une matrice céramique (2), la 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 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 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 (2).
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'alliage du 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.
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).

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  $\mu\text{m}$  et 1000  $\mu\text{m}$ .
- 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) est initiée après réalisation de l'étape a).
- 20
9. Procédé selon la revendication 8, 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.
- 25
10. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, 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).
- 30

1/5

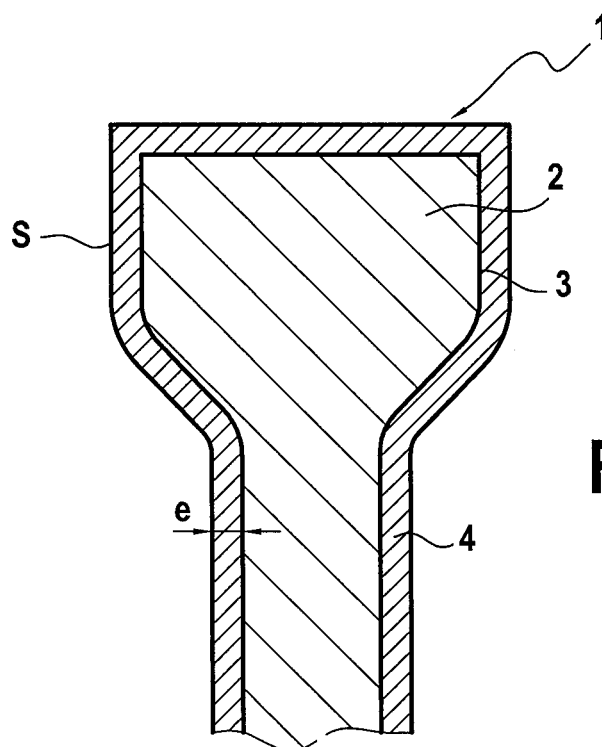


FIG. 1

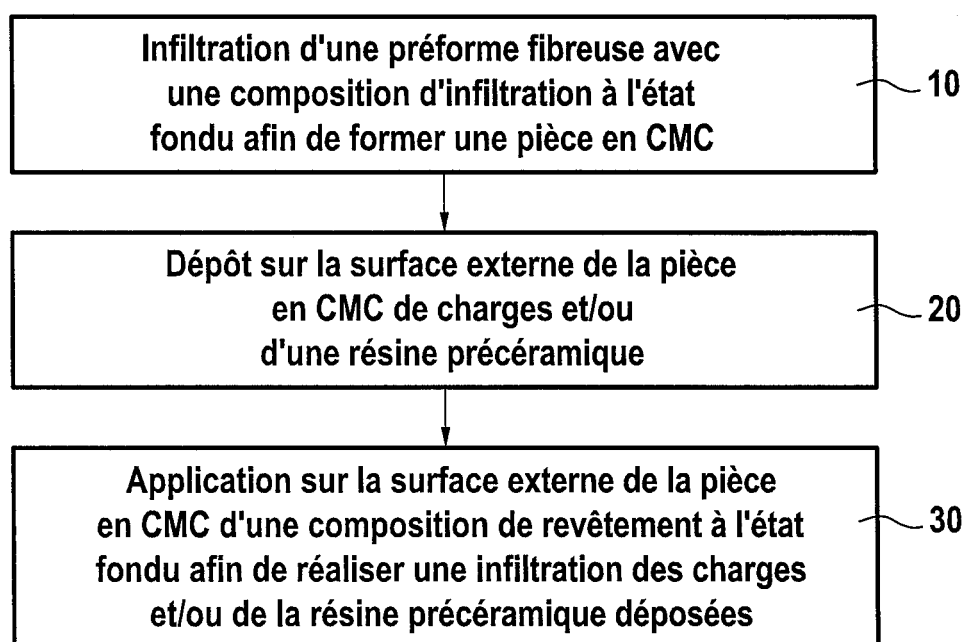


FIG. 2

2/5

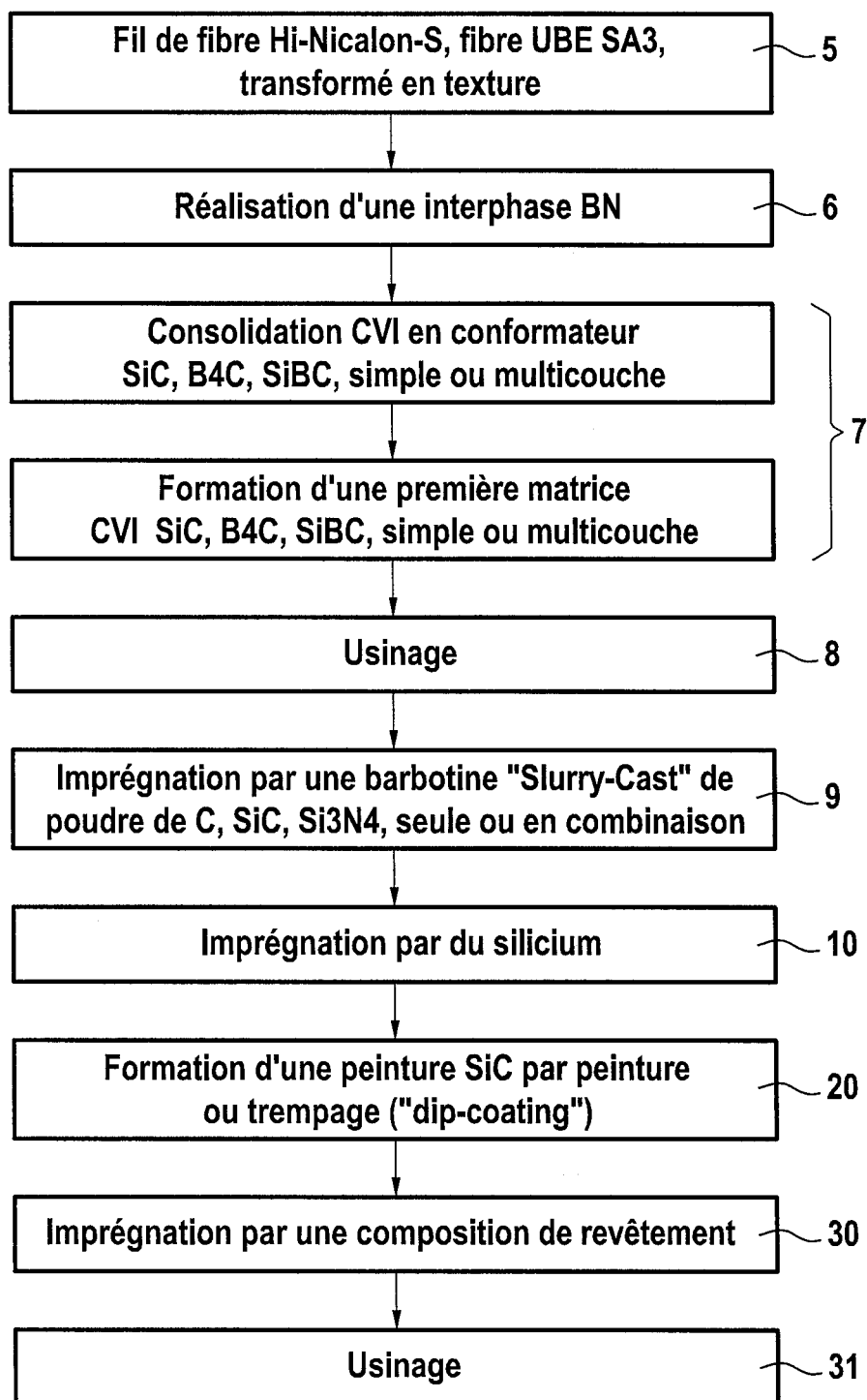


FIG.3

3/5

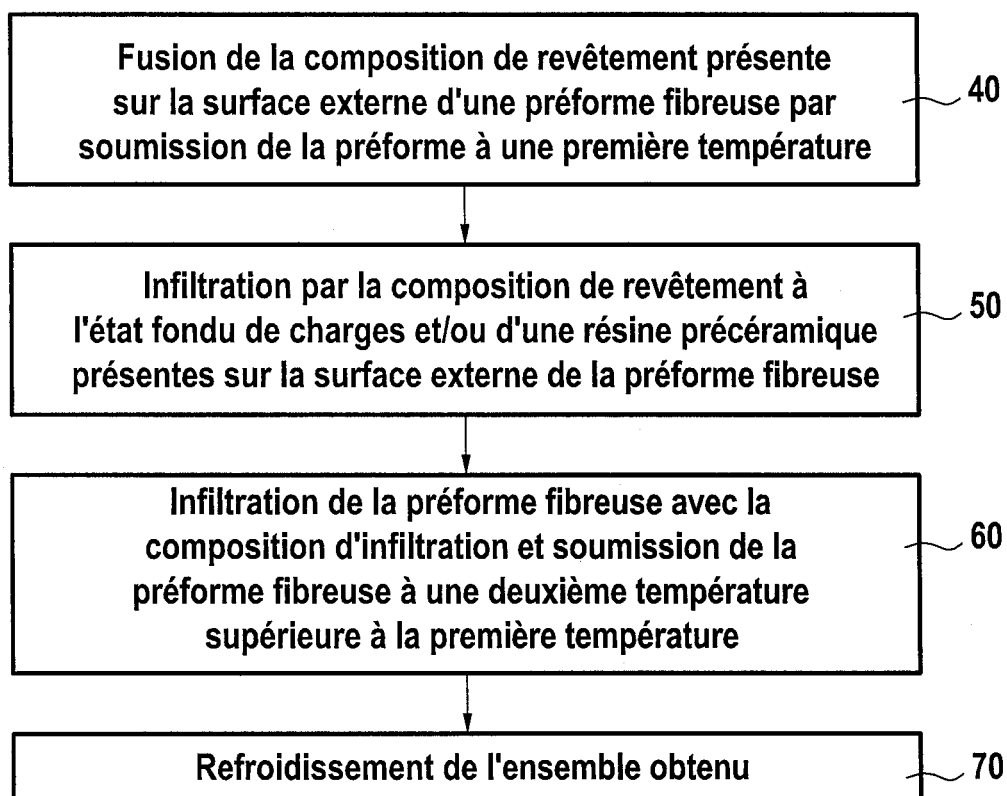


FIG.4

4/5

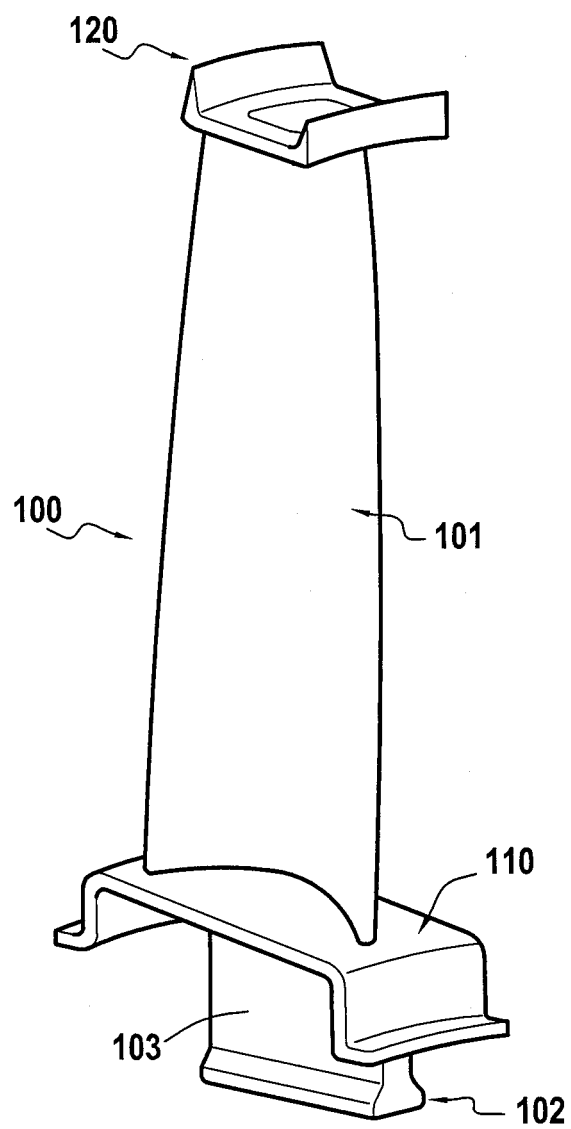


FIG. 5



5/5

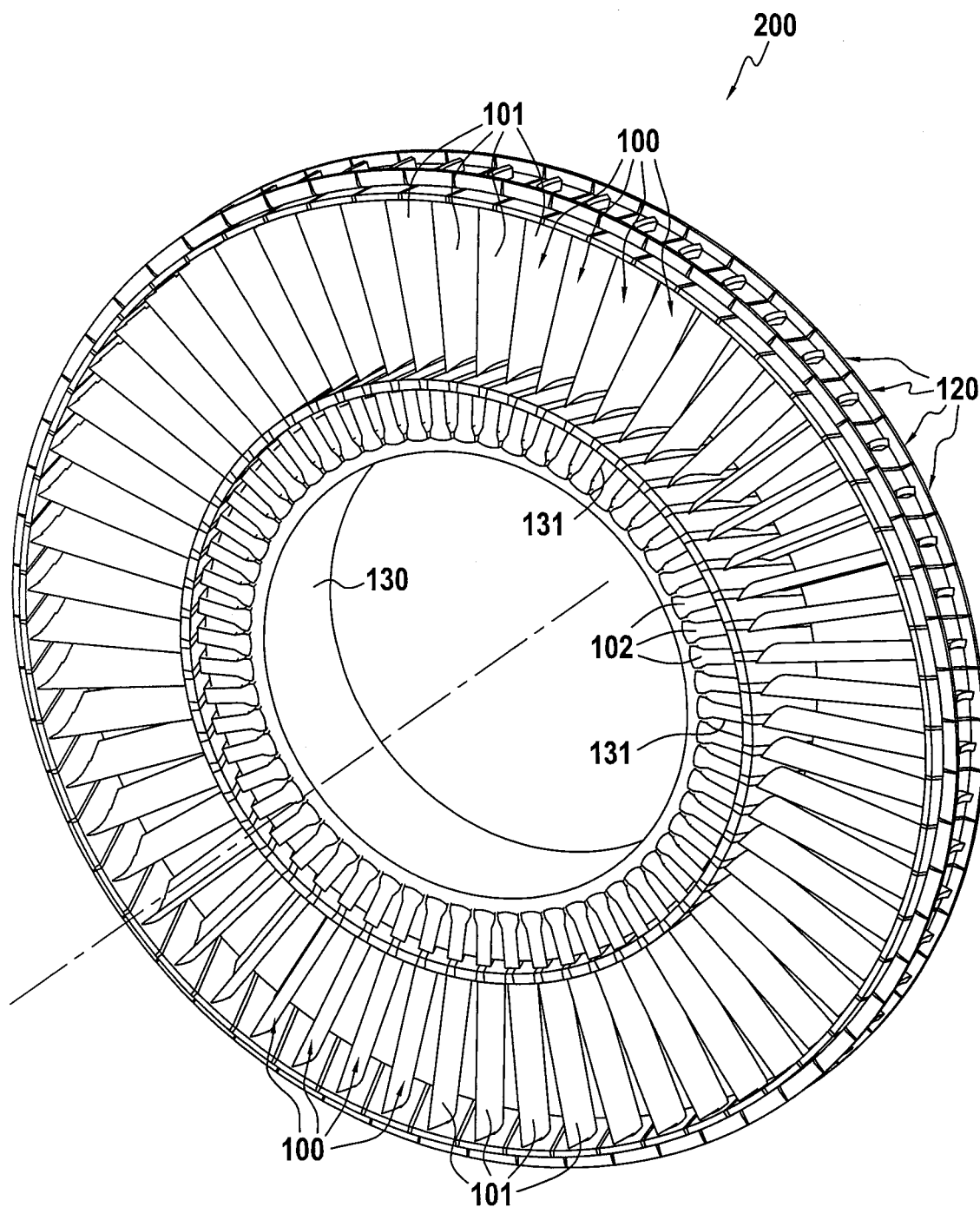


FIG. 6



**RAPPORT DE RECHERCHE  
PRÉLIMINAIRE**

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

N° d'enregistrement  
national

FA 801250  
FR 1456392

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 2 939 430 A1 (SNECMA PROPULSION SOLIDE [FR]; SNECMA [FR]) 11 juin 2010 (2010-06-11) * revendications * -----	1-10	B32B5/16 C04B41/90 C04B35/71 F01D5/28
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
			C04B F01D
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
25 mars 2015		Rosenberger, Jürgen	
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	

1

EPO FORM 1503 12.99 (P04C14)

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE  
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 1456392 FA 801250**

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 **25-03-2015**

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 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
-----				