

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 403 635**

51 Int. Cl.:

B29C 70/54 (2006.01)

B29C 70/44 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **16.12.2005** **E 05848182 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **13.02.2013** **EP 1824664**

54 Título: **Densificación de estructuras fibrosas para la realización de piezas gruesas de material compuesto**

30 Prioridad:

16.12.2004 FR 0413392

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

20.05.2013

73 Titular/es:

**HERAKLES (100.0%)
Rue de Touban, Les Cinq Chemins
33185 Le Haillan , FR**

72 Inventor/es:

**BOUTEFEU, BRIGITTE;
DAUCHIER, MARTINE;
FAGES, MARIE-LAURE y
CAUCHOIS, JEAN-PIERRE**

74 Agente/Representante:

CURELL AGUILÁ, Mireia

ES 2 403 635 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Densificación de estructuras fibrosas para la realización de piezas gruesas de material compuesto.

5 Antecedentes de la invención

La presente invención se refiere a la realización de piezas de material compuesto con refuerzo fibroso y matriz de resina utilizando un proceso de inyección de resina a presión, o proceso RTM ("Resin Transfer Moulding").

10 El campo de aplicación de la invención es más particularmente el de la realización de piezas gruesas de material compuesto. A título de ejemplo de dichas piezas gruesas, se pueden citar unos divergentes de toberas de motores-cohetes tales como los realizados en material compuesto con refuerzo de fibras de carbono y matriz de resina fenólica. La invención es aplicable evidentemente a la fabricación de una gran variedad de piezas, ya se trate de piezas de motores-cohetes o de motores de avión, o de piezas utilizables más generalmente en los campos
15 aeronáutico y espacial u otros campos.

Un técnica utilizada habitualmente para la realización de piezas gruesas de material compuesto consiste en impregnar previamente por una resina unas capas o bandas de tejido u otra textura fibrosa, en plegar o bobinar las capas o bandas previamente impregnadas sobre una horma y un mandril, hasta alcanzar un espesor deseado, y
20 después en recubrir el semielaborado así obtenido con una película de deslaminado, un tejido de drenaje de resina y una membrana de elastómero para permitir la polimerización de la resina en autoclave y obtener una pieza que tiene sustancialmente la forma deseada.

Un procedimiento de este tipo permite obtener unos resultados técnicos satisfactorios para ciertas aplicaciones previstas, a saber una baja porosidad residual y una tasa de fibras de refuerzo bastante elevada. Sin embargo, la realización industrial del procedimiento adolece de inconvenientes: realización en varias etapas sucesivas de impregnación por la resina y de polimerización en autoclave después del plegado o bobinado. Esta operación de impregnación por paso por unos baños implica la utilización de disolventes y un tratamiento particular de los
25 efluentes puesto que éstos plantean unos problemas medioambientales, de higiene y de seguridad.

Se conoce asimismo desde hace largo tiempo el procedimiento RTM que se utiliza ampliamente y permite encadenar las etapas de impregnación de un refuerzo fibroso en un molde por inyección de resina y de polimerización en autoclave, sin puesta al aire libre del refuerzo fibroso impregnado.

35 Sin embargo, si se utiliza el procedimiento RTM clásico sobre un refuerzo fibroso de gran espesor, es difícil obtener unas piezas de material compuesto con una baja porosidad residual. En efecto, la impregnación a fondo de un refuerzo fibroso grueso por la resina requiere una baja viscosidad de ésta. El descenso de la viscosidad por la utilización de disolventes y la utilización de resinas cuya polimerización se acompaña de la liberación de materias volátiles, como es el caso en particular para las resinas fenólicas, hacen que una porosidad residual importante esté
40 presente en el material compuesto después de la polimerización de la resina. Una reducción de la porosidad es ciertamente posible repitiendo varias veces el ciclo de impregnación-polimerización, pero al precio de una duración y de un coste de tratamiento sustancialmente incrementados.

Un procedimiento de tipo RTM se describe en el documento DE 198 53 709 C1 que prevé en particular reducir las inclusiones gaseosas en un refuerzo fibroso impregnado por una resina y que describe un procedimiento según el preámbulo de la reivindicación 1.

Objeto y sumario de la invención

50 La invención tiene por objetivo proponer un procedimiento de realización de piezas de material compuesto con refuerzo fibroso y matriz de resina que permite obtener unas piezas gruesas, con una baja porosidad, sin presentar los inconvenientes citados anteriormente de los procedimientos de la técnica anterior utilizando unos pre-impregnados o un proceso RTM clásico.

55 Este objetivo se alcanza gracias a un procedimiento para la realización de una pieza gruesa en material compuesto con refuerzo fibroso y matriz de resina tal como el definido por la reivindicación 1.

Por pieza gruesa, se entiende en la presente memoria una pieza que tiene un espesor por lo menos igual a 5 cm.

60 La estructura fibrosa puede ser de tipo unidireccional (1D) formada por ejemplo por bobinado de un hilo o cable, de tipo bidimensional (2D), formada por ejemplo por plegado de estratos fibrosos, o tridimensional (3D), formada por ejemplo por tejido, trenzado o tricotado 3D o por superposición y unión entre ellos de estratos fibrosos.

65 En este último caso, los estratos fibrosos pueden estar ligados entre ellos "mecánicamente" por unos elementos que se extienden a través de los estratos. Esto se puede obtener por punzonado con desplazamiento de fibras fuera del plano de los estratos, por implantación de hilos o elementos rígidos (agujas o vástagos) a través de los estratos o

también por costura. La estructura fibrosa constituye entonces una preforma de la pieza a realizar, pudiendo dicha preforma ser manipulada conservando al mismo tiempo su cohesión, sin ser por ello rígida.

5 Como variante, una unión entre estratos fibrosos constitutivos de la estructura fibrosa 3D se puede obtener por un agente de unión tal como un ligante orgánico o mineral que realiza no solamente una unión entre estratos, sino también una rigidización de la estructura fibrosa.

10 Se observará que en el caso de estructuras fibrosas 3D que constituyen unas preformas fibrosas no rígidas, se podrá realizar una rigidización mediante consolidación por densificación parcial de las preformas.

10 En el caso de una estructura fibrosa no rígida (estructura 1D, 2D o 3D no rigidizada), se realiza ventajosamente un compactado de la estructura fibrosa. Este compactado se podrá realizar por lo menos en parte por medio de la membrana flexible durante la polimerización bajo presión.

15 En el caso de una estructura fibrosa rígida, ventajosamente, se dispone un tubo de drenaje entre la estructura fibrosa y la membrana flexible, y se fuerza a la resina contenida en el tubo de drenaje a penetrar en la estructura fibrosa durante la polimerización final bajo presión.

20 En los dos casos, gracias a la asociación de la presencia de una membrana flexible como pared del molde y de la polimerización bajo presión, se obtiene entonces una reducción de porosidad del material compuesto.

Se puede utilizar un molde que comprende una parte de soporte rígida que tiene una superficie correspondiente al perfil de una superficie de la pieza a realizar y contra la cual se aplica la estructura fibrosa.

25 Según una particularidad del procedimiento, se puede realizar un tratamiento de pre-distilación de la composición de resina antes de su inyección en el molde para rebajar la tasa másica de materias volátiles en ésta a un valor inferior a 25%.

30 La resina utilizada es una resina de policondensación, tal como una resina fenólica, en particular de tipo resol, o una resina furánica. Se pueden añadir a la resina unas cargas sólidas en forma finamente dividida.

35 De acuerdo con la invención, la etapa de polimerización comprende una fase inicial en el curso de la cual se lleva la temperatura a un primer valor y se establece una depresión en el molde para evacuar unas materias volátiles producidas y una fase final en el curso de la cual se eleva progresivamente la temperatura a partir del primer valor y se eleva la presión en el recinto para aplicar a la estructura fibrosa impregnada una presión preferentemente superior a 1 MPa, por ejemplo comprendida entre 1 MPa y 2,5 MPa.

40 Así, el procedimiento según la invención se destaca porque constituye una adaptación del procedimiento RTM específicamente para la realización de piezas gruesas de baja porosidad.

Breve descripción de los dibujos

La invención se comprenderá mejor con la lectura de la descripción dada a continuación haciendo referencia a los planos adjuntos, en los que:

- 45
- la figura 1 muestra las etapas sucesivas de un modo de realización de un procedimiento de acuerdo con la invención;
 - 50 - la figura 2 es una vista muy esquemática de conjunto de una instalación que permite la realización de un procedimiento según la invención;
 - las figuras 3 y 4 son unas vistas esquemáticas de modos de realización de un molde para la realización de un divergente de tobera de motor-cohete a partir de una preforma fibrosa no rígida;
 - 55 - la figura 5 es una vista esquemática de un modo de realización de un molde para la realización de un divergente de tobera de motor-cohete a partir de una preforma fibrosa consolidada rígida; y
 - la figura 6 muestra un ejemplo de la evolución de la presión y de la temperatura durante la etapa de polimerización de la resina según un modo particular de realización del procedimiento de acuerdo con la invención.
- 60

Descripción detallada de modos de realización de la invención

65 Una primera etapa 10 del procedimiento consiste en elaborar una estructura fibrosa destinada a constituir el refuerzo de una pieza de material compuesto a realizar. Esta estructura fibrosa puede estar en forma de una preforma fibrosa tridimensional, o 3D, que tiene una forma correspondiente a la de la pieza a realizar y que presenta a su vez una

cohesión que le permite ser manipulada sin perder su cohesión. De manera bien conocida, dicha preforma fibrosa 3D puede ser un fieltro o ser obtenida por tejido, tricotado o trenzado tridimensionales, o por superposición y unión entre ellos de estratos bidimensionales, o 2D. Los estratos 2D pueden estar formados por tejido, o por napas unidireccionales (UD), o por napas multidireccionales constituidas por varias napas UD superpuestas en unas direcciones diferentes y unidas entre ellas. La unión entre estratos 2D puede estar realizada por punzonado, costura o también inserción de hilos o de elementos rígidos a través de los estratos.

Se podrá por ejemplo hacer referencia a los documentos US nº 4.790.052 y US nº 5.226.217 que describen la realización de estructuras fibrosas 3D de diferentes formas posibles.

Es posible asimismo utilizar una preforma fibrosa 3D rigidizada que puede ser manipulada conservando su forma con la ayuda de utillaje de mantenimiento. Dicha preforma puede ser obtenida por consolidación de una preforma fibrosa 3D no rígida por depósito en el seno de la preforma fibrosa de un material en cantidad justo suficiente para unir las fibras de la preforma entre ellas, es decir por una pre-densificación de la preforma. Esto puede ser realizado por infiltración química en fase vapor o CVI ("Chemical Vapor Infiltration") o por vía líquida, es decir por impregnación de la preforma mediante un precursor líquido del material de consolidación, por ejemplo una resina, y transformación del precursor mediante tratamiento térmico, siendo la preforma fibrosa mantenida en un utillaje.

Una preforma 3D rígida también se puede obtener por superposición de estratos 2D con unión de los estratos entre sí por un ligante orgánico (resina) o mineral.

Como ya se ha indicado, se podrán utilizar asimismo unas estructuras fibrosas 1D, obtenidas por ejemplo por simple bobinado de un hilo, cable o cinta, o unas estructuras fibrosas 2D, obtenidas por ejemplo por simple plegado de estratos 2D.

Una segunda etapa 11 del procedimiento consiste en colocar la estructura fibrosa en un molde de una instalación de densificación tal como por ejemplo la ilustrada en la figura 2.

Esta instalación comprende un recinto 20 que forma una autoclave en cuyo interior está dispuesto sobre un plato 23 el molde 22 que contiene la estructura fibrosa. Unos modos de realización del molde 22 serán descritos más adelante haciendo referencia a las figuras 2 y 3.

Se introduce una composición de resina en el molde a partir de un sistema de inyección 24 y de un conducto 25 que conecta el sistema de inyección al molde 22, por ejemplo en la base de éste. El sistema de inyección 24 comprende un depósito y unos medios de calentamiento y presurización eventual de la resina.

Un conducto 26 conecta el molde 22, por ejemplo por la parte superior de éste, a una fuente de vacío (no representada). Una válvula 27 montada sobre el conducto 26 permite establecer o interrumpir una depresión en el molde 22.

Además, un conducto 28 conecta la autoclave 20 a una fuente de gas, por ejemplo de nitrógeno, a presión (no representada). Un conjunto 29 de válvula y regulador de presión está montado sobre el conducto 28 para permitir establecer o interrumpir una sobrepresión de valor deseado en la autoclave 20.

La autoclave 20 está además provista clásicamente de medios de calentamiento, por ejemplo de tipo resistivo asociados a unos medios de regulación de temperatura (no representados).

En la instalación de la figura 2, se introduce la resina por la base del molde y progresa hacia arriba bajo la acción de la depresión establecida en el molde por conexión a la fuente de vacío completada eventualmente por una sobrepresión de llegada de la resina. Evidentemente, son posibles otras disposiciones, invirtiendo la circulación de la resina en el molde o inyectando la resina a diferentes niveles del molde, en particular cuando la pieza a realizar es de grandes dimensiones.

Unos moldes convenientes para unas estructuras fibrosas anulares están ilustrados por las figuras 3 a 5, en el caso por ejemplo de la realización de un divergente de tobera de motor-cohete. La estructura fibrosa es entonces preferentemente una preforma 3D de fibras de carbono formada por estratos fibrosos (tejido o napas) superpuestos y unidos entre ellos por punzonado. La preforma presenta una forma anular de revolución, troncocónica, o con perfil curvado en "huevera". Sus dimensiones varían según las del divergente a realizar. El espesor de la preforma sobrepasa de 5 cm y puede alcanzar 15 cm o incluso más.

Evidentemente, las formas de las estructuras fibrosas y de los moldes estarán adaptadas cada vez a las formas de las piezas a realizar.

Los moldes de las figuras 3 y 4 convienen para una preforma fibrosa no pre-densificada, por tanto no rigidizada, o preforma "seca".

El molde de la figura 3 comprende una pieza o utillaje de mantenimiento 32 con una base 32a que descansa sobre un soporte 33 y de la cual sobresale un núcleo 32b que tiene una superficie externa sustancialmente troncocónica cuyo perfil corresponde al de la superficie que define la vena de flujo de gases en el divergente de tobera a realizar.

5 Se coloca la preforma 30 del divergente a realizar, que tiene sustancialmente una forma anular, sobre el núcleo 32b descansando por un extremo axial sobre la base 32a.

10 Un tubo de drenaje 34 de difusión de resina está dispuesto sobre la superficie exterior de la preforma 30, estando el tubo de drenaje 34 por ejemplo en forma de rejilla. Se recubre el conjunto por una membrana estanca flexible 36 de elastómero, por ejemplo de silicona. La envolvente 36 está fijada de manera estanca por unos collarines de apriete alrededor de la base 32a y de una prolongación 32c del núcleo 32b en su parte superior.

15 Los conductos 25 y 26 se conectan de manera estanca a unas aberturas formadas en la membrana 36 a nivel de las partes inferior y superior del núcleo 32a, respectivamente.

Un canal 38 de difusión de resina se extiende alrededor de la parte inferior de la preforma 30 y es alimentado con resina por el conducto 25. El canal 38 está constituido por ejemplo por una tubería perforada.

20 La resina introducida por el conducto 25 se reparte alrededor de la parte inferior de la preforma por el canal 38, progresa por el tubo de drenaje de difusión 34 y penetra en la preforma 30 a través de éste. El exceso de resina es extraído por el conducto de puesta bajo vacío 26 que se conecta a un orificio formado en la membrana 36 a nivel de la parte superior del utillaje 32.

25 La figura 4 muestra un molde que comprende un utillaje 42 de mantenimiento rígido de forma hembra, a diferencia del de la figura 3. Este utillaje comprende una parte troncocónica 42b cerrada por su extremo o vértice 42c de menor diámetro y provisto de un collarín 42a en su otro extremo abierto. La cara interna del utillaje corresponde al perfil deseado para la superficie exterior de un divergente a realizar.

30 La preforma 40 del divergente se coloca contra la superficie interna de la parte troncocónica 42b del utillaje. Un tubo de drenaje 44 de difusión de resina está dispuesto sobre la superficie interior de la preforma 40, estando el tubo de drenaje por ejemplo en forma de una rejilla. Una membrana estanca flexible 46 recubre el tubo de drenaje 44, siendo la membrana de elastómero, por ejemplo de silicona. La membrana se extiende de manera continua sobre toda la superficie interna del conjunto formado por el utillaje 42. En su periferia, se mantiene apretada de manera estanca entre el collarín 42a y un soporte 43. En su parte central, se mantiene apretada de manera estanca entre el vértice 42c del utillaje y una pieza de apoyo 47.

Un canal 48 de difusión de resina se extiende a lo largo de la parte inferior de la preforma 40 y es alimentado, desde el interior, por el conducto 25. El canal 48 está por ejemplo formado por una tubería perforada.

40 La resina introducida por el conducto 25 se reparte alrededor de la parte inferior de la preforma, progresa por el tubo de drenaje de difusión 44 y penetra en la preforma 40 a través de éste. El exceso de resina es extraído por el conducto de puesta bajo vacío 26 que se conecta a un orificio formado en el vértice 42c del utillaje.

45 Un molde conveniente para una preforma fibrosa 3D rígida consolidada está ilustrado por la figura 5. La preforma puede estar consolidada por depósito de carbono pirolítico (PyC) por CVI que une las fibras entre ellas, siendo bien conocidos los procesos CVI de depósito de PyC.

50 La preforma fibrosa consolidada 50 está contenida de manera estanca entre unas membranas interior y exterior 52, 54, y descansa sobre un soporte 53. Se utilizan unas membranas estancas, de elastómero, por ejemplo de silicona y se interponen entre la preforma 50 y por lo menos la membrana exterior 54, un estrato de deslaminado 55 y un tejido de drenaje 56.

55 Como muestra la figura 5, las membranas 52, 54 están aplicadas una sobre la otra de manera estanca a nivel del soporte 53 y un vástago 57 soportado por el plato mantiene la membrana interior 52 aplicada contra la superficie interior de la preforma 50.

60 Un canal 58 de difusión de resina está formado alrededor de la parte inferior de la preforma 50, bajo la membrana 54, y está conectado de manera estanca al conducto 25. La resina introducida por el conducto 25 penetra en la preforma a través del tejido de drenaje 56 y el estrato de deslaminado 55. Un exceso de resina es retenido por el tejido 56 y por la canalización 26. El estrato de deslaminado 55 facilita el desmoldeo después de la polimerización de la resina.

65 Después de la colocación de la estructura fibrosa en el recinto 20, la etapa siguiente 12 consiste en preparar la resina a inyectar en el molde 22.

El procedimiento según la invención conviene particularmente para la realización de piezas de material compuesto

con matriz de resina de policondensación, en particular de resina fenólica de policondensación. Se utiliza en particular una resina fenólica de tipo resol. Las resinas fenólicas empleadas habitualmente para unos procesos RTM tienen una baja viscosidad. Por ello, se proporcionan con una tasa de disolvente elevada que se encuentra en la tasa másica de materias volátiles, la cual es relativamente importante, habitualmente del orden de 40%. Durante la polimerización, estas materias volátiles generan una porosidad bastante importante, aproximadamente 15%.

Asimismo, según una particularidad de la invención, se inyecta una resina con una tasa másica de materias volátiles relativamente baja, inferior a 25%, preferentemente inferior a 20%. Por materias volátiles, se entiende en la presente memoria el disolvente asociado a la resina y las otras materias evacuadas en forma gaseosa durante el ciclo de polimerización.

Según la tasa de materias volátiles presente en la composición de la resina disponible, una operación de pre-tratamiento puede ser necesaria con el fin de rebajar esta tasa. Dicho pre-tratamiento consiste en una pre-destilación bajo vacío manteniendo la resina a una temperatura moderada. La temperatura se elige a un nivel suficiente para realizar la pre-destilación, pero sin desencadenar una polimerización de la resina perjudicial para su inyección en la preforma fibrosa a densificar. En el caso de resinas fenólicas, en particular de tipo resol, esta temperatura se elige por ejemplo entre 60°C y 90°C.

Con el fin de conferir a la composición de resina una viscosidad suficientemente baja para permitir la impregnación a fondo de las preformas fibrosas gruesas a densificar, puede ser necesario calentar la resina para elevar su temperatura hasta el nivel requerido para alcanzar la viscosidad deseada. De una manera general, esta viscosidad debe estar comprendida entre 0,1 Pa·s y 0,3 Pa·s, preferentemente entre 0,1 Pa·s y 0,15 Pa·s. En el caso de resinas fenólicas de tipo resol que tienen una tasa de materias volátiles inferior a 25%, la temperatura debe estar comprendida preferentemente entre 65°C y 85°C, entendiéndose que la temperatura no debe sobrepasar un umbral más allá del cual el aumento de la viscosidad de la resina ya no permite la inyección.

La resina que tiene la tasa de materias volátiles y la viscosidad deseada se inyecta en el molde 22 (etapa 13) por medio del sistema de inyección 24 que está adaptado para suministrar la composición de resina a la temperatura deseada y eventualmente bajo presión, por ejemplo una presión que puede alcanzar hasta 3 kPa. Al mismo tiempo, el volumen interno del molde es puesto bajo vacío abriendo la válvula 27. Se puede establecer una contra-presión en la autoclave 20 mediante el conducto 28 para equilibrar la presión entre el interior y el exterior del molde y evitar un hinchamiento de la o de las membranas de éste.

Después de inyectar la resina, se realiza una etapa de polimerización en el molde 22 (etapa 14). La figura 6 muestra un ejemplo de variaciones de temperatura y de presión en el molde y la autoclave durante el ciclo de polimerización. Ventajosamente, la etapa de polimerización comprende una fase inicial 14a en el curso de la cual la temperatura T en la autoclave 20 se eleva hasta una constante T_1 y se mantiene, y el molde 22 se mantiene bajo vacío abriendo la válvula 27, pudiendo la presión P_1 en la autoclave 20 ser mantenida igual a la presión circundante o igual a la contra-presión establecida durante la inyección. Se lleva la temperatura a un valor T_1 suficiente para favorecer el desgaseado de la resina, es decir la evacuación de materias volátiles contenidas en la resina, manteniéndola al mismo tiempo suficientemente fluida para que pueda fluir también en la preforma fibrosa y llenar la porosidad a medida que tiene lugar la evacuación de materias volátiles por el conducto 26. En el caso de resinas fenólicas de tipo resol, esta temperatura T_1 está comprendida preferentemente entre 65°C y 85°C. La duración t_1 de la fase inicial de desgaseado bajo vacío del ciclo de polimerización se elige para permitir una evacuación de materias volátiles suficiente para obtener, después de la polimerización, un nivel de porosidad residual deseada en la matriz de resina. Esta duración t_1 puede tener una duración de varias horas a varias decenas de horas.

A continuación, se realiza una fase final 14b de polimerización bajo presión. Con este fin, la puesta bajo vacío del molde 22 es interrumpida por la parada del vacío y después, la autoclave 20 es puesta a presión y la temperatura de la autoclave se eleva progresivamente y por etapas hasta una temperatura final de polimerización T_f .

La presión P_2 en la autoclave se lleva a un valor relativamente elevado, preferentemente superior a 1 MPa, comprendido por ejemplo entre 1 MPa y 2,5 MPa. Bajo el efecto de la presión, la composición de resina fluye en el interior de la porosidad residual de la estructura fibrosa.

En el caso de una estructura fibrosa no rígida, la presión en la autoclave provoca una compresión de la estructura fibrosa, permitiendo así obtener una pieza de material compuesto que tiene no solamente una porosidad reducida, sino también una tasa volumétrica de fibras aumentada con respecto a la de la estructura fibrosa, siendo la tasa volumétrica de fibras la fracción ocupada por las fibras del volumen aparente de la estructura fibrosa o de la pieza.

Se observará que la estructura fibrosa no rígida también podrá ser compactada o pre-compactada en una fase anterior a la de la polimerización bajo presión.

En el caso de una estructura fibrosa rígida, la presión en la autoclave permite hacer fluir en el interior de la estructura fibrosa la composición de resina almacenada por el tejido de drenaje del molde, reduciendo así la porosidad.

La temperatura T_f depende del tipo de composición de resina utilizado. Así, en el caso de resinas fenólicas de tipo resol, la temperatura T_f es preferentemente superior a 160°C.

5 Terminada la polimerización, se interrumpe el calentamiento de la autoclave y se lleva la presión en la autoclave a la presión atmosférica.

10 Con el fin de facilitar el llenado de la porosidad de la estructura fibrosa y reducir la porosidad residual de la pieza de material compuesto, se podrá utilizar una composición de resina que comprende unas cargas sólidas. Éstas deben estar en forma dividida y en cantidad limitada para no penalizar la inyección a fondo de la estructura fibrosa. Así, la tasa másica de cargas sólidas debe ser preferentemente inferior a 10%. A título de ejemplo, se podrá utilizar negro de carbón.

15 Aunque se haya previsto la utilización de fibras de carbono para la estructura fibrosa, aparece inmediatamente que se pueden utilizar fibras de otra naturaleza, tales como unas fibras orgánicas o inorgánicas, por ejemplo de vidrio o de cerámica (sílice, alúmina, etc.).

20 Además, la utilización de resina de policondensación distinta de la fenólica es posible por cuanto que las etapas de preparación de la composición de resina, de inyección en el molde y de polimerización, pueden ser realizadas de manera similar a la que se ha descrito más arriba. Así, se podrá prever utilizar unas resinas de tipo furánico.

25 Se han efectuado unos ensayos sobre unas muestras de preformas fibrosas 3D "secas" constituidas por unos estratos de tejido de fibras de carbono superpuestas sobre un mandril y unidas entre ellas por punzonado para constituir unas preformas fibrosas de forma sustancialmente troncocónica que pueden alcanzar una longitud axial de 110 cm y un diámetro exterior de 200 cm.

Se ha utilizado una composición de resina fenólica de tipo resol pre-destilada para presentar una tasa másica de materias volátiles de aproximadamente 20%. La inyección de la composición de resina ha sido realizada a una temperatura de aproximadamente 85°C bajo una presión de 0,2 MPa, con establecimiento del vacío en el molde.

30 El ciclo de polimerización ha comprendido una fase inicial de duración t_1 a una temperatura de 65°C a 85°C con puesta bajo vacío del molde y sin sobrepresión en la autoclave y una fase final bajo una presión de 1 MPa a 2,5 MPa en la autoclave elevando la temperatura por etapas hasta aproximadamente 160°C.

35 Para unos valores de t_1 que van de varias horas a varias decenas de horas, se ha observado sobre las diferentes piezas densificadas obtenidas:

- una variación de la densidad entre 1,35 y 1,43;
- una variación de porosidad residual abierta entre 5,9% y 10%;
- una variación de la tasa de compactado entre 8% y 37%, siendo la tasa de compactado la disminución relativa en volumen entre la pieza obtenida y la preforma fibrosa; y
- una variación de la tasa de fibras entre 38% y 54%.

45 Estos ensayos confirman la posibilidad, gracias al procedimiento según la invención, de densificar unas texturas fibrosas gruesas por un procedimiento de tipo RTM obteniendo al mismo tiempo una porosidad residual reducida, inferior a 11% y con posibilidad, en el caso de texturas fibrosas "secas", de alcanzar una tasa de fibras bastante elevada.

50 Se observa asimismo que la elección de una duración t_1 elevada, de varias decenas de horas, permite obtener una porosidad residual baja pero reduce la capacidad de compactado y de aumento de la tasa de fibras debido a la mayor viscosidad de la resina al final de la fase inicial de la etapa de polimerización.

55 Evidentemente, también se podrán fabricar piezas de mayores dimensiones que las de las piezas realizadas durante los ensayos citados.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la realización de un pieza gruesa de material compuesto con refuerzo fibroso y matriz de resina que comprende las etapas siguientes
- 5
- proporcionar una estructura fibrosa (30; 40; 50) destinada a formar el refuerzo de la pieza a realizar,
 - disponer la estructura fibrosa en un molde (22) del que por lo menos una pared está formada por una membrana flexible (36; 46; 52, 54),

10

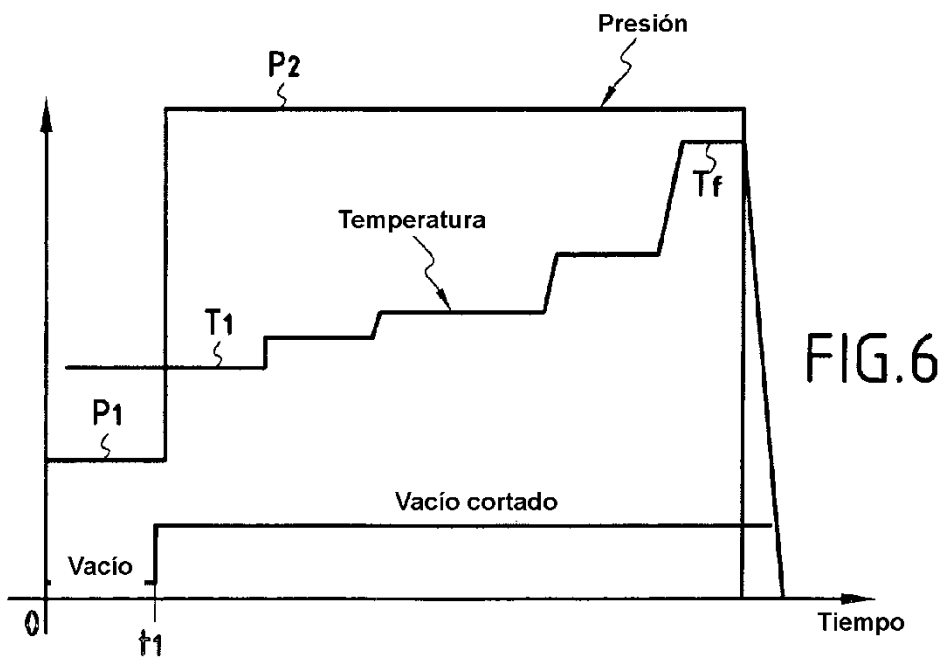
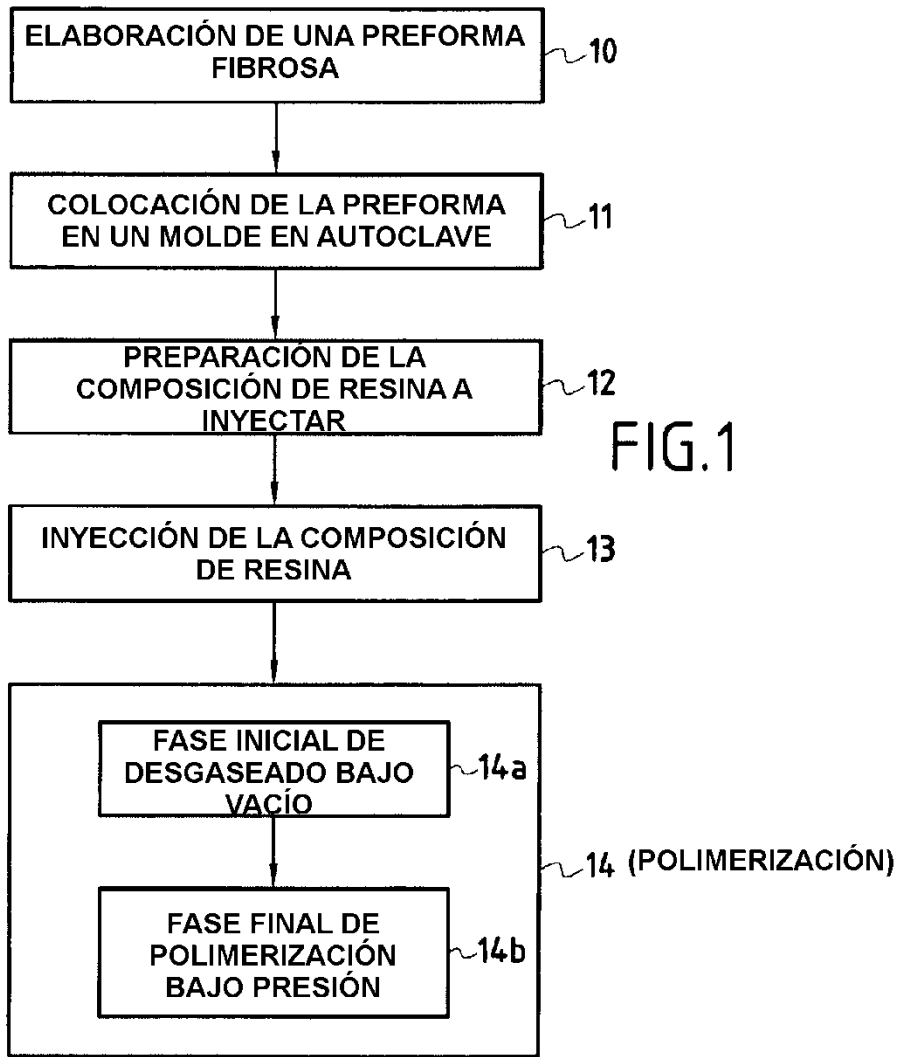
 - inyectar en el molde una composición de resina, y
 - polimerizar la resina en el molde dispuesto en un recinto (20),

15
- caracterizado porque:
- se inyecta en el molde (22) una composición de resina que tiene una tasa másica de materias volátiles inferior a 25% y una temperatura de un valor tal que su viscosidad está comprendida entre 0,1 Pa·s y 0,3 Pa·s, y

20

 - la etapa de polimerización comprende una fase inicial en el curso de la cual se lleva la temperatura a un primer valor y se establece una depresión en el molde (22) para evacuar unas materias volátiles producidas y una fase final en el curso de la cual se eleva la temperatura progresivamente a partir del primer valor y se eleva la presión en el recinto (20) para obtener una pieza de material compuesto que presenta una porosidad volumétrica residual inferior a 11%.

25
2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que se utiliza una estructura fibrosa que comprende unos estratos bidimensionales superpuestos y unidos entre sí.
- 30
3. Procedimiento según la reivindicación 2, en el que los estratos fibrosos bidimensionales están unidos entre sí mediante unos elementos que se extienden a través de los estratos.
4. Procedimiento según la reivindicación 2, en el que los estratos fibrosos bidimensionales están unidos entre sí mediante un ligante orgánico o mineral.
- 35
5. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que se utiliza una estructura fibrosa (30; 40) no rígida y se realiza un compactado de la estructura fibrosa.
6. Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado porque el compactado se realiza por lo menos en parte por medio de la membrana flexible (36; 46) durante la polimerización final bajo presión.
- 40
7. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que se utiliza una estructura fibrosa rígida (50), se dispone un tubo de drenaje (56) entre la estructura fibrosa y la membrana flexible (54), y se fuerza a la resina contenida en el tubo de drenaje a penetrar en la estructura fibrosa durante la polimerización final bajo presión.
- 45
8. Procedimiento según la reivindicación 7, en el que se utiliza una estructura fibrosa (50) rigidizada por consolidación mediante densificación parcial.
9. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en el que se utiliza un molde que comprende una parte de soporte rígida (32; 42) que tiene una superficie correspondiente al perfil de una superficie de la pieza a realizar y contra la cual se aplica la estructura fibrosa.
- 50
10. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en el que se realiza un tratamiento de predestilación de la composición de resina antes de su inyección en el molde (22) para rebajar la tasa másica de materias volátiles de ésta a un valor inferior a 25%.
- 55
11. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en el que se utiliza una resina seleccionada de entre las resinas fenólicas y furánicas.
- 60
12. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, en el que la composición de resina contiene además unas cargas sólidas.
13. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, en el que durante la fase final de la etapa de polimerización, se eleva la presión en el recinto (20) para aplicar a la estructura fibrosa impregnada una presión comprendida entre 1 MPa y 2,5 MPa.
- 65



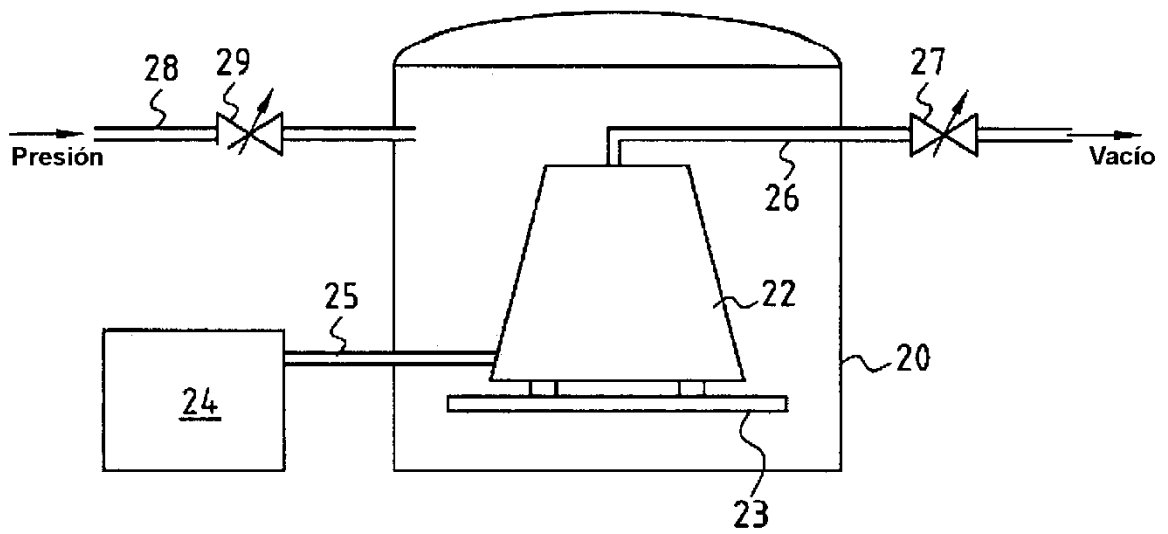


FIG.2

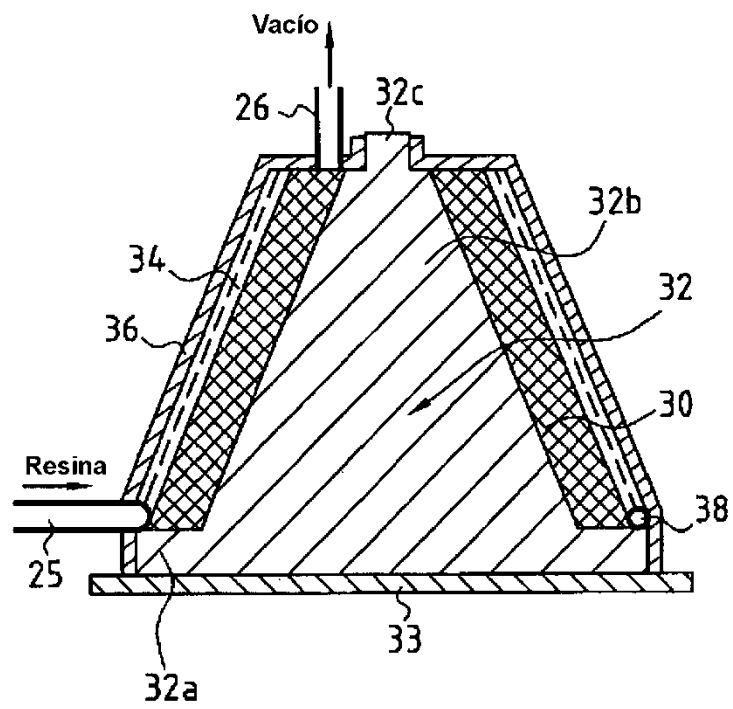


FIG.3

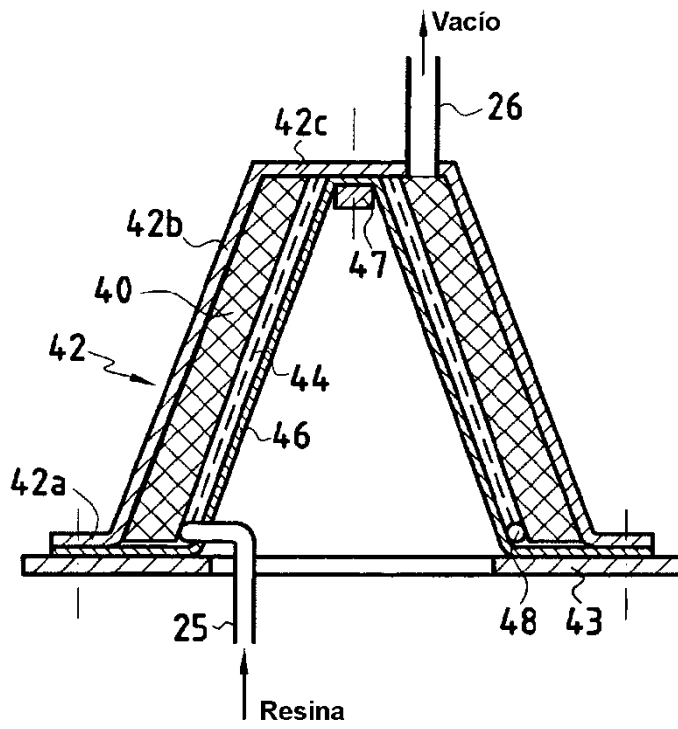


FIG.4

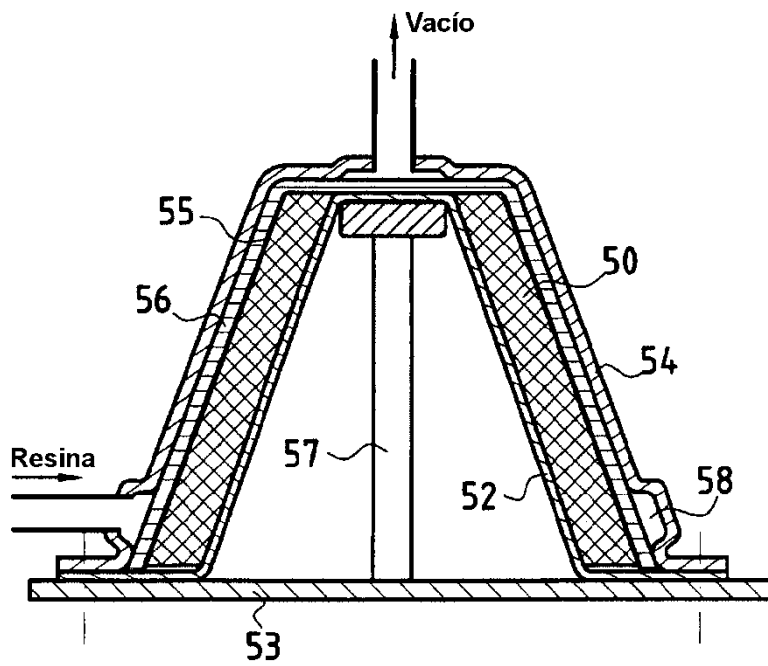


FIG.5