

①⑨ RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
—
**INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE**
—
COURBEVOIE
—

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

3 053 627

②① N° d'enregistrement national : **16 56394**

⑤① Int Cl⁸ : **B 32 B 5/28** (2016.01), B 32 B 17/10

⑫

BREVET D'INVENTION

B1

⑤④ FEUILLE COMPOSITE A BASE DE TISSU ET DE POLYETHERIMIDE A POROSITE
CONTROLEE.

②② Date de dépôt : 05.07.16.

③⑦ Priorité :

④③ Date de mise à la disposition du public
de la demande : 12.01.18 Bulletin 18/02.

④⑤ Date de la mise à disposition du public du
brevet d'invention : 30.07.21 Bulletin 21/30.

⑤⑥ Liste des documents cités dans le rapport de
recherche :

Se reporter à la fin du présent fascicule

⑥⑦ Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

Demande(s) d'extension :

⑦① Demandeur(s) : *PORCHER INDUSTRIES — FR.*

⑦② Inventeur(s) : *FOREST ERIC.*

⑦③ Titulaire(s) : *PORCHER INDUSTRIES.*

⑦④ Mandataire(s) : *LAVOIX.*

FR 3 053 627 - B1



Feuille composite à base de tissu et de polyétherimide à porosité contrôlée

La présente invention concerne une feuille composite de porosité contrôlée comprenant une structure textile et du polyétherimide (PEI), utilisable notamment pour servir de peau à porosité contrôlée dans un procédé de moussage in situ de matériaux thermoplastiques.

Le procédé de moussage in situ est basé sur l'utilisation de peaux (« facings » ou « skins » en anglais) et d'une couche ou film de matériau polymérique thermoplastique mis en présence d'un agent de moussage, permettant de produire un sandwich à cœur moussé. Le procédé in situ permet de réaliser, en une seule étape, l'adhésion entre les peaux et la mousse qui se forme, notamment lorsque les peaux comportent un matériau polymère compatible, de même nature ou identique au matériau polymère de la mousse, permettant d'obtenir divers mécanismes d'adhésion tels que des interactions mécaniques (« mechanical interlocking »), de l'auto-adhésion par des liaisons entre les chaînes de polymère, de l'adsorption (forces interatomiques ou intermoléculaires).

Un exemple typique est le sandwich comportant une mousse à base de polyétherimide et des peaux en composite de tissus de verre et de polymère thermoplastique, qui peut aussi être du PEI. Le procédé comprend l'empilement des deux ou plus feuilles de tissu de verre imprégnées de PEI, éventuellement avec présence d'un solvant d'imprégnation, et d'un ou plusieurs plis de film de PEI en présence d'un agent de moussage (typiquement de l'acétone), un précompactage, un chauffage avec ouverture progressive permettant le moussage et l'expansion de la mousse. Le solvant de moussage est en quantité importante, typiquement environ 20% en poids du cœur, et l'une des difficultés est de maîtriser son évacuation. L'acétone peut notamment avoir tendance à ramollir les peaux, à générer des défauts de surface ainsi qu'un mauvais tendu de ces peaux à la surface du sandwich, et limiter l'adhésion entre la mousse et les peaux, avec des conséquences néfastes sur les performances mécaniques.

L'invention a pour objectif de fournir une feuille composite mono ou multicouches structure textile/PEI de porosité contrôlée permettant notamment de résoudre ces problèmes.

Un autre objectif de l'invention est de proposer une telle feuille utilisable notamment pour servir de peau dans un procédé de moussage in situ de matériaux thermoplastiques à base de PEI, permettant une évacuation optimale des gaz au cours du procédé de moussage, notamment l'acétone, permettant d'obtenir des peaux sans défaut de surface et avec un bon tendu.

Un autre objectif de l'invention est de proposer un procédé permettant d'obtenir une telle feuille composite.

5 Ces objectifs sont obtenus par une feuille composite comprenant au moins une structure textile et un polyétherimide (PEI), ce dernier imprégnant et densifiant (consolidant) la structure textile, la feuille ayant une porosité comprise entre environ 3% et environ 8% en masse d'absorption d'acétone (pure à plus de 99%), de préférence entre environ 4% et environ 5%, telle que mesurée par la méthode à la prise d'acétone consistant, sur une éprouvette de 40x40 mm de ladite feuille composite, séchée pendant 2 h à 70°C, à peser la masse initiale de l'éprouvette, placer ensuite l'éprouvette dans de l'acétone à recouvrement pendant 24 h, récupérer l'éprouvette, l'essuyer et la peser, 10 comparer à la masse initiale et en déduire la prise d'acétone en masse.

Le taux massique de PEI par rapport au poids total de la feuille peut notamment être compris entre environ 20 et environ 50%, de préférence entre environ 23 et environ 43%, mieux encore entre environ 30 et environ 36%, par exemple environ 33%.

15 Ce taux massique doit être aussi régulier que possible pour avoir une feuille homogène et une porosité également répartie dans l'ensemble de la feuille. Ainsi, selon une caractéristique de l'invention, le taux massique de PEI ont une régularité de +/-5%, de préférence de +/-3%, mieux de +/-2%, voire moins, en masse de résine sur/dans l'ensemble de la feuille. La régularité peut être mesurée suivant la norme EN2331 : 20 méthode par calcination.

Dans un mode de réalisation préféré, la feuille composite comprend au moins une structure textile et un polyétherimide (PEI), ce dernier imprégnant et densifiant (consolidant) la structure textile, le taux massique de PEI par rapport au poids total de la feuille est compris entre environ 20 et environ 50%, de préférence entre environ 23 et 25 environ 43%, mieux encore entre environ 30 et environ 36%, par exemple environ 33%, le taux massique de PEI ayant une régularité de +/-5%, de préférence de +/-3%, mieux de +/-2%, voire moins, en masse de résine sur l'ensemble de la feuille, et la feuille ayant une porosité comprise entre environ 3% et environ 8% en masse d'absorption d'acétone, de préférence entre environ 4% et environ 5%, telle que mesurée par la méthode à la prise 30 d'acétone.

La structure textile peut être notamment formée de fils de verre, de carbone, de basalte, et mélanges, par exemple verre/carbone.

La surface massique du tissu de verre peut être notamment comprise entre environ 50 et environ 600 g/m², de préférence entre environ 100 et environ 400 g/m².

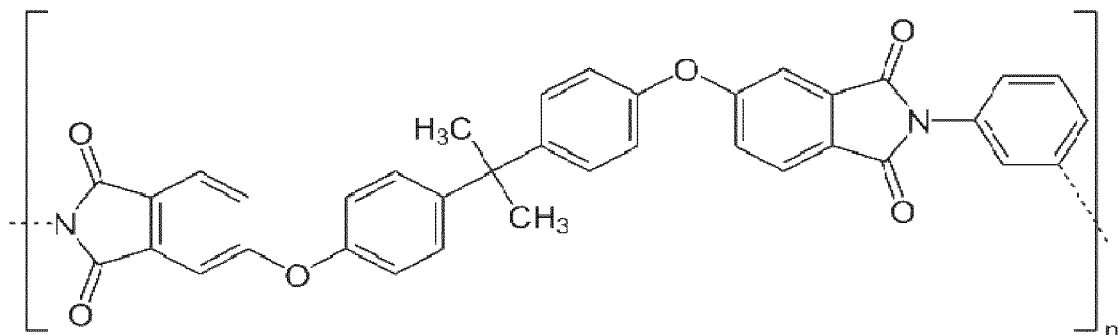
Les fils de verre peuvent notamment avoir un titre de 10 à 300 tex, et les fils de carbone peuvent notamment avoir un titre de 60 à 800 tex.

La feuille peut comprendre notamment de 1 à 4 plis de structure textile

5 La feuille peut notamment avoir une épaisseur inférieure ou égale à environ 3 mm, notamment à 2 mm.

Il existe plusieurs grades pour le PEI correspondant à des longueurs de chaîne macromoléculaire différentes et donc des viscosités différentes. Plus les chaînes sont longues, plus les résines thermoplastiques présentent des viscosités élevées. Le PEI est formé des unités monomères suivantes :

10



15

Le monomère a une masse moléculaire de 592,61 g/mol. Selon la présente invention, on pourra utiliser notamment un PEI de grade compris entre environ 20 000 et environ 100 000 g/mol, de préférence entre environ 30 000 et environ 60 000 g/mol ; par exemple environ 55 000 g/mol.

20

Le tissu, notamment de verre, employé lors de l'imprégnation avec le PEI peut être écru c'est-à-dire un tissu ensimé (on inclut l'encollage dans le terme ensimage) Il peut aussi s'agir d'un tissu désensimé (on inclut le désencollage), notamment par un traitement thermique (par exemple à environ 400°C dans un four pendant environ 72h).

25

Le tissu écru ou désensimé peut être traité par ce qu'on appelle un finissage ou «finish », dont on a trouvé qu'il améliorerait la compatibilité et l'adhésion tissu-polymère, ce qui se traduit par une amélioration substantielle des performances mécaniques en traction et en flexion. Les produits suivants sont bien appropriés : les aminosilanes (AMEO d'Evonik), les epoxysilanes. Le tissu et donc la feuille composite selon l'invention peuvent donc comprendre l'un de ces produits. La mise en œuvre peut être réalisée par bain ou aspersion, par exemple.

En ce qui concerne l'armure de la structure textile, il n'y a pas de limitations. On peut citer en particulier le sergé, notamment pour l'aspect plat de la structure textile, et le satin, notamment pour une meilleure drapabilité. Trois armures et contextures différentes ont été testés avec du verre Ec9 68tex : satin de 8H de 305 g/m² 23x21 fils/cm ; satin de 5 4H de 220 g/m² 19.5x12 fils/cm ; et sergé 2/2 270 g/m² 22/16 fils/cm. Les différents grammages permettent d'obtenir des épaisseurs et donc performances mécaniques différentes pour des plaques composites de 1 ou plusieurs plis.

Comme cela va être davantage détaillé par la suite, dans la feuille selon l'invention, l'imprégnation de la structure textile par le PEI peut notamment avoir été 10 obtenue en déposant le PEI sur les deux faces de la structure textile par poudrage ou sous la forme de films.

La présente invention a aussi pour objet un procédé de fabrication d'une feuille composite selon l'invention, tandis que l'on peut aussi définir la feuille composite par son 15 procédé d'obtention.

Dans un mode de réalisation, le PEI est déposé sur l'une ou les deux faces de la 20 structure textile, et ceci peut être avantageusement réalisé par poudrage du PEI. On peut utiliser les méthodes classiques de poudrage, telles que le poudrage gravitationnel et le poudrage électrostatique. Une fois le poudrage effectué, l'ensemble est pressé ou calandré à une température supérieure à la température de ramollissement du PEI.

Dans un autre mode de réalisation, on peut utiliser des films de PEI, que l'on peut 25 déposer sur l'une ou les deux faces de la structure textile et l'assemblage se fait classiquement par pressage ou calandrage à une température supérieure à la température de ramollissement du PEI.

La température de ramollissement ou Tg peut être notamment de l'ordre de 205 à 25 220°C pour le PEI selon les grades. Toutefois pour obtenir des viscosités adéquates, notamment inférieures ou égales à 1000 Pa.s, de préférence à 600 Pa.s au fondu, il est préférable de chauffer entre environ 300 et environ 500°C, notamment entre environ 360 et environ 400°C.

Les conditions de dépôt de l'invention permettent d'obtenir le taux massique de 30 PEI par rapport au poids total de la feuille compris entre environ 20 et environ 50%, de préférence entre environ 23 et environ 43%, mieux encore entre environ 30 et environ 36%, par exemple environ 33%, le taux massique de PEI ayant une régularité de +/-5%, de préférence de +/-3%, mieux de +/-2%, mieux encore de +/-1%, voire moins, en masse de résine sur l'ensemble de la feuille.

Une fois la structure textile imprégnée de PEI de manière régulière, on procède à la consolidation ou densification, dans des conditions permettant d'obtenir le niveau de porosité régulier conforme à l'invention.

5 La consolidation est faite dans des conditions de viscosité adéquate. Cette viscosité peut notamment être inférieure ou égale à 1000 Pa.s au fondu, de préférence inférieure ou égale à 600 Pa.s. La température peut notamment être comprise entre environ 300 et environ 500 °C, notamment entre environ 360 et environ 400 °C, notamment selon le grade du PEI utilisé, pour obtenir cette viscosité. Pour éviter une dégradation du PEI à ces températures, on préfère alors utiliser des méthodes de moulage ou
10 consolidation rapides, à savoir le moulage (consolidation) en continu ou le moulage (consolidation) en semi-continu. La durée de traitement à température élevée peut notamment être limitée à une durée comprise entre environ 30s et environ 3 min.

Deux technologies de consolidation peuvent notamment être employées.

15 La consolidation selon une technologie continue, dans laquelle on peut appliquer une pression entre environ 20 et environ 100 bars, de préférence entre environ 40 et environ 80 bars, une température entre environ 300 et environ 500 °C, notamment entre environ 360 et environ 400 °C, pour une vitesse de passage d'environ 0,1 à environ 5, de préférence d'environ 1 à environ 2 m/min, pour une durée de traitement à température élevée comprise entre environ 30s et environ 3 min.

20 La technologie continue de type isobare. Cette technologie combine l'effet de la température, de la pression entre deux bandes métalliques continues qui tournent en vis-à-vis. Sur les 2 bandes sont appliquées une température et une pression pouvant atteindre 100 bars (selon l'invention elle est réglée entre environ 20 et environ 100 bars, de préférence entre environ 50 et environ 80 bars) par l'intermédiaire d'un chauffage (par
25 exemple par une huile chauffée) jusqu'à 500 °C (selon l'invention la température peut être comprise entre environ 300 et environ 500 °C, notamment entre environ 360 et environ 400 °C). La presse dispose d'une zone chaude, puis d'une zone froide en sortie pour faciliter le démoulage. Les vitesses sont de l'ordre d'environ 0,1 à environ 5, de préférence d'environ 1 à environ 2 m/min, pour une durée de traitement à température
30 élevée comprise entre environ 30s et environ 3 min.

D'autres technologies de moulage en continu de type isochore utilisant des valeurs similaires peuvent être utilisées.

35 La consolidation selon une technologie semi-continue, dans laquelle on peut appliquer une pression entre environ 5 et environ 50 bars, de préférence entre environ 10 et environ 25 bars, une température entre environ 300 et environ 500 °C, notamment

entre environ 360 et environ 400 °C, pour une vitesse de passage d'environ 0,1 à environ 5, de préférence d'environ 0,4 à environ 1,2 m/min, pour une durée de traitement à température élevée comprise entre environ 30s et environ 3 min. La technologie semi-continue repose sur le principe d'une presse de compression monoplateau composée de zones chaudes et froides. Le matériau à consolider est placé entre 2 feuilards métalliques qui passent entre les plateaux de la presse de compression. Toutes les 5 à 20 secondes la presse s'entrouvre de quelques millimètres (5 ou 10) et les feuilards + le matériau est tiré en aval (par une pince) de quelques centimètres (5 à 15), la presse se referme pour de 5 à 20 secondes. Et ainsi de suite. Les 2 technologies nécessitent des bandes métalliques plus ou moins épaisses et traités avec un démoulant adéquat.

Les feuilles peuvent en fin de production être évaluées avec les tests suivants:

- Grammage
- Epaisseur
- Taux de fibres par calcination
- Densité par pesée dans l'air et dans l'eau
- Porosité par absorption d'acétone après un bain de 24h (voir mode opératoire)
- Module et contrainte de traction dans le sens chaîne et trame.

Des essais de routine basés sur les informations contenues dans cette demande permettent de produire des feuilles ayant la porosité selon l'invention. Il peut être précisé que le procédé vise à contenir la consolidation dans les limites permettant d'obtenir la porosité conforme à l'invention. Il convient donc de choisir, pour un PEI donné (d'un certain grade, ayant une température de mise en œuvre donnée) la bonne température de chauffe, pour que le PEI soit à une viscosité inférieure ou égale à 1000 Pa.s, de préférence à 600 Pa.s. Ensuite, on applique la durée de traitement thermique permettant de consolider au niveau souhaité pour l'obtention de la porosité.

Ainsi, la feuille composite selon l'invention peut être définie comme étant obtenue ou susceptible d'être obtenue par un procédé comprenant le fait de disposer d'un pli de structure textile ou de plusieurs plis superposés de structure textile, de préférence ayant subi un finissage, de l'imprégner de PEI sur une ou deux faces de la structure textile ou de l'empilement, par ramollissement (atteinte d'une viscosité de préférence inférieure ou égale à 1000 Pa.s, notamment à 600 Pa.s), puis refroidissement du PEI (techniques de poudrage ou de film, de préférence), et consolidation, notamment par procédé continu ou semi-continu, avec chauffage pour atteindre une viscosité de préférence inférieure ou

égale à 1000 Pa.s, notamment à 600 Pa.s, pendant d'environ 30s à environ 3min. Pressions et températures ont été indiquée supra.

5 Dans un mode de réalisation plus précis, la feuille composite est obtenue ou susceptible d'être obtenue par un procédé comprenant le fait de disposer d'un pli de structure textile ou de plusieurs plis superposés de structure textile, ayant subi un finissage avec un silane (par exemple aminosilane ou époxyasilane), de l'imprégner de PEI par poudrage ou dépose d'un film de PEI sur une ou deux faces de la structure textile ou de l'empilement, par ramollissement à une viscosité inférieure ou égale à 1000 Pa.s, notamment à 600 Pa.s, puis refroidissement du PEI, et consolidation, notamment par 10 procédé continu ou semi-continu, avec chauffage pendant environ 30s à environ 3min à une viscosité de inférieure ou égale à 1000 Pa.s, notamment à 600 Pa.s.

Les feuilles composites ainsi produites peuvent être employées comme peaux dans un procédé de moussage in situ de matériaux thermoplastiques, permettant une évacuation optimale des gaz au cours du procédé de moussage, notamment l'acétone, permettant d'obtenir des peaux sans défaut de surface et avec un bon tendu. De manière 15 surprenante, le niveau de porosité selon l'invention permet de remplir les objectifs de l'invention et notamment d'assurer un bon tendu de surface, ce que ne permettent pas des feuilles composites plus ou parfaitement consolidées, c'est-à-dire ayant une porosité inférieure au domaine de l'invention.

20 On rappellera que le procédé standard de fabrication d'un sandwich mousse PEI entre deux feuilles de composite PEI comprend (The Development of In-Situ Foamed Sandwich Pabels, Proefschrift, 1997, Université Technique de Delft, par Pieter-Willem Christiaan PROVO KLUIT, Delft University Press, Mekelweg 4, 2628 CD Delft, Pays-Bas):

- Imprégnation du ou des films de PEI (on peut en effet utiliser un ou plusieurs films 25 que l'on superpose) avec un agent de moussage, notamment de l'acétone ; on appellera ceci le cœur ;
- Constituer le sandwich en plaçant le cœur entre deux feuilles composites selon l'invention ;
- Placer l'ensemble entre les deux plateaux d'une presse, généralement 30 préchauffée ;
- Optionnellement pré-compacter l'ensemble entre ces deux plateaux, à une température un peu inférieure à la température de transition vitreuse de l'ensemble PEI/agent de moussage, maintien de ces conditions pendant un temps donné, puis refroidissement à température ambiante et enfin retrait de la pression ; ceci

permet d'améliorer la liaison entre les peaux et le cœur et la distribution homogène de l'agent de moussage ;

- Procéder au moussage ; l'ensemble est placé entre les plateaux de la presse, de préférence préchauffée, à une température supérieure à la température de transition vitreuse et tenant compte de la quantité d'agent moussant, elle est typiquement comprise entre environ 155 et environ 210°C ; une pression est appliquée sur l'ensemble, il est typique de presser aux environs de 40 bars ; on chauffe l'ensemble à la température adéquate pour le moussage, puis on ouvre progressivement la presse pour développer la mousse ; suit ensuite l'étape de refroidissement.

La méthode de mesure de la porosité par la prise d'acétone peut être davantage détaillée comme suit. Elle est dérivée de la norme EN2378 : plastiques renforcés de fibres – Détermination de l'absorption d'eau par immersion.

Appareillage

- Bêcher en verre de dimensions appropriées au nombre d'éprouvettes
- Enceinte thermo-régulée
- Balance de précision à 0.1 mg

Mode opératoire

- Découpe des éprouvettes de 40 x 40 mm sans bavures ni trous (de préférence au minimum 5 par référence)
- Placer l'éprouvette à l'étuve pendant 2h à 70°C pour la sécher
- Placer l'éprouvette 1h en dessiccateur pour la laisser refroidir
- Peser la masse initiale de l'éprouvette M_0
- Remplir le bêcher avec au minimum 4ml / cm² de surface d'éprouvette
- Placer les éprouvettes dans le bêcher sans qu'elles se touchent ou qu'elles touchent les parois
- Refermer le bêcher pour 24h
- Après 24h sortir l'éprouvette du bain d'acétone (pure à plus de 99%)
- Essuyer l'éprouvette avec du papier non pelucheux
- Peser immédiatement et noter la masse M
- Remplir le tableau de suivi et calculer la moyenne $M - M_0$ de l'ensemble des éprouvettes, et déterminer la porosité en %.

L'invention va être maintenant décrite plus en détail à l'aide de modes de réalisation pris à titre d'exemples non limitatifs.

Exemple 1:

Cet exemple est basé sur l'utilisation d'un tissu de verre constitué de fibre de verre E de titre 68tex avec un diamètre moyen de 9µm.

5 Ce tissu présente une armure de satin 8H avec une contexture moyenne de 22,9 fils/cm en chaîne et 21,1 fils/cm en trame afin d'obtenir un grammage moyen après traitement proche de 309 g/m².

Après désensimage, ce tissu est traité avec un bain de finish à base de silane à hauteur de 0,1% en masse pour atteindre 303 g/m².

10 Ce tissu traité est imprégné de poudre PEI MW 55 000 g/mol par l'intermédiaire d'une technologie de poudrage gravitationnelle à raison de 75 g/m² par face. La poudre PEI est fixée sur le tissu de verre par ramollissement, puis refroidissement du polymère.

Les grammages et taux de fibres du pré-imprégné obtenu ont été mesurés en 3 points suivant la norme EN2337 par calcination.

- Prélèvement 1 : 460.2 g/m² - 33,1% en masse de résine
- Prélèvement 2 : 456.93 g/m² - 32,6% en masse de résine
- 15 • Prélèvement 3 : 459.4 g/m² - 33,3% en masse de résine

soit un % de régularité +/-1%.

Le pré-imprégné décrit ci-dessus est consolidé par l'intermédiaire d'une technologie de compression en continue isobarique, sur une installation comportant des zones de chauffe représentant une longueur d'environ 2,2 m.

20 Les conditions de consolidations sont les suivantes :

- Température: 370°C
- Pression dans toutes les zones : 70 bars
- Vitesse de production : 2 m/min

Les plaques monoplis consolidées présentent les propriétés suivantes :

- 25 - Epaisseur moyenne = 0,270 mm
- Taux moyen de fibre : 33,1 %
- Taux de reprise d'acétone : 4,6% en masse
- Module de traction sens chaîne : 17,4 GPa
- Contrainte maximum en traction sens chaîne : 302 MPa

30

Exemple 2 :

Cet exemple est basé sur l'utilisation d'un tissu de verre constitué de fibre de verre E de titre 68tex avec un diamètre moyen de 9µm.

Ce tissu présente une armure de sergé 2/2 avec une contexture moyenne de 22,9 fils/cm en chaîne et 16 fils/cm en trame afin d'obtenir un grammage moyen après traitement proche de 285 g/m².

5 Après désensimage, ce tissu est traité avec un bain de finish à base silane à hauteur de 0,1% en masse pour atteindre 277 g/m².

Ce tissu traité est imprégné de poudre PEI MW 55 000 g/mol par l'intermédiaire d'une technologie de poudrage gravitationnelle à raison de 68 g/m² par face. La poudre PEI est fixée sur le tissu de verre par ramollissement et refroidissement du polymère.

10 Les grammages et taux de fibres du pré-imprégné obtenu ont été mesurés en 3 points suivant la norme EN2337 par calcination.

- Prélèvement 1 : 323,8 g/m² - 33,0% en masse de résine
- Prélèvement 2 : 324,1 g/m² - 33,2% en masse de résine
- Prélèvement 3 : 320,7 g/m² - 32,6% en masse de résine

Soit un % de régularité +/-1,0%.

15 Le pré-imprégné décrit ci-dessus est consolidé par l'intermédiaire d'une technologie de compression semi-continue, comportant une zone de chauffe d'une longueur d'environ 0,6 m.

Les conditions de consolidations sont les suivantes :

- Températures : 400 °C
- 20 - Pression dans toutes les zones : 15 bars
- Vitesse de production : 1,2 m/min

Les plaques monoplis présentent les propriétés suivantes :

- Epaisseur moyenne = 0,236 mm
- 25 - Taux moyen de fibre : 32,3 %
- Taux de reprise d'acétone : 4,9% en masse
- Module de traction sens chaîne : 21,4 GPa
- Contrainte maximum en traction sens chaîne : 353 MPa

30

REVENDICATIONS

1. Feuille composite comprenant au moins un tissu et un polyétherimide (PEI),
5 caractérisée en ce que le PEI a une masse molaire en masse (MW) comprise
entre environ 30 000 et environ 100 000 g/mol, en ce qu'elle est obtenue par un
procédé comprenant le fait de disposer d'un pli de tissu ou de plusieurs plis
superposés de tissu, de l'imprégner de PEI par poudrage ou dépose d'un film de
10 PEI sur une ou deux faces du tissu ou de l'empilement, en soumettant
l'empilement à un ramollissement, puis refroidissement et consolidation, en
utilisant un moulage en continu ou en semi-continu avec chauffage à une
température comprise entre environ 300 et environ 500°C, notamment entre
environ 360 et environ 400°C, pendant une durée comprise entre environ 30s et
15 environ 3 min, le PEI imprégnant et densifiant la structure textile, la feuille
composite ayant une porosité à l'acétone comprise entre environ 3% et environ
8% en masse d'absorption d'acétone, de préférence entre environ 4% et environ
5%, telle que mesurée par la méthode à la prise d'acétone consistant, sur une
éprouvette de 40x40 mm de ladite feuille composite, séchée pendant 2 h à 70°C, à
20 peser la masse initiale de l'éprouvette, placer ensuite l'éprouvette dans de
l'acétone à recouvrement pendant 24 h, récupérer l'éprouvette, l'essuyer et la
peser, comparer à la masse initiale et en déduire la prise d'acétone en masse.
2. Feuille selon la revendication 1, caractérisée en ce que le taux massique de PEI
par rapport au poids total de la feuille est compris entre environ 20 et environ 50%,
notamment entre environ 23 et environ 43%, de préférence entre environ 30 et
25 environ 36%.
3. Feuille selon la revendication 2, caractérisée en ce que ce taux massique de PEI a
une régularité de +/-5%, de préférence de +/-3%, mieux de +/-2%, mieux encore
de +/-1%, en masse de résine sur l'ensemble de la feuille.
4. Feuille selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisée en ce que le
30 tissu est formé de fils de verre, de carbone, de basalte, et mélanges, par exemple
verre/carbone.
5. Feuille selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisée en ce que le
tissu est formé de fils de verre et en ce que la masse surfacique du tissu de verre
est comprise entre environ 50 et environ 600 g/m², de préférence entre environ
35 100 et environ 400 g/m².

6. Feuille selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisée en ce que le tissu est formé de fils de verre ayant un titre de 10 à 300 tex, ou de fils de carbone ayant un titre de 60 à 800 tex.
- 5 7. Feuille selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisée en ce qu'elle comprend de 1 à 4 plis de tissu.
8. Feuille selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisée par une épaisseur inférieure ou égale à environ 3 mm, notamment à 2 mm.

- 10 9. Feuille selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisée en ce que ladite feuille est obtenue par un moulage en continu, selon lequel on applique une pression entre environ 20 et environ 100 bars, de préférence entre environ 40 et environ 80 bars, une température entre environ 300 et environ 500 °C, notamment entre environ 360 et environ 400 °C, pour une vitesse de passage d'environ 0,1 à environ 5, de préférence d'environ 1 à environ 2 m/min, pour une durée de traitement à température
15 élevée comprise entre environ 30s et environ 3 min ;
- 20 10. Feuille selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisée en ce que ladite feuille est obtenue par un moulage en semi-continu, selon lequel on applique une pression entre environ 5 et environ 50 bars, de préférence entre environ 10 et environ 25 bars, une température entre environ 300 et environ 500 °C, notamment entre environ 360 et environ 400 °C, pour une vitesse de passage d'environ 0,1 à environ 5, de préférence d'environ 0,4 à environ 1,2 m/min, pour une durée de traitement à température élevée comprise entre environ 30s et environ 3 min.

RAPPORT DE RECHERCHE

articles L.612-14, L.612-53 à 69 du code de la propriété intellectuelle

OBJET DU RAPPORT DE RECHERCHE

L'I.N.P.I. annexe à chaque brevet un "RAPPORT DE RECHERCHE" citant les éléments de l'état de la technique qui peuvent être pris en considération pour apprécier la brevetabilité de l'invention, au sens des articles L. 611-11 (nouveau) et L. 611-14 (activité inventive) du code de la propriété intellectuelle. Ce rapport porte sur les revendications du brevet qui définissent l'objet de l'invention et délimitent l'étendue de la protection.

Après délivrance, l'I.N.P.I. peut, à la requête de toute personne intéressée, formuler un "AVIS DOCUMENTAIRE" sur la base des documents cités dans ce rapport de recherche et de tout autre document que le requérant souhaite voir prendre en considération.

CONDITIONS D'ETABLISSEMENT DU PRESENT RAPPORT DE RECHERCHE

Le demandeur a présenté des observations en réponse au rapport de recherche préliminaire.

Le demandeur a maintenu les revendications.

Le demandeur a modifié les revendications.

Le demandeur a modifié la description pour en éliminer les éléments qui n'étaient plus en concordance avec les nouvelles revendications.

Les tiers ont présenté des observations après publication du rapport de recherche préliminaire.

Un rapport de recherche préliminaire complémentaire a été établi.

DOCUMENTS CITES DANS LE PRESENT RAPPORT DE RECHERCHE

La répartition des documents entre les rubriques 1, 2 et 3 tient compte, le cas échéant, des revendications déposées en dernier lieu et/ou des observations présentées.

Les documents énumérés à la rubrique 1 ci-après sont susceptibles d'être pris en considération pour apprécier la brevetabilité de l'invention.

Les documents énumérés à la rubrique 2 ci-après illustrent l'arrière-plan technologique général.

Les documents énumérés à la rubrique 3 ci-après ont été cités en cours de procédure, mais leur pertinence dépend de la validité des priorités revendiquées.

Aucun document n'a été cité en cours de procédure.

**1. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE SUSCEPTIBLES D'ETRE PRIS EN
CONSIDERATION POUR APPRECIER LA BREVETABILITE DE L'INVENTION**

US 2014/162020 A1 (WANG RUOMIAO [US] ET AL) 12 juin 2014 (2014-06-12)

US 2013/260123 A1 (KRAHN JOHN R [US] ET AL) 3 octobre 2013 (2013-10-03)

EP 0 745 640 A1 (TORAY INDUSTRIES [JP]) 4 décembre 1996 (1996-12-04)

US 2013/220195 A1 (SJOSTEDT ROB [US]) 29 août 2013 (2013-08-29)

**2. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE ILLUSTRANT L'ARRIERE-PLAN
TECHNOLOGIQUE GENERAL**

US 2006/194070 A1 (CROLL JOSHUA [US] ET AL) 31 août 2006 (2006-08-31)

US 2016/053118 A1 (NAIR KAMLESH P [US] ET AL) 25 février 2016 (2016-02-25)

**3. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE DONT LA PERTINENCE DEPEND
DE LA VALIDITE DES PRIORITES**

NEANT