

⑤④ Poudre d'alliage, procédé de fabrication d'une pièce à base de cet alliage et pièce ainsi obtenue.

②② Date de dépôt : 22.02.22.

③③ Priorité :

⑥③ Références à d'autres documents nationaux apparentés :

☐ Demande(s) d'extension :

⑦① Demandeur(s) : *Safran Aircraft Engines Société par actions simplifiée (SAS) —FR, SAFRAN Société anonyme FR et ALLIANCE Société anonyme —FR.*

④③ Date de mise à la disposition du public de la demande : 25.08.23 Bulletin 23/34.

④⑤ Date de la mise à disposition du public du brevet d'invention : 07.02.25 Bulletin 25/06.

⑤⑥ Liste des documents cités dans le rapport de recherche :

Se reporter à la fin du présent fascicule

⑦② Inventeur(s) : SISTACH Hugo, Jean-Louis, RICHARD Sébastien, Jean, COLAS Cédric, Pierre, Jacques, PIETTE Romaric, Jean-Marie, BIHR Jean-Claude et GILLOT Clément.

⑦③ Titulaire(s) : Safran Aircraft Engines Société par actions simplifiée (SAS), SAFRAN Société anonyme, ALLIANCE Société anonyme.

⑦④ Mandataire(s) : REGIMBEAU.



Description

Titre de l'invention : Poudre d'alliage, procédé de fabrication d'une pièce à base de cet alliage et pièce ainsi obtenue.

Domaine technique

- [0001] L'invention concerne une poudre d'alliage à base de nickel particulièrement destinée à être utilisée dans un procédé de fabrication par moulage par injection de métal.
- [0002] L'invention concerne également un tel procédé de fabrication utilisant cette poudre, ainsi qu'une pièce, notamment pour l'aéronautique fabriquée par ce procédé.

ETAT DE LA TECHNIQUE

- [0003] Dans un turboréacteur, les gaz d'échappement générés par la chambre de combustion peuvent atteindre des températures élevées, supérieure à 1200°C, voire 1600°C. Les pièces du turboréacteur, en contact avec ces gaz d'échappement, telles que les aubes de turbine par exemple, doivent ainsi être capables de conserver leurs propriétés mécaniques à ces températures élevées.
- [0004] A cet effet, il est connu de fabriquer certaines pièces du turboréacteur en « superalliage ». Les superalliage, typiquement à base de nickel, constituent une famille d'alliages métalliques à haute résistance pouvant travailler à des températures relativement proches de leurs points de fusion (typiquement 0,7 à 0,9 fois leurs températures de fusion).
- [0005] L'alliage intermétallique René 77 issu de fonderie a été utilisé pour la fabrication de certaines pièces de turbine. En effet, les pièces en René 77 peuvent travailler jusqu'à 1000 °C en subissant de fortes contraintes en fatigue, en traction et en fluage. Les pièces en René 77 présentent également une très bonne tenue à l'oxydation et à la corrosion jusqu'à 1100 °C.
- [0006] Toutefois, les alliages à base nickel tenant à des températures aussi élevées, par exemple supérieures à 900 °C, sont souvent des matériaux réfractaires qui ont une forte tendance à la fissuration.
- [0007] On connaît également d'après l'état de la technique, le moulage par injection de poudre métallique, (connu sous la dénomination anglaise de « MIM » pour « *Metal Injection Molding* »). Ce procédé peut être avantageusement utilisé pour la fabrication de pièces de turbomachine complexes au dimensionnel souhaité.
- [0008] Plusieurs matériaux sont disponibles commercialement pour la fabrication de pièces de turbomachine par le procédé MIM.
- [0009] L'Inconel 718 à base Nickel, par exemple, est couramment utilisé, mais la pièce obtenue ne peut pas travailler au-delà de 650 °C ce qui est une température trop faible pour une utilisation dans la chambre de combustion ou au niveau de la turbine.

[0010] L'Hastelloy X est un autre matériau disponible qui permet la fabrication de pièces pouvant travailler jusqu'à 950 °C. Toutefois, ses propriétés mécaniques sont limitées et il ne peut être utilisé que pour des pièces très peu chargées.

[0011] Il existe donc un besoin de résoudre les problèmes précités.

BREVE DESCRIPTION DE L'INVENTION

[0012] Un but de l'invention est donc de proposer une solution permettant d'obtenir des pièces complexes, telles que, par exemple, les distributeurs de turbine, les aubes de turbine avec des canaux internes, les anneaux de retenue ou les secteurs étanches, de dimensionnel contrôlé, réalisées en un matériau d'alliage qui ait une bonne tenue en traction, en fatigue, en fluage et en oxydation/corrosion jusqu'à 1000 °C minimum et, qui de plus, puisse être utilisé dans un procédé de moulage MIM.

[0013] Un autre but de l'invention est d'obtenir des pièces pour l'aéronautique présentant un bon état de surface.

[0014] A cet effet, l'invention propose une poudre d'alliage à base de nickel, caractérisée en ce qu'elle comprend, en pourcentages massiques, 14,00 à 15,25 % de chrome, 14,25 à 15,75 % de cobalt, 4,00 à 4,60 % d'aluminium, 0 à 0,50 % de fer, 0 à 0,15 % de manganèse, 3,00 à 3,70 % de titane, 3,90 à 4,50 % de molybdène, 0 à 0,015 % de soufre, 0 à 0,06 % de zirconium, 0,012 à 0,020 % de bore, 0 à 0,20 % de silicium, 0 à 0,10 % de cuivre, 0 à 150 ppm de carbone, 0 à 0,5 ppm de bismuth, 0 à 5 ppm de plomb, 0 à 1000 ppm de platine, 0 à 1000 ppm de palladium, 0 à 50 ppm d'hydrogène, 0 à 5 ppm d'argent, 0 à 120 ppm d'azote, 0 à 1000 ppm de rhénium, 0 à 410 ppm d'oxygène et 0 à 500 ppm d'impuretés inévitables, le reste étant constitué par du nickel, et en ce qu'elle présente:

- une granulométrie D10 comprise entre 3 et 10 µm,
 - une granulométrie D90 comprise entre 20 et 40 µm et,
 - une granulométrie D50 comprise entre 10 et 20 µm,
- les valeurs des granulométries D10, D50 et D90 ayant été mesurées par diffraction laser selon la norme ISO 13322-2.

[0015] La composition chimique et la granulométrie de cette poudre d'alliage sont choisies pour que ladite poudre d'alliage puisse être utilisée dans un procédé de moulage par injection de poudre et pour obtenir, à l'issue du procédé, une pièce d'alliage ayant une bonne tenue en traction, en fatigue, en fluage et une bonne résistance à la corrosion et à l'oxydation jusqu'à 1000 °C.

[0016] L'invention propose également un procédé de fabrication d'une pièce, notamment pour l'aéronautique, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes :

- une étape de mélange de la poudre d'alliage à base de nickel telles que décrite ci-dessus avec au moins un liant plastique,
- une étape de granulation de ce mélange, de façon à obtenir des granulés de mélange

d'alliage et de plastique

- une étape de moulage par injection des granulés de mélange dans un moule, pour l'obtention d'une pièce crue,
- une étape de déliantage pour l'obtention d'une pièce déliantée,
- une étape de frittage de la pièce déliantée pour obtenir une pièce frittée.

[0017] Ce procédé permet d'obtenir, à partir de la poudre d'alliage décrite ci-dessus, des pièces complexes, de dimensionnel contrôlé et présentant un bon état de surface.

[0018] Ce procédé permet également d'obtenir des pièces ayant une bonne tenue en traction, en fatigue, en fluage et une bonne résistance à la corrosion et à l'oxydation jusqu'à 1000 °C, tout en étant moins massives qu'une pièce réalisée dans un alliage à base nickel.

[0019] Selon d'autres caractéristiques avantageuses et non limitatives de l'invention, prises seules ou en combinaison :

[0020] - le procédé comprend en outre une étape de trempe de la pièce frittée qui consiste en un traitement thermique de la pièce frittée à une température comprise entre 1120 °C et 1190 °C, préférentiellement une température comprise entre 1150 °C et 1170 °C pendant une durée comprise entre 1 heure et 3 heures, préférentiellement pendant 2 heures à pression atmosphérique, cette étape étant réalisée après l'étape de frittage,

[0021] - le procédé comprend en outre une étape de traitement thermique de revenu qui consiste en un traitement thermique de la pièce frittée à une température comprise entre 720 °C et 800 °C, préférentiellement une température comprise entre 750 °C et 770 °C pendant une durée comprise entre 3h30 et 4h30,, préférentiellement pendant 4 heures, cette étape étant réalisée après l'étape de frittage et après l'étape optionnelle de trempe,

[0022] - le procédé comprend en outre une étape de compactage isostatique à chaud qui consiste en un traitement thermique à une température comprise entre 1160 °C et 1200 °C, préférentiellement une température de 1180 °C , pendant 2 heures à 4 heures sous une pression supérieure à 100 MPa et inférieure à 200 MPa, préférentiellement une pression comprise entre 110 MPa et 130 MPa, cette étape étant réalisée après l'étape de frittage et avant les éventuelles étapes de trempe et de traitement thermique de revenu,

[0023] - le procédé comprend en outre une étape de traitement thermique à haute température de la pièce frittée qui consiste en un traitement thermique de la pièce frittée à une température comprise entre 1200 °C et 1280 °C, préférentiellement une température comprise entre 1220°C et 1240°C pendant une durée comprise entre 2 heures et 6 heures, préférentiellement pendant cinq heures à pression atmosphérique, cette étape étant réalisée après l'étape de frittage et après l'étape éventuelle de compactage isostatique à chaud, mais avant les étapes optionnelles de traitements thermiques,

- [0024] - le taux de charge volumique en alliage des granulés de mélange d'alliage et de plastique est compris entre 50 % et 75 % et la fluidité à chaud desdits granulés est comprise entre 60 cm³/10min et 85 cm³/10min à une température comprise entre 190 °C et 230 °C, et la température d'injection lors de l'étape de moulage est comprise entre 170°C et 200°C, la mesure de la fluidité à chaud étant effectuée selon la norme ISO 1133-1,
- [0025] - le diamètre des granulés de mélange d'alliage et de plastique est compris entre 1 mm et 5 mm,
- [0026] - l'étape de déliantage comporte elle-même deux étapes successives : une première étape de déliantage primaire de nature chimique de la pièce crue de façon à obtenir une pièce partiellement déliantée, et une deuxième étape de déliantage thermique de la pièce partiellement déliantée pour l'obtention d'une pièce déliantée,
- [0027] - l'étape de déliantage primaire est un déliantage catalytique sous azote, en présence de vapeurs d'acide nitrique, pendant une durée comprise entre 2 et 10 heures, le débit des vapeurs d'acide nitrique étant compris entre 2mL/min et 5 mL/min, la température étant comprise entre 100 et 150 °C,
- [0028] - l'étape de déliantage primaire est un déliantage par solvant à l'eau déminéralisée, sous agitation de l'eau, la température de l'eau étant comprise entre 20 et 100 °C pendant une durée comprise entre 100 et 300 h,
- [0029] - l'étape de déliantage thermique est réalisée sous argon à une pression comprise entre 200 mbar et 500 mbar par deux paliers de température successifs, le premier palier de température étant compris entre 450°C et 550 °C pendant 150 à 300 minutes, le second palier de température étant compris entre 550°C et 650° C pendant 150 à 300 minutes,
- [0030] - l'étape de frittage de la pièce déliantée est réalisée par l'application d'une température comprise entre 1260 et 1300 °C pendant une durée comprise entre 4 et 8 heures sous une atmosphère d'argon à une pression comprise entre 20 mbar et 50 mbar.
- [0031] L'invention concerne enfin une pièce en alliage à base nickel notamment pour l'aéronautique, caractérisée en ce qu'elle est fabriquée par le procédé de fabrication tel que décrit ci-dessus.
- [0032] Selon d'autres caractéristiques avantageuses et non limitatives de l'invention, prises seules ou en combinaison :
- [0033] - la pièce comprend, en pourcentages massiques, 14,00 à 15,25 % de chrome, 14,25 à 15,75 % de cobalt, 4,00 à 4,60 % d'aluminium, 0 à 0,50 % de fer, 0 à 0,150 % de manganèse, 3,00 à 3,70 % de titane, 3,90 à 4,50 % de molybdène, 0 à 0,015 % de soufre, 0 à 0,060 % de zirconium, 0,012 à 0,020 % de bore, 0 à 0,20 % de silicium, 0 à 0,100 % de cuivre, 0 à 0,5 ppm de bismuth, 0 à 5 ppm de plomb, 0 à 1000 ppm de

platine, 0 à 1000 ppm de palladium, 0 à 50 ppm d'hydrogène, 0 à 5 ppm d'argent, 0 à 200 ppm d'azote, 0 à 1000 ppm de rhénium, 250 à 900 ppm de carbone, 0 à 500 ppm d'oxygène et 0 à 500 ppm d'impuretés inévitables le reste étant constitué par du nickel et en ce qu'elle présente en outre une microstructure présentant des grains métallurgiques de taille comprise entre 00 ASTM et 9 ASTM, la mesure de la taille des grains métallurgiques étant effectuée selon la norme ASTM E112,

[0034] - la pièce est une aube de turbine, un distributeur de turbine, un anneau de retenue, un secteur étanche ou une pièce d'habillage.

BREVE DESCRIPTION DES FIGURES

[0035] D'autres caractéristiques et avantages de l'invention ressortiront de la description détaillée qui va suivre, en référence aux dessins annexés, sur lesquels :

[0036] - [Fig.1] la [Fig.1] représente une vue au microscope électronique d'une pièce en René 77 issue de fonderie après une série de traitements thermiques.

[0037] - [Fig.2] la [Fig.2] représente de manière schématique, les différentes étapes du procédé de fabrication conforme à l'invention.

[0038] - [Fig.3A] et [Fig.3B] les figures 3A et 3B représentent respectivement, deux vues au microscope optique, à deux échelles différentes, d'une pièce obtenue à l'issue de l'étape de frittage du procédé de fabrication conforme à l'invention.

[0039] - [Fig.4A] et [Fig.4B] les figures 4A et 4B représentent deux vues au microscope optique, à deux échelles différentes, d'une pièce obtenue à l'issue de l'étape de compactage isostatique à chaud (CIC) du procédé de fabrication conforme à l'invention, ladite étape de compactage isostatique à chaud ayant été réalisée après l'étape de frittage.

[0040] - [Fig.5A] et [Fig.5B] les figures 5A et 5B représentent deux vues au microscope optique, à deux échelles différentes, d'une pièce obtenue à l'issue de l'étape de traitement thermique à haute température du procédé de fabrication conforme à l'invention, ladite étape de traitement thermique à haute température ayant été réalisée après l'étape de compactage isostatique à chaud (CIC).

DESCRIPTION DETAILLEE DE MODES DE REALISATION

[0041] L'alliage René 77 issu de fonderie comprend, en pourcentage massique, entre 0,05 % et 0,09 % de carbone, entre 14,25 % et 15,75 % de cobalt, entre 14,00 % et 15,25 % de chrome, entre 4,00 % et 4,60 % d'aluminium, entre 3,90 % et 4,50 % de molybdène, entre 3,00 % et 3,70 % de titane, moins de 0,50 % de fer, entre 0,012 % et 0,020 % de bore, entre 0 et 0,06 % de zirconium, entre 0 et 0,15 % de manganèse, entre 0 et 0,20 % de silicium, entre 0 et 0,10 % de cuivre, entre 0 et 0,015 % de soufre, moins de 0,5 ppm de bismuth, moins de 5 ppm d'argent, moins de 5 ppm de plomb, moins de 25 ppm de diazote, moins de 1000 ppm de platine, moins de 1000 ppm de rhénium et

moins de 1000 ppm de palladium, le restant étant constitué par du nickel qui est la base de l'alliage et des impuretés inévitables.

- [0042] La microstructure du René 77 issue de fonderie présente des grains métallurgiques dont la taille est inférieure ou égale à 00 ASTM. La [Fig.1] est une représentation d'une telle microstructure de René 77 issue de fonderie au sein de laquelle les grains mesurent 00 ASTM. En bas à gauche de la [Fig.1], on peut distinguer en gris plus foncé un desdits grains métallurgiques. La mesure de la taille des grains métallurgiques est effectuée selon la norme ASTM E112.
- [0043] L'alliage intermétallique René 77 présente des propriétés mécaniques et chimiques intéressantes pour des applications dans le domaine des turbomachines. En effet, les pièces en René 77 issues de fonderie gardent une bonne tenue mécanique en fluage, en fatigue et en traction jusqu'à 1000 °C, ainsi qu'une bonne résistance à la corrosion et à l'oxydation jusqu'à 1100 °C. A titre d'exemple, pour des températures inférieures à 800 °C, la contrainte limite entraînant la rupture en traction R_m des pièces en René 77 issues de fonderie est supérieure à 650 MPa. Sur la même gamme de température, la limite d'élasticité avec 0,2 % de déformation plastique résiduelle desdites pièces $R_{p0,2}$ est atteinte pour une contrainte supérieure à 500 MPa et l'allongement à la rupture est supérieure à 2 %.
- [0044] D'autre part, le moulage par injection de poudre métallique permet d'obtenir des pièces de forme complexe avec un excellent état de surface et de contrôler finement les dimensions desdites pièces. Le moulage par injection de poudre métallique est en outre un procédé qui se distingue par sa rapidité de mise en œuvre.
- [0045] L'invention porte sur une poudre d'alliage et sur un procédé dont les paramètres ont été choisis pour obtenir, à partir de la poudre d'alliage et à l'issue du procédé, des pièces qui combinent avantageusement les propriétés d'une pièce d'alliage René 77 et celles d'une pièce issue d'un procédé de moulage par injection de poudre métallique.
- [0046] Le procédé MIM est un procédé de moulage de pièces par injection dans un moule d'un mélange de poudre métallique et de liant plastique. La tenue de la pièce injectée est assurée par le liant plastique. Le liant plastique est retiré lors d'étapes ultérieures, dites étapes de déliantage. La pièce déliantée est fragile, car elle est très poreuse. Une étape supplémentaire de frittage est nécessaire au cours de laquelle on lie les grains de poudre métallique entre eux.
- [0047] Poudre d'alliage de type Nickel utilisable en moulage par injection de poudre métallique
- [0048] L'invention porte sur une poudre d'alliage métallique à base nickel. La composition chimique et la granulométrie de la poudre d'alliage ont été choisies afin de permettre son utilisation dans un procédé de moulage par injection de métal (MIM) et d'obtenir, à l'issue du procédé, une pièce d'alliage à base nickel dont la composition chimique et

les propriétés mécaniques sont proches de celles de l'alliage René 77 de fonderie.

[0049] *Composition chimique de la poudre*

[0050] Même si le liant plastique est presque entièrement retiré lors des étapes de déliantage décrites ci-dessus, des résidus de ce liant plastique imprègnent le matériau métallique. Les taux d'azote, de dioxygène et de carbone sont plus importants dans la pièce moulée issue du procédé de moulage par injection de poudre que dans la poudre ayant été injectée au début du procédé.

[0051] Or, les taux de carbone, d'azote et de dioxygène donnés dans la spécification du René 77 sont relativement bas au regard des propriétés mécaniques attendues. Un taux de carbone élevé entraîne, par exemple, la formation de carbures au niveau des joints de grains qui bloquent le grossissement et le déplacement desdits grains. La pièce est alors moins ductile et elle risque de casser en cours d'utilisation. Des taux élevés de dioxygène et d'azote engendrent également une baisse de la ductilité de la pièce et une casse rapide en fatigue et en traction.

[0052] Les taux des différents éléments de la poudre d'alliage de l'invention, en particulier les taux d'azote, de dioxygène et de carbone, ont donc été choisis en conséquence.

[0053] La poudre d'alliage conforme à l'invention comprend, en pourcentages massiques, 14,00 à 15,25 % de chrome, 14,25 à 15,75 % de cobalt, 4,00 à 4,60 % d'aluminium, 0 à 0,50 % de fer, 0 à 0,15 % de manganèse, 3,00 à 3,70 % de titane, 3,90 à 4,50 % de molybdène, 0 à 0,015 % de soufre, 0 à 0,06 % de zirconium, 0,012 à 0,020 % de bore, 0 à 0,20 % de silicium, 0 à 0,10 % de cuivre, 0 à 150 ppm de carbone, 0 à 0,5 ppm de bismuth, 0 à 5 ppm de plomb, 0 à 1000 ppm de platine, 0 à 1000 ppm de palladium, 0 à 50 ppm d'hydrogène, 0 à 5 ppm d'argent, 0 à 120 ppm d'azote, 0 à 1000 ppm de rhénium, 0 à 410 ppm d'oxygène et 0 à 500 ppm d'impuretés inévitables, le reste étant constitué par du nickel.

[0054] On définit comme « impuretés inévitables », les éléments qui ne sont pas ajoutés de manière intentionnelle dans la composition de la poudre et qui sont apportés par d'autres éléments. A titre d'impuretés inévitables, on peut citer par exemple l'yttrium qui peut venir des creusets utilisés pour l'atomisation de la poudre.

[0055] La poudre d'alliage conforme à l'invention comprend, en pourcentages massiques, entre 0 et 50 ppm de chaque élément considéré comme constituant une impureté inévitable.

[0056] *Granulométrie de la poudre*

[0057] La granulométrie de la poudre a été choisie pour que la poudre puisse être utilisée dans le procédé de fabrication décrit ci-après, notamment lors des étapes d'injection et de frittage.

[0058] La mise en œuvre du procédé de moulage par injection de poudre nécessite un contrôle de la taille des grains de poudre pour garantir une bonne injection du mélange

de poudre d'alliage et de liant plastique dans le moule de la pièce. En effet, des grains de poudre d'alliage de faible dimension induisent une grande interface de contact entre la poudre d'alliage et le liant plastique au sein du mélange de poudre d'alliage et de liant plastique et donc des frottements importants lors de l'injection dudit mélange dans le moule de la pièce. A l'inverse, des grains de poudre d'alliage de taille trop importante sont plus difficilement emportés par le liant plastique au cours de ladite injection et peuvent donc conduire à une pièce injectée non homogène.

- [0059] En outre, la granulométrie est importante pour obtenir un bon frittage, étape au cours de laquelle les grains vont diffuser et se lier les uns aux autres de sorte à supprimer leurs interfaces et ainsi abaisser leur entropie. De la poudre fine sera ainsi plus facilement frittée car en se regroupant, les petits grains de poudre réduiront plus fortement leurs interfaces et leurs surfaces, faisant baisser leur entropie de façon importante.
- [0060] La taille des grains de la poudre d'alliage de l'invention a donc été définie par une gamme de valeurs acceptables pour les granulométries D10, D50 et D90 de ladite poudre d'alliage.
- [0061] La granulométrie D10 correspond à 10 % de passant. Autrement dit, 10 % en nombre des grains de la poudre d'alliage ont un diamètre inférieur à D10. De la même manière, les granulométries D50 et D90 correspondent respectivement à 50% et 90 % de passant.
- [0062] La granulométrie D10 de la poudre d'alliage conforme à l'invention est comprise entre 3 et 10 μm . La granulométrie D50 est quant à elle comprise entre 10 et 20 μm . Enfin, la granulométrie D90 est comprise entre 20 et 40 μm .
- [0063] Les valeurs des granulométries D10, D50 et D90 ont été mesurées selon la norme ISO 13322-2. Cette norme prévoit la mesure par diffraction laser.
- [0064] *Préparation de la poudre*
- [0065] La poudre d'alliage à base nickel qui fait l'objet de l'invention peut par exemple être obtenue à partir des éléments de base de l'alliage René 77, par un procédé d'atomisation de poudre. Le procédé d'atomisation permet de fournir la composition chimique et la granulométrie de la poudre d'alliage obtenue. En outre, il permet d'assurer une bonne morphologie de la poudre, majoritairement sphérique. Enfin, il permet de limiter les risques de pollution.
- [0066] Procédé de moulage par injection de poudre métallique
- [0067] L'invention porte également sur un procédé de fabrication d'une pièce notamment pour l'aéronautique, qui utilise la poudre d'alliage à base de nickel, définie ci-dessus.
- [0068] D'une manière générale, ce procédé comprend des étapes successives de mélange, de granulation, de moulage par injection, de déliantage chimique, de déliantage thermique, de frittage et de trempe. De manière optionnelle, le procédé peut

comprendre en outre une ou plusieurs étapes supplémentaires de traitements thermiques. Ces étapes sont décrites plus en détail ci-après en référence à la [Fig.2].

[0069] Mélange.

[0070] Dans une première étape E1 de mélange, on mélange la poudre d'alliage à base de nickel 1 conforme à l'invention avec au moins un liant plastique 2, préférentiellement deux liants plastiques. Ce liant 2 est par exemple du polyéthylène (PE) ou du polyéthylène glycol (PEG) ou un mélange des deux. Lors de l'étape E1 de mélange, la température est fixée à une valeur telle que le plastique soit pâteux pour permettre un bon mélange. La température dépend de la composition du plastique, elle est par exemple comprise entre 50 °C et 150 °C. Durant l'étape de mélange E1, la poudre d'alliage à base titane 1 et le liant plastique 2 sont mélangés dans des proportions choisies de sorte à obtenir, à l'issue de l'étape E2 de granulation décrite ci-dessous, des granulés de mélange d'alliage et de plastique 3 présentant une fluidité à chaud garantissant une injection efficace desdits granulés 3 lors de l'étape E3 de moulage. Le mélange de poudre d'alliage 1 et du au moins un liant plastique 2 comprend préférentiellement, en pourcentage volumique, entre 50 % et 75 % de poudre d'alliage 1 et entre 50 % et 25 % de liant plastique 2, de sorte que les granulés de mélange 3 présentent une fluidité à chaud comprise entre 60 cm³/10min et 85 cm³/10min à une température comprise entre 190 °C et 230 °C, la mesure de la fluidité à chaud étant effectuée selon la norme ISO 1133-1.

[0071] Granulation.

[0072] Dans une deuxième étape E2 de granulation du mélange de la poudre d'alliage et du au moins un liant plastique, on fait passer le mélange issu de l'étape E1 dans une extrudeuse pour obtenir des granulés 3 de mélange d'alliage et de plastique, connus de l'homme du métier sous l'appellation anglaise de « feedstock ». La forme et la taille des granulés de mélange d'alliage et de plastique 3 sont fixées par le paramétrage de l'extrudeuse. Les granulés de mélange d'alliage et de plastique 3 sont par exemple des cylindres dont le diamètre de la base est préférentiellement compris entre 1 mm et 5 mm.

Moulage.

[0073] Dans une troisième étape E3 de moulage, on injecte les granulés 3 de mélange d'alliage et de plastique dans le moule de la pièce à fabriquer, la température d'injection étant comprise entre 170 et 200 °C. En-dessous de 170°C, le mélange est trop solide et il ne rentre pas dans le moule. Au-dessus de 200°C, le mélange est trop liquide, la poudre d'alliage et le liant plastique se séparent et la poudre d'alliage n'est pas emportée. Les autres paramètres, tels que la vitesse d'injection, la pression d'injection, le temps de maintien après l'injection ou le temps d'injection dépendent de la pièce à injecter.

- [0074] Suite à l'étape E3 de moulage, on obtient une pièce crue 4, également appelée « pièce verte », qui est une pièce de poudre d'alliage et de plastique mélangés (grains d'alliage en suspension dans le plastique). Le réglage des paramètres du moulage permet d'obtenir une pièce sans porosités. Le liant plastique assure la tenue de la pièce.

Déliantage.

- [0075] Le « déliantage » permet de retirer le liant plastique de la pièce crue 4 obtenue précédemment.
- [0076] On réalise successivement deux étapes de déliantage, l'un chimique, l'autre thermique.

Déliantage primaire.

- [0077] Le déliantage primaire E4 est un déliantage de nature chimique. Le déliantage primaire E4 permet d'obtenir une pièce partiellement déliantée 5.
- [0078] Ce déliantage peut être au choix : un déliantage à l'aide d'un solvant E4B, ou préférentiellement un déliantage catalytique E4A. Ce dernier présente l'avantage d'être plus rapide.
- [0079] Le déliantage catalytique E4A consiste à vaporiser puis brûler le liant plastique par l'injection de vapeurs d'acide dans un four.
- [0080] Le déliantage catalytique est réalisé par exemple à une température comprise entre 100°C et 150 °C pendant 2 à 10 heures, sous une atmosphère d'azote, en présence de vapeurs d'acide nitrique, le flux d'acide nitrique étant compris de préférence entre 2 et 5 mL/min.
- [0081] Le déliantage E4B à l'aide d'un solvant consiste à baigner la pièce crue 4 dans un bain dudit solvant, de façon à dissoudre le plastique.
- [0082] Le déliantage E4B est par exemple un déliantage à l'eau, la pièce crue 4 étant immergée pendant 100 à 300 heures dans un bain d'eau déminéralisée sous agitation à une température comprise entre 20 et 100 °C, préférentiellement de l'ordre de 60 °C.
- [0083] A l'issue de l'étape de déliantage chimique E4, on obtient la pièce partiellement déliantée 5, le déliantage chimique ayant permis d'enlever plus de 95 % du liant plastique.

Déliantage thermique.

- [0084] Le déliantage thermique E5 est de préférence réalisé sous une atmosphère d'argon à une pression comprise entre 200 mbar et 500 mbar par l'application successive de deux paliers de température à la pièce partiellement déliantée 5. Au cours du premier palier, on applique une température comprise entre 450 °C et 550 ° C pendant 150 minutes à 300 minutes. Au cours du second palier, on applique une température comprise entre 550 °C et 650 ° C pendant 150 minutes à 300 minutes.
- [0085] A l'issue de l'étape de déliantage thermique (E5), on obtient une pièce déliantée ou

« pièce brune » 6, le déliantage thermique ayant permis d'enlever le liant plastique restant (c'est-à-dire les moins de 5% restants).

- [0086] La pièce déliantée 6 issue des étapes de déliantage primaire E4 et thermique E5 est une pièce de mêmes dimensions que la pièce crue 4. Toutefois, contrairement à la pièce crue 4, la pièce déliantée 6 est très poreuse car on a enlevé le liant plastique, la densité de la pièce déliantée 6 est comprise entre 50 % et 75 % de la densité d'une pièce d'alliage René 77 issue de fonderie. En outre, la pièce déliantée 6 est très fragile car le liant plastique qui assurait la tenue de la pièce a été retiré.

Frittage.

- [0087] Au cours d'une étape E6, on réalise le frittage de la pièce déliantée 6. Le frittage consiste à soumettre la pièce déliantée 6 à une température proche du point de fusion de la poudre d'alliage de façon à ce que les grains de poudre se lient entre eux. Au cours du frittage, la pièce se rétracte et sa densité augmente.
- [0088] Le frittage est mis en œuvre dans un four, de préférence à une température comprise entre 1260 et 1300 °C pendant 4 heures à 6 heures sous atmosphère d'argon à une pression comprise entre 20 mbar et 50 mbar.
- [0089] Préférentiellement, l'étape de déliantage thermique E5 et l'étape de frittage E6 sont réalisées dans un même four, car la pièce déliantée 6 est fragile.
- [0090] A l'issue de l'étape de frittage E6, on obtient une pièce frittée plus compacte 7, dont la densité est préférentiellement supérieure à 95 % de la densité d'un alliage René 77 de fonderie classique. Les dimensions de la pièce frittée 7 sont inférieures à celles de la pièce déliantée ou pièce brune 6. On observe typiquement une diminution de taille comprise entre 14 et 18 %.
- [0091] La pièce frittée en alliage à base nickel 7 comprend, en pourcentages massiques, 14,00 à 15,25 % de chrome, 14,25 à 15,75 % de cobalt, 4,00 à 4,60 % d'aluminium, 0 à 0,50 % de fer, 0 à 0,150 % de manganèse, 3,00 à 3,70 % de titane, 3,90 à 4,50 % de molybdène, 0 à 0,015 % de soufre, 0 à 0,060 % de zirconium, 0,012 à 0,020 % de bore, 0 à 0,20 % de silicium, 0 à 0,100 % de cuivre, 0 à 0,5 ppm de bismuth, 0 à 5 ppm de plomb, 0 à 1000 ppm de platine, 0 à 1000 ppm de palladium, 0 à 50 ppm d'hydrogène, 0 à 5 ppm d'argent, 0 à 200 ppm d'azote, 0 à 1000 ppm de rhénium, 250 à 900 ppm de carbone, 0 à 500 ppm d'oxygène et 0 à 500 ppm d'impuretés inévitables, le reste étant constitué par du nickel. En particulier, la pièce frittée en alliage à base nickel 7 comprend, en pourcentages massiques, entre 0 et 50 ppm de chaque élément considéré comme constituant une impureté inévitable.
- [0092] La composition chimique de la pièce frittée 7 est très proche de celle de la poudre d'alliage initiale. Seuls les taux de carbone, de dioxygène et d'azote augmentent significativement au cours du procédé MIM. A titre d'exemple, si la poudre d'alliage 1 comprend 250 ppm de dioxygène, 20 ppm d'azote et 700 ppm de carbone, la pièce

frittée 7 obtenue à l'issue du procédé conforme à l'invention à partir de la poudre d'alliage 1 comprend 270 ppm de dioxygène, 100 ppm d'azote et 1100 ppm de carbone.

[0093] Les éléments carbone, oxygène et azote supplémentaires sont des résidus du liant plastique qui a imprégné le matériau métallique. Or, des taux trop importants desdits éléments peuvent avoir un impact négatif sur les propriétés mécaniques de la pièce d'alliage issue du procédé MIM.. La poudre d'alliage 1 doit présenter des taux de carbone, de dioxygène et d'azote très inférieurs à ceux du René 77 visé.

[0094] Sur les figures 3A et 3B sont rapportées deux vues au microscope optique, à deux échelles différentes, d'une pièce frittée 7 obtenue à l'issue de l'étape de frittage du procédé conforme à l'invention. Sur la [Fig.3A] et sur la [Fig.3B] enregistrée après attaque chimique visant à améliorer le contraste des phases, on observe, une micro-structure caractéristique d'un alliage à base nickel. Les grains métallurgiques, qui apparaissent sous la forme de zones grises dont le contraste varie d'un grain à l'autre, sont liés et le matériau est relativement dense. Toutefois, le matériau comprend également des résidus de porosité (voir les petites tâches rondes et noires) qui peuvent nuire aux propriétés mécaniques de la pièce finale. Des traitements thermiques, par exemple un compactage isostatique à chaud, peuvent être mis en œuvre pour éliminer lesdits résidus de porosité.

[0095] En outre, la taille des grains métallurgiques au sein de la pièce frittée 7 est relativement petite, elle est comprise entre 5 ASTM et 9 ASTM. La mesure des grains métallurgique est effectuée selon la norme ASTM E112. A titre d'exemple, la taille des grains de la microstructure sur les figures 3A et 3B est de 6 ASTM. Une pièce composée de grains métallurgiques de petite taille présente une bonne résistance en fatigue, mais une mauvaise résistance en fluage. En fonction de l'application visée pour la pièce fabriquée, un traitement thermique à haute température peut être mis en œuvre pour augmenter la taille des grains métallurgiques de ladite pièce. Les conditions dudit traitement sont choisies pour garantir des propriétés en fatigue, en fluage et en traction conformes à l'application visée.

Compactage isostatique à chaud.

[0096] On peut optionnellement mettre en œuvre une étape E7 de compactage isostatique à chaud de la pièce frittée 7 afin de reboucher les porosités résiduelles, notamment si la densité de la pièce frittée est inférieure à 95 % de la densité de l'alliage René 77 de fonderie. L'étape de compactage isostatique à chaud E7 permet d'augmenter la densité de la pièce 7 issue du frittage jusqu'à 100 % de la densité du René 77 de fonderie et d'améliorer les propriétés mécaniques de ladite pièce. En outre, l'étape de compactage isostatique à chaud E7 permet de réduire la dispersion dimensionnelle des pièces issues du procédé de moulage par injection de poudre métallique.

[0097] Au cours de l'étape E7 de compactage isostatique à chaud, on applique conjointement une pression et une température élevées sous une atmosphère inerte. On applique par exemple une température comprise entre 1160 °C et 1200 °C, préférentiellement une température de 1180 °C, et une pression supérieure à 100 MPa et inférieure à 200 MPa, préférentiellement comprise entre 110 MPa et 130 MPa pendant 2 heures à 4 heures sous une atmosphère inerte, par exemple une atmosphère d'hélium ou sous vide, préférentiellement une atmosphère d'argon.

[0098] Les figures 4A et 4B sont deux vues au microscope optique, à deux échelles différentes, d'une pièce obtenue à l'issue des étapes E6 et E7 du procédé conforme à l'invention. On reconnaît la microstructure de l'alliage de nickel, mais on ne distingue plus de taches. L'étape E7 de compactage isostatique à chaud a donc permis de reboucher les dernières porosités et d'obtenir un matériau complètement sain.

Traitement thermique à haute température

[0099] On peut optionnellement mettre en œuvre une étape E8 de traitement thermique à haute température de la pièce frittée. Si on met en œuvre une étape E7 de compactage isostatique à chaud, l'étape E8 de traitement thermique à haute température est préférentiellement réalisée après ladite étape E7.

[0100] Le traitement thermique à haute température E8 consiste à chauffer la pièce à une température suffisamment élevée pour faire grossir les grains métallurgiques. En effet, sous l'action de la température, les grains vont se regrouper de sorte à limiter leur interface et ainsi abaisser leur énergie potentielle. Le regroupement des grains métallurgiques initiaux aboutit à des grains métallurgiques plus gros. La température est un facteur cinétique : l'application d'une haute température permet d'augmenter la vitesse des regroupements de grains.

[0101] L'étape E8 de traitement thermique à haute température est avantageusement mise en œuvre pour la fabrication de pièces qui seront soumises à de fortes contraintes en fluage telles que, par exemple, les aubes de turbines et les distributeurs de turbines. En effet, plus les grains métallurgiques sont gros, plus le glissement entre lesdits grains sous l'effet des contraintes en fluage est facilité et donc meilleure est la résistance de la pièce auxdites contraintes.

[0102] L'étape E8 de traitement thermique à haute température comprend préférentiellement l'application d'une température comprise entre 1200 °C et 1280 °C, de préférence encore à une température comprise entre 1220 °C et 1240 °C pendant une durée comprise entre 2 heures et 6 heures, de préférence encore pendant 5 heures à pression atmosphérique, sous une atmosphère inerte, par exemple une atmosphère d'argon.

[0103] Suite à la réalisation de ladite étape E8 dans les conditions ainsi décrites, la taille des grains métallurgiques est comprise entre 00 ASTM et 5 ASTM, en moyenne elle est de 2 ASTM. Comme mentionné précédemment, la taille des grains était comprise entre 5

ASTM et 9 ASTM à l'issue de l'étape E6 de frittage. La taille des grains a donc augmenté. Les figures 5A et 5B sont deux vues au microscope optique, à deux échelles différentes, d'une pièce obtenue à l'issue des étapes E6, E7 puis E8 du procédé conforme à l'invention. Si on compare la microstructure sur les Figures 5A et 5B à celle, sur les Figures 4A et 4B, de la pièce après l'étape E7 et avant l'étape E8 dudit procédé, on constate que la taille des grains a effectivement augmenté au cours de l'étape E8 de traitement thermique à haute température. A titre d'exemple, la taille des grains de la microstructure représentée sur les Figures 4A et 4B est de 2 ASTM.

[0104] L'augmentation de la taille des grains lors de la réalisation de l'étape E8 permet d'améliorer la résistance de la pièce en fluage, tout en garantissant à ladite pièce une bonne résistance en fatigue et en traction.

[0105] Trempe.

[0106] En outre, on met en œuvre une étape E9 de traitement thermique de trempe. Le traitement thermique de trempe consiste à chauffer la pièce à une température de mise en solution des bons éléments d'alliage que constituent le nickel suffisamment longtemps pour permettre la remise en solution desdits éléments et leur diffusion dans le solide cristallin. La pièce est ensuite refroidie relativement rapidement afin que lesdits bons éléments d'alliage reprécipitent. Cette étape permet d'obtenir une pièce avec les propriétés mécaniques et chimiques attendues.

[0107] L'étape de traitement thermique de trempe E9 est menée préférentiellement à une température comprise entre 1120 °C et 1190 °C, de préférence encore à une température comprise entre 1150 °C et 1170 °C pendant une durée comprise entre 1 heure et 3 heures, de préférence encore pendant 2 heures. La pièce est finalement refroidie à une vitesse moyenne comprise entre 47 °C /heure et 67 °C /heure jusqu'à atteindre une température comprise entre 1070 °C et 1090 °C, préférentiellement une température de 1080 °C, puis à une vitesse moyenne supérieure ou égale à 16°C/min. Durant toute l'étape de traitement thermique de trempe E9 qui comprend la chauffe puis le refroidissement de la pièce, on maintient une atmosphère inerte, par exemple une atmosphère d'argon, à pression atmosphérique, ou on réalise ladite étape sous vide.

Traitement thermique de revenu

[0108] Enfin, on met en œuvre une étape E10 de traitement thermique de revenu. Lors du traitement thermique de revenu E10, certains éléments d'alliage précipitent aux joints de grains. Le traitement thermique de revenu E10 permet d'obtenir les propriétés mécaniques attendues pour la pièce d'alliage fabriquée. Le traitement E10 permet notamment d'améliorer la résistance en traction de ladite pièce fabriquée.

[0109] L'étape de traitement thermique de revenu E10 comprend l'application d'une température comprise entre 720 °C et 800 °C, préférentiellement comprise entre 750 °C et 770 °C pendant une durée comprise entre 3h30 et 4h30, préférentiellement une durée

de 4 heures sous air. A titre d'exemple, dans de telles conditions d'exécution du traitement thermique de revenu E10, on peut observer une amélioration de 20 % de la résistance en contrainte.

Pièces obtenues par le procédé

- [0110] L'invention porte également sur des pièces obtenues à partir du procédé de fabrication utilisant la poudre d'alliage 1 conforme à l'invention.
- [0111] Lesdites pièces sont des pièces d'alliage à base nickel comprenant notamment, en pourcentages massiques, entre 250 ppm et 900 ppm de carbone, moins de 200 ppm d'azote et moins de 500 ppm de dioxygène, les compositions chimiques étant mesurées par analyse élémentaire, par exemple par spectrométrie à plasma à couplage inductif.
- [0112] Sur la [Fig.1] qui représente une pièce réalisée en René 77 issue de fonderie, on peut voir, comme énoncé précédemment, que celle-ci présente une microstructure avec des grains de taille 00 ASTM. Si la taille des grains métallurgiques d'une pièce d'alliage René 77 issue de fonderie est inférieure ou égale à 00 ASTM, la taille des grains métallurgiques d'une pièce obtenue à partir du procédé de fabrication utilisant la poudre d'alliage 1 conforme à l'invention est comprise entre 00 ASTM et 9 ASTM. Par exemple, pour la pièce obtenue à l'issue de l'étape de frittage E6 et dont la microstructure est visible sur les Figures 3A et 3B, ladite taille de grains est de 6 ASTM. Pour la pièce obtenue à l'issue de l'étape de traitement thermique à haute température E8 des Figures 5A et 5B, elle est de 2 ASTM. Les pièces obtenues à partir du procédé de fabrication utilisant la poudre d'alliage conforme à l'invention présentent donc une microstructure avec des grains métallurgiques plus petits que les grains au sein de l'alliage René 77 de fonderie, ce qui leur apporte une meilleure résistance en traction et en fatigue qu'une pièce en René 77 issue de fonderie.
- [0113] On appelle R_m la valeur de la contrainte limite entraînant la rupture en traction R_m , $R_{p0,2}$ la valeur de la contrainte à laquelle est atteinte la limite d'élasticité avec 0,2 % de déformation plastique résiduelle et $A\%$ la valeur de l'allongement à la rupture. Les valeurs R_m , $R_{p0,2}$ et $A\%$ d'une pièce fabriquée selon le procédé utilisant la poudre d'alliage 1 conforme à l'invention, ledit procédé comprenant les étapes E1 à E7 puis E9 et E10 telles que précédemment décrites, augmentent de l'ordre de 30 % par rapport aux valeurs R_m , $R_{p0,2}$ et $A\%$ d'une pièce en René 77 issue de fonderie. En outre, le gain en fatigue est de l'ordre 20 %.
- [0114] Les valeurs R_m , $R_{p0,2}$ et $A\%$ d'une pièce fabriquée selon le procédé utilisant la poudre d'alliage 1 conforme à l'invention, ledit procédé comprenant en outre une étape E8 telle que précédemment décrite, est de l'ordre de 15 % par rapport à une pièce en René 77 issue de fonderie. Le gain en fatigue est dans ce cas de l'ordre 10 %.
- [0115] L'invention trouve une application particulière dans la fabrication de pièces pour l'aéronautique, telles que par exemple des aubes de turbine, y compris des aubes avec

des canaux internes, des distributeurs de turbine, des anneaux de retenue, des secteurs étanche ou des pièces d'habillage qui sont soumises à de fortes contraintes en traction, en fatigue et en fluage, qui doivent résister à la corrosion et à l'oxydation, et qui sont utilisées à des températures élevées supérieures à 1000°C.

Revendications

- [Revendication 1] Poudre d'alliage (1) à base de nickel, caractérisée en ce qu'elle comprend, en pourcentages massiques, 14,00 à 15,25 % de chrome, 14,25 à 15,75 % de cobalt, 4,00 à 4,60 % d'aluminium, 0 à 0,50 % de fer, 0 à 0,15 % de manganèse, 3,00 à 3,70 % de titane, 3,90 à 4,50 % de molybdène, 0 à 0,015 % de soufre, 0 à 0,06 % de zirconium, 0,012 à 0,020 % de bore, 0 à 0,20 % de silicium, 0 à 0,10 % de cuivre, 0 à 150 ppm de carbone, 0 à 0,5 ppm de bismuth, 0 à 5 ppm de plomb, 0 à 1000 ppm de platine, 0 à 1000 ppm de palladium, 0 à 50 ppm d'hydrogène, 0 à 5 ppm d'argent, 0 à 120 ppm d'azote, 0 à 1000 ppm de rhénium, 0 à 410 ppm d'oxygène et 0 à 500 ppm d'impuretés inévitables, le reste étant constitué par du nickel, et en ce qu'elle présente:
- une granulométrie D10 comprise entre 3 et 10 μm , - une granulométrie D90 comprise entre 20 et 40 μm et,
 - une granulométrie D50 comprise entre 10 et 20 μm ,
- les valeurs des granulométries D10, D50 et D90 ayant été mesurées par diffraction laser selon la norme ISO 13322-2.
- [Revendication 2] Procédé de fabrication d'une pièce, notamment pour l'aéronautique, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes :
- une étape (E1) de mélange de la poudre d'alliage à base de nickel selon la revendication 1 avec au moins un liant plastique (2),
 - une étape (E2) de granulation de ce mélange, de façon à obtenir des granulés (3) de mélange d'alliage et de plastique
 - une étape (E3) de moulage par injection des granulés de mélange (3) dans un moule, pour l'obtention d'une pièce crue (4),
 - une étape (E4A, E4B, E5) de déliantage pour l'obtention d'une pièce déliantée (6),
 - une étape (E6) de frittage de la pièce déliantée pour obtenir une pièce frittée (7).
- [Revendication 3] Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce qu'il comprend en outre une étape (E9) de trempe de la pièce frittée (7) qui consiste en un traitement thermique de la pièce frittée (7) à une température comprise entre 1120 °C et 1190 °C, préférentiellement une température comprise entre 1150 °C et 1170 °C pendant une durée comprise entre 1 heure et 3 heures, préférentiellement pendant 2 heures à pression atmosphérique, cette étape étant réalisée après l'étape de frittage (E6).
- [Revendication 4] Procédé selon l'une quelconque des revendications 2 ou 3, caractérisé

en ce qu'il comprend en outre une étape (E10) de traitement thermique de revenu qui consiste en un traitement thermique de la pièce frittée (7) à une température comprise entre 720 °C et 800 °C, préférentiellement une température comprise entre 750 °C et 770 °C pendant une durée comprise entre 3h30 et 4h30, préférentiellement une durée de 4 heures, cette étape étant réalisée après l'étape de frittage (E6) et après l'étape optionnelle (E9) de trempe.

[Revendication 5] Procédé selon l'une quelconque des revendications 2 à 4, caractérisé en ce qu'il comprend en outre une étape (E7) de compactage isostatique à chaud qui consiste en un traitement thermique à une température comprise entre 1160 °C et 1200 °C, préférentiellement une température de 1180 °C, pendant 2 heures à 4 heures sous une pression supérieure à 100 MPa et inférieure à 200 MPa, préférentiellement une pression comprise entre 110 MPa et 130 MPa, cette étape étant réalisée après l'étape (E6) de frittage et avant les éventuelles étapes de trempe (E9) et de traitement thermique de revenu (E10).

[Revendication 6] Procédé selon l'une quelconque des revendications 2 à 5, caractérisé en ce qu'il comprend en outre une étape (E8) de traitement thermique à haute température de la pièce frittée (7) qui consiste en un traitement thermique de la pièce frittée (7) à une température comprise entre 1200 °C et 1280 °C, préférentiellement une température comprise entre 1220°C et 1240°C pendant une durée comprise entre 2 heures et 6 heures, préférentiellement pendant cinq heures à pression atmosphérique, cette étape étant réalisée après l'étape (E6) de frittage et après l'étape éventuelle de compactage isostatique à chaud (E7), mais avant les étapes optionnelles de traitements thermiques (E9) et (E10).

[Revendication 7] Procédé selon l'une quelconque des revendications 2 à 6 caractérisé en ce que le taux de charge volumique en alliage des granulés de mélange d'alliage et de plastique (3) est compris entre 50 % et 75 % et la fluidité à chaud desdits granulés (3) est comprise entre 60 cm³/10min et 85 cm³ / 10min à une température comprise entre 190 °C et 230 °C, et en ce que la température d'injection lors de l'étape (E3) de moulage est comprise entre 170°C et 200°C, la mesure de la fluidité à chaud étant effectuée selon la norme ISO 1133-1.

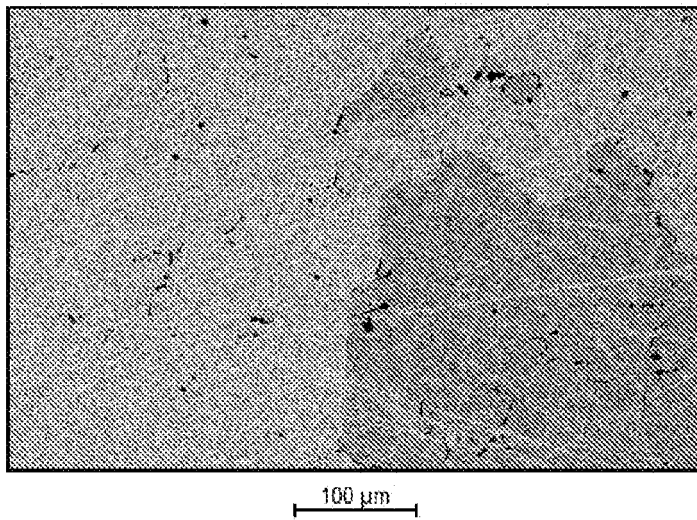
[Revendication 8] Procédé selon l'une quelconque des revendications 2 à 7 caractérisé en ce que le diamètre des granulés de mélange d'alliage et de plastique est compris entre 1 mm et 5 mm.

[Revendication 9] Procédé selon l'une quelconque des revendications 2 à 8 caractérisé en

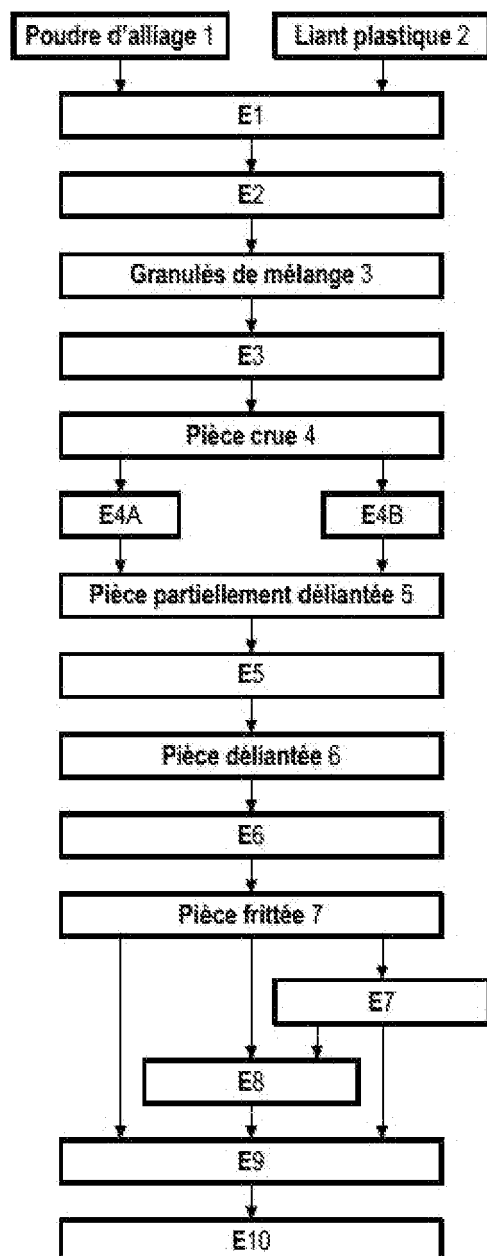
ce que l'étape de déliantage (E4A, E4B, E5) comporte elle-même deux étapes successives : une première étape (E4A, E4B) de déliantage primaire de nature chimique de la pièce crue (4) de façon à obtenir une pièce partiellement déliantée (5), et une deuxième étape (E5) de déliantage thermique de la pièce partiellement déliantée (5) pour l'obtention d'une pièce déliantée,

- [Revendication 10] Procédé selon la revendication 9, caractérisé en ce que l'étape de déliantage primaire est un déliantage catalytique (E4A) sous azote, en présence de vapeurs d'acide nitrique, pendant une durée comprise entre 2 et 10 heures, le débit des vapeurs d'acide nitrique étant compris entre 2 mL/min et 5 mL/min, la température étant comprise entre 100 et 150 °C.
- [Revendication 11] Procédé selon la revendication 9, caractérisé en ce que l'étape de déliantage primaire est un déliantage par solvant à l'eau déminéralisée (E4B), sous agitation de l'eau, la température de l'eau étant comprise entre 20 et 100 °C pendant une durée comprise entre 100 et 300 h.
- [Revendication 12] Procédé selon l'une quelconque des revendications 9 à 11, caractérisé en ce que l'étape (E5) de déliantage thermique est réalisée sous argon à une pression comprise entre 200 mbar et 500 mbar par deux paliers de température successifs, le premier palier de température étant compris entre 450°C et 550 °C pendant 150 à 300 minutes, le second palier de température étant compris entre 550°C et 650° C pendant 150 à 300 minutes.
- [Revendication 13] Procédé selon l'une quelconque des revendications 2 à 12, caractérisé en ce que l'étape (E6) de frittage de la pièce déliantée est réalisée par l'application d'une température comprise entre 1260 et 1300 °C pendant une durée comprise entre 4 et 8 heures sous une atmosphère d'argon à une pression comprise entre 20 mbar et 50 mbar.

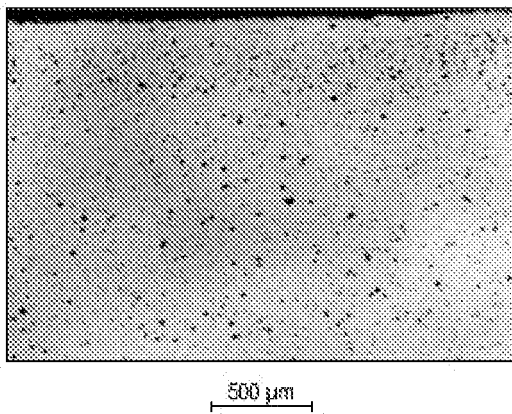
[Fig. 1]



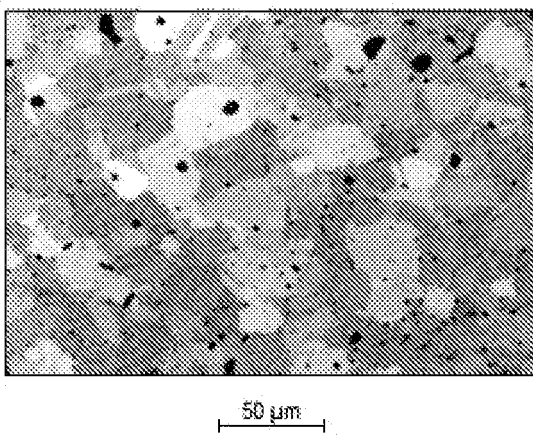
[Fig. 2]



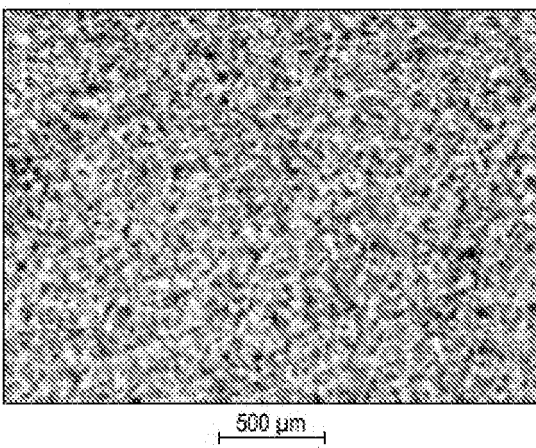
[Fig. 3A]



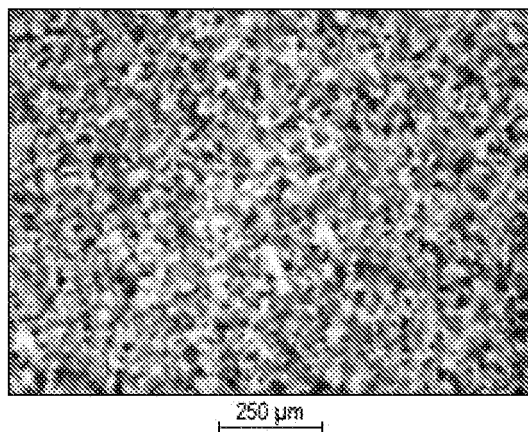
[Fig. 3B]



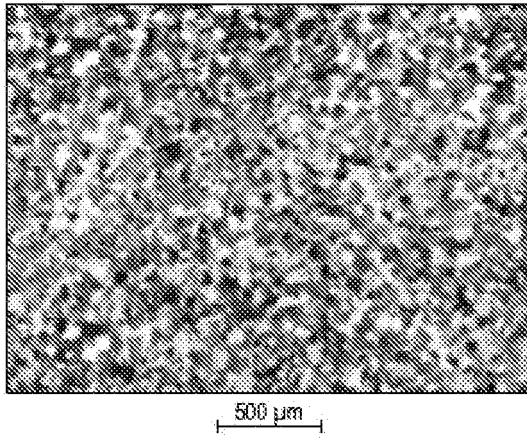
[Fig. 4A]



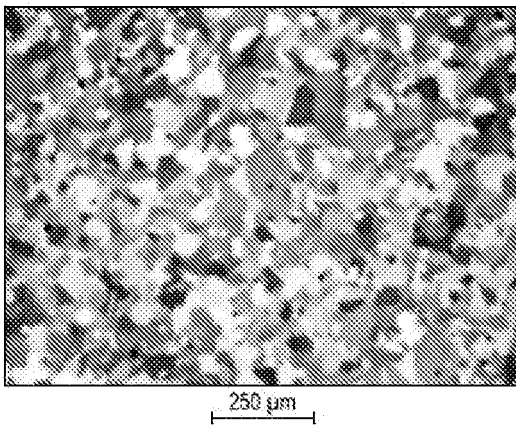
[Fig. 4B]



[Fig. 5A]



[Fig. 5B]



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**

WO 2020/260806 A1 (SAFRAN [FR])
30 décembre 2020 (2020-12-30)

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

US 2010/008778 A1 (PATRICK D KEITH [US] ET
AL) 14 janvier 2010 (2010-01-14)

US 3 692 501 A (HOPPIN GEORGE S ET AL)
19 septembre 1972 (1972-09-19)

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

NEANT