

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

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

2 982 365

②1 N° d'enregistrement national : 11 60105

⑤1 Int Cl⁸ : G 01 N 19/04 (2013.01)

⑫

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 07.11.11.

③0 Priorité :

④3 Date de mise à la disposition du public de la demande : 10.05.13 Bulletin 13/19.

⑤6 Liste des documents cités dans le rapport de recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du présent fascicule*

⑥0 Références à d'autres documents nationaux apparentés :

⑦1 Demandeur(s) : MESSIER BUGATTI DOWTY Société anonyme — FR.

⑦2 Inventeur(s) : MONERIE-MOULIN FRANCIS et DULUC SÉBASTIEN.

⑦3 Titulaire(s) : MESSIER BUGATTI DOWTY Société anonyme.

⑦4 Mandataire(s) : CABINET BOETTCHER Société anonyme.

⑤4 PROCÉDE DE CARACTERISATION DE LA QUALITE D'ADHERENCE DE MATERIAU DE REVETEMENT RECOUVRANT DES PIÉCES.

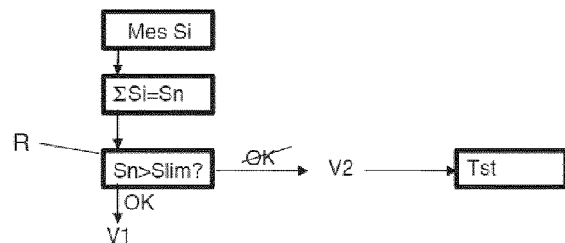
⑤7 Procédé de caractérisation de la qualité d'adhérence d'un matériau de revêtement (3) recouvrant des pièces (4) d'un lot de pièces, dans lequel :

- on applique ledit matériau de revêtement (3) sur les pièces (4) et sur au moins une éprouvette témoin (1) ;

- on applique sur cette éprouvette témoin (1) ainsi revêtue un effort (F) de déformation de l'éprouvette jusqu'à obtenir une déformation plastique de l'éprouvette témoin (1) ; puis

- à l'aide de mesures de caractéristiques (Si, S1, S2) représentatives du décollement du revêtement (7) sur l'éprouvette témoin (1) déformée plastiquement, on détermine une valeur (Sn) représentative du décollement du revêtement (7) sur cette éprouvette témoin (1) ; puis

- on associe à chaque pièce (4) du lot une valeur de qualité d'adhérence (V1, V2) du matériau de revêtement déterminée en fonction de ladite valeur (Sn) représentative du décollement du revêtement (7) sur l'éprouvette témoin déformée plastiquement.



FR 2 982 365 - A1



DOMAINE GENERAL DE L'INVENTION

L'invention concerne le domaine des procédés de caractérisation de la qualité d'adhérence de matériau de revêtement recouvrant des pièces d'un lot de pièces.

5 ARRIERE PLAN DE L'INVENTION

Il est fréquent dans l'industrie de créer des couches de revêtement sur des pièces telles que des pièces métalliques pour conférer à ces pièces des propriétés telles que :

- 10 - protection contre la corrosion ; et/ou
 - amélioration des caractéristiques de glissement contre des éléments mécaniques ; et/ou
 - amélioration de la dureté surfacique.

En cas de décollement de tout ou partie du revêtement appliqué sur la pièce, la pièce perd alors une partie des propriétés conférées par le revêtement. Dans certains cas, le décollement du revêtement peut devenir critique pour le mécanisme utilisant la pièce. Par exemple si cette pièce est corrodée du fait du décollement d'une partie du revêtement, on peut alors avoir une usure prématurée de la pièce et une amorce de rupture. Il est donc important de s'assurer de la qualité d'adhérence du revêtement appliqué par des moyens d'application du matériau sur les pièces d'un même lot.

25 OBJET DE L'INVENTION

L'invention a pour objet de proposer un procédé de caractérisation de la qualité d'adhérence de matériau de revêtement recouvrant des pièces d'un lot de pièces.

RESUME DE L'INVENTION

30 Pour répondre à cet objet, il est proposé selon l'invention un procédé de caractérisation de la qualité d'adhérence d'un matériau de revêtement recouvrant des pièces d'un lot de pièces, dans lequel :

- à l'aide de moyens d'application du matériau de revêtement, on applique ledit matériau de revêtement sur
- 35

les pièces du lot de pièces et sur au moins une partie d'une éprouvette témoin ;

5 - à l'aide d'un banc d'essai, on applique sur cette éprouvette témoin ainsi revêtue du matériau de revêtement, au moins un effort de déformation par flexion de l'éprouvette témoin au moins jusqu'à la déformer plastiquement ; puis

10 - à l'aide de mesures de caractéristiques représentatives du décollement du revêtement sur l'éprouvette témoin déformée plastiquement, on détermine une valeur représentative du décollement du revêtement sur cette éprouvette témoin ; puis

15 - on associe à chaque pièce du lot une valeur de qualité d'adhérence du matériau de revêtement déterminée en fonction de ladite valeur représentative du décollement du revêtement sur l'éprouvette témoin déformée plastiquement.

20 Le procédé de l'invention permet de caractériser, c'est à dire évaluer, la qualité d'adhérence du revêtement sur les pièces du lot sans être obligé de réaliser des mesures sur chacune de ces pièces et cela en observant uniquement la qualité d'adhérence du revêtement sur une éprouvette témoin revêtue avec ces pièces avant d'être déformée plastiquement. En particulier, ce procédé

25 permet de détecter des défauts de qualité d'adhérence qui résultent d'un défaut dans le matériau de revêtement appliqué et/ou d'un défaut des conditions d'application, comme un dérèglement des moyens d'application entraînant par exemple un flux insuffisant de matériau projeté ou

30 des températures ou vitesses de projection insuffisantes, ou l'introduction de polluants dans le matériau de revêtement projeté.

35 Si des défauts d'adhérence apparaissent sur l'éprouvette témoin déformée plastiquement, on sait qu'il y a une forte probabilité pour que ces mêmes défauts

apparaissent sur les pièces du lot. Le procédé de l'invention permet de détecter la probabilité d'existence de défauts d'adhérence sur les pièces du lot sans avoir à observer ces pièces et en se basant simplement sur l'observation de l'éprouvette témoin déformée plastiquement. La corrélation du défaut d'adhérence constaté sur une éprouvette et le défaut d'adhérence présumé sur les pièces du lot peut être réalisée à l'aide d'un abaque qui en fonction de la valeur représentative du décollement permet de valider ou pas la qualité de production des pièces du lot.

On note que le fait de déformer plastiquement l'éprouvette favorise l'apparition des défauts d'adhérence que l'on veut observer et qui n'apparaissent généralement qu'après une longue période de fatigue.

Ce procédé a aussi pour avantage de limiter le besoin d'avoir à déformer plastiquement une pièce du lot pour caractériser la qualité d'adhérence du revêtement sur cette pièce. Ce procédé est particulièrement utile si les pièces du lot sont coûteuses et si l'on veut limiter le besoin de réaliser des essais destructifs sur ces pièces pour caractériser l'adhérence du revêtement.

Pour répondre à l'objet précité de l'invention, il est aussi proposé un procédé de caractérisation de la qualité d'adhérence d'un matériau de revêtement d'une éprouvette témoin, consistant à :

- prendre une éprouvette témoin de forme parallélépipède rectangle comportant des première et seconde faces principales opposées, au moins ladite première de ces faces principales étant revêtue avec ledit matériau de revêtement, puis à
- placer cette éprouvette témoin entre deux points d'appuis d'un banc d'essai, ces points d'appuis étant éloignés l'un de l'autre ; puis à
- appliquer sur l'éprouvette au moins un effort

d'affaiblissement de la liaison entre le revêtement et l'éprouvette, cet effort d'affaiblissement étant orienté de manière à fléchir l'éprouvette vers un sens de fléchissement propre à l'éprouvette (ci-après second sens) et orienté de la seconde face vers la première face de l'éprouvette ; puis à

5 - appliquer un effort de déformation par flexion de l'éprouvette entre les deux points d'appuis de manière à fléchir l'éprouvette vers un autre sens de fléchissement (ci-après premier sens) propre à l'éprouvette orienté de la première vers la seconde face ; puis

10 - à l'aide de mesures de caractéristiques représentatives du décollement du revêtement sur l'éprouvette témoin déformée plastiquement, on détermine une valeur représentative du décollement du revêtement sur cette éprouvette témoin.

15 Ce procédé de caractérisation de la qualité d'adhérence de matériau sur une éprouvette est celui préférentiellement mis en œuvre pour réaliser le procédé précité de caractérisation de la qualité d'adhérence d'un matériau de revêtement recouvrant des pièces d'un lot de pièces.

BREVE DESCRIPTION DES DESSINS

25 D'autres caractéristiques et avantages de l'invention ressortiront clairement de la description qui en est faite ci-après, à titre indicatif et nullement limitatif, en référence aux dessins annexés, dans lesquels:

30 - la figure 1 présente un lot de pièces et une éprouvette témoin en cours d'application du matériau de revêtement par les moyens d'application ;

- la figure 2 présente une éprouvette témoin en cours de déformation plastique par un banc d'essai ;

35 - la figure 3 présente une vue d'un détail D de

l'éprouvette de la figure 2 déformée plastiquement et présentant deux surfaces / zones distinctes de décrochement de revêtement ;

5 - la figure 4 est un logigramme présentant des étapes du procédé selon l'invention ;

- la figure 5 présente une vue schématique du banc d'essai alors qu'il est utilisé pour appliquer des efforts de flexion sur une éprouvette pour la déformer plastiquement et générer un décollement de revêtement ;

10 - les figures 6a, 6b, présentent respectivement des seconde et première flexions de sens opposées d'une éprouvette témoin, permettant de générer un écaillage du revêtement visible à la figure 6c.

DESCRIPTION DETAILLEE DE L'INVENTION

15 Comme indiqué précédemment, l'invention concerne un procédé de caractérisation de la qualité d'adhérence d'un matériau de revêtement recouvrant des pièces 1 d'un lot de pièces 1.

20 Comme on le voit sur la figure 1, une étape du procédé consiste à appliquer un matériau de revêtement 3 sur un lot de pièces 4 et sur une éprouvette témoin 1. Pour réaliser cette application, les pièces 4 et l'éprouvette témoin 1 sont placées dans une enceinte symbolisée en pointillés et un moyen d'application 5
25 projette le matériau 3 sur les pièces 4 et l'éprouvette témoin 1. Typiquement les pièces 4 et l'éprouvette témoin 1 sont constituées d'un même matériau substrat Sub préférentiellement métallique ce qui permet d'avoir une adhérence sensiblement identique du matériau de
30 revêtement 3 sur les pièces 4 et sur l'éprouvette témoin 1, rendant ainsi le procédé de caractérisation d'adhérence encore plus précis. En l'occurrence, le matériau substrat est préférentiellement un acier très haute résistance ou un alliage de titane qui sont des
35 matériaux fréquemment utilisés dans l'industrie pour

réaliser des pièces coûteuses telles que des tiges d'atterrisseurs d'aéronefs. Le procédé de l'invention est particulièrement adapté pour qualifier la qualité d'adhérence de revêtement de pièces coûteuse, car il

5 réduit le besoin de réaliser des tests Tst destructifs sur ces pièces.

Les moyens d'application 5 comportent une buse prévue pour projeter un matériau de revêtement 3 comme un carbure ou un chromage ou du nickel.

10 Les moyens d'application sont préférentiellement :

- des moyens de projection 5 du matériau 3 à haute vitesse, connus dans le domaine du revêtement de pièces métalliques sous l'acronyme HVOF correspondant à

15 High Velocity Oxy Fuel pour projection par flamme supersonique ; ou

- des moyens de projection 5 du matériau 3 de revêtement par plasma.

Après avoir appliqué le revêtement 7 sur les

20 pièces 4 et l'éprouvette témoin 1, on réalise un essai conforme à celui de la figure 2.

A l'aide d'un banc d'essai 6, on applique sur l'éprouvette témoin 1 revêtue du matériau de revêtement 3, au moins un effort de déformation F de l'éprouvette au

25 moins jusqu'à obtenir une déformation plastique de l'éprouvette témoin 1.

L'effort de déformation est préférentiellement appliqué sur l'éprouvette témoin 1 en suivant un protocole d'application d'effort prédéterminé.

30 Comme on le voit à la figure 2, ce protocole d'application d'effort consiste à placer l'éprouvette 1 devant être déformée entre deux points d'appuis A, B dudit banc d'essai 6, ces points d'appuis A, B étant éloignés l'un de l'autre.

35 En l'occurrence ces points d'appuis A, B sont ici

formés sur une partie inférieure 6a du banc d'essai 6 dotée d'un profilé en forme de U. Les extrémités de ce U servent d'appui A, B à l'éprouvette 1. Ces extrémités du U sont arrondies vers l'intérieur du U de manière à limiter le risque de blesser le revêtement de l'éprouvette à l'endroit de son contacte contre le U. Les extrémités du U portent aussi des butées longitudinales pour centrer longitudinalement l'éprouvette par rapport à ce U et éviter qu'elle ne sorte involontairement du U.

Le banc 6 comporte une partie supérieure 6b du banc montée en translation par rapport à la partie inférieure 6a. Cette partie supérieure 6b comporte aussi un profilé en U permettant d'exercer un effort sur l'éprouvette 1 pour la pousser contre les extrémités du profilé en U de la partie inférieure 6a du banc d'essai 6. Le profilé mobile en forme de U de la partie supérieure 6b comporte des extrémités du U orientées en direction du profilé en forme de U de la partie inférieure 6a du banc. Les extrémités de ce profilé en U sont aussi arrondies, mais au moins en allant vers l'extérieur du U.

Le profilé en U de la partie supérieure 6b est disposé de manière à ce que les extrémités du U puissent passer entre les extrémités du profilé en U de la partie inférieure 6a.

L'un au moins de ces profilés en U est monté libre en rotation selon au moins un axe perpendiculaire au plan Pf dans lequel s'étend le U. Cela permet au profilé de s'orienter librement de façon à équilibrer les efforts $F/2$ qu'il applique sur l'éprouvette via ses extrémités.

Comme on le voit sur le schéma de la figure 5 l'éprouvette 1 placée entre la partie inférieure 6a et la partie supérieure 6b du banc subie l'effort de

déformation entre les deux points d'appuis de la partie inférieure du banc. Cet effort F est réparti de manière sensiblement symétrique comme le symbolisent les vecteurs $F/2$ représentant les efforts aux extrémités du profilé en U de la partie supérieure du banc 6b.

L'éprouvette 1 fléchit vers un premier sens de fléchissement propre à l'éprouvette. Ce fléchissement est noté fl .

Selon le protocole prédéterminé choisi pour appliquer l'effort de déformation F , cet effort est appliqué :

- jusqu'à ce que l'éprouvette 1 soit fléchie d'une distance de flèche minimale prédéterminée fl ; ou alternativement

- jusqu'à ce que l'effort de déformation F atteigne une intensité prédéterminée ; et/ou

- jusqu'à ce que l'éprouvette se rompe sous l'effet de l'effort de déformation F .

Dans le cas présent, on préfère augmenter l'effort F jusqu'à avoir une rupture de l'éprouvette ce qui implique une déformation plastique d'au moins une portion de l'éprouvette 1.

Idéalement, chaque éprouvette 1 devant être déformée à l'aide dudit banc d'essai 6 a une forme de parallélépipède rectangle et comporte des première et seconde faces principales 1a, 1b opposées l'une par rapport à l'autre et revêtues avec ledit matériau 3 de revêtement.

Le premier sens de fléchissement de l'éprouvette est orienté de la première 1a vers la seconde face 1b.

Selon un aspect préférentiel du protocole d'application d'effort, préalablement à l'application dudit effort de déformation F permettant de déformer plastiquement l'éprouvette 1, on applique sur l'éprouvette 1 au moins un effort d'affaiblissement de la

liaison entre le revêtement et l'éprouvette orienté de manière à fléchir l'éprouvette 1 vers un second sens de fléchissement propre à l'éprouvette. Ce second sens de fléchissement est orienté de la seconde face vers la première face de l'éprouvette 1.

Lors du fléchissement de l'éprouvette 1 l'une de ses faces et la couche de revêtement 7 qu'elle porte sont étirées alors que l'autre de ses faces opposée et l'éventuelle couche de revêtement 7 qu'elle porte sont compressées.

Ainsi, en fléchissant l'éprouvette 1 dans un premier sens puis dans un second sens opposé au premier sens, chaque couche de revêtement 7 portée par une des faces principales subie un étirement par traction et une compression avant que l'on cesse d'appliquer l'effort de déformation. On crée ainsi des conditions favorables au décrochement au moins partiel des couches de matériau de revêtement. On provoque en conséquence des conditions favorables à l'observation d'un éventuel défaut de qualité d'adhérence de revêtement sur l'éprouvette étudiée qui est un indice de l'existence de défaut de qualité d'adhérence de revêtement sur les pièces ayant subi le dépôt de revêtement avec l'éprouvette. En résumé, comme on le voit sur la figure 5, les efforts flexion de l'éprouvette témoin 1 ainsi que de l'éprouvette d'étalonnage sont appliqués sur une des première et seconde faces principales d'éprouvette via deux points d'application d'effort p1, p2 distants l'un de l'autre. Chacun de ces deux points d'application d'effort se déplace suivant un axe de déplacement qui lui est propre, ces axes de déplacement des points d'application d'effort sont parallèles entre eux et s'étendent à distance et entre les points d'appui A, B du banc d'essai 6. Idéalement les points d'appui A, B du banc d'essai 6 et les points d'application d'effort p1, p2 passent par un

même plan de flexion Pf de manière à générer sur les éprouvettes testées une flexion simple selon des axes de flexion perpendiculaires à ce plan de flexion Pf.

5 Les points d'appuis A, B du banc d'essai 6 sont symétriquement répartis par rapport à un plan de symétrie P du banc d'essai 6 qui est perpendiculaire au plan de flexion Pf. De même les points d'application d'effort p1, p2 sont répartis symétriquement par rapport à ce même plan de symétrie P.

10 La flexion des éprouvettes 1 est donc une flexion réalisée par quatre appuis sur l'éprouvette qui sont coplanaires et symétriquement répartis de part et d'autre du plan de symétrie P du banc d'essai 6, ce qui crée au moins deux zones sur l'éprouvette favorables au décrochement de revêtement 7d. Préférentiellement, chaque éprouvette testée est placée de manière à ce que le plan de symétrie P du banc d'essai passe au milieu des faces principales 1a, 1b d'éprouvette. De cette manière on peut reproduire les conditions d'application des efforts de flexion F sur les différentes éprouvettes testées.

20 Après avoir réalisé l'étape d'application d'effort sur l'éprouvette 1, on observe l'éprouvette déformée plastiquement pour identifier d'éventuelles zones de décollement de revêtement.

25 Comme on le voit sur la figure 3 qui représente une portion de l'éprouvette témoin déformée plastiquement, on peut observer en cas de défaut d'adhérence du revêtement des zones du substrat Sub d'éprouvette non revêtues.

30 Les figures 6a à 6c présentent une vue en coupe macroscopique dans le plan de flexion de l'éprouvette témoin 1. On voit sur ces figures le mode d'écaillage du revêtement de l'éprouvette associé aux procédés de caractérisation de la qualité d'adhérence selon
35 l'invention.

A la figure 6a, on réalise une flexion de l'éprouvette 1, cette flexion étant orientée de la face 1a vers la face 1b qui porte le revêtement. Cette flexion induit une traction dans le revêtement créant une fissure s'étendant jusqu'au substrat de l'éprouvette. A l'étape suivante de la figure 6b, on fléchit l'éprouvette dans un autre sens opposé orienté de la face 1b vers la face 1a. Le revêtement est alors compressé alors que le substrat de l'éprouvette est étiré. Les bords de la fissure générée lors de la traction sont ici comprimés l'un contre l'autre favorisant l'apparition d'un décollement du revêtement le long de la fissure. Ce phénomène est essentiellement lié au fait qu'il y a un différentiel de rigidité à l'interface entre le matériau de substrat Sub et le matériau de revêtement favorisant un effort de cisaillement propice au décollement.

Lorsque des fissures sont assez proches les unes des autres, comme sur la figure 6c, le décollement du revêtement peut se produire de manière continue entre ces fissures. Le revêtement entre ces fissures peut dès lors s'écailler et se détacher de l'éprouvette laissant ainsi apparaître les surfaces S_i , S_1 , S_2 de la figure 3. Ce phénomène d'écaillage du revêtement est aussi connu sous le terme anglophone de « spalling ». De manière avantageuse, les procédés de l'invention permettent, en un seul essai (préférentiellement deux flexions de sens opposés), d'accélérer l'apparition du phénomène d'écaillage.

Après avoir forcé l'apparition accélérée de l'écaillage, on réalise des mesures de caractéristiques représentatives du décollement du revêtement sur l'éprouvette témoin. En l'occurrence, on mesure les surfaces S_i , S_1 , S_2 de l'éprouvette qui sont rendues apparentes du fait du décollement du revêtement 7.

Puis on détermine une valeur représentative du

décollement du revêtement sur l'éprouvette. En l'occurrence cette valeur représentative du décollement est la somme S_n des surfaces de décollement S_i , S_1 , S_2 mesurées.

5 Cette mesure des surfaces S_i , S_1 , S_2 peut être réalisée de plusieurs manières.

 Selon un premier mode de mesure, on mesure la surface de l'éprouvette témoin rendue visible du fait du décollement d'une partie du matériau de revêtement. Comme
10 l'éprouvette témoin est déformée plastiquement, en mesurant la surface de décollement visible S_i , on a une bonne indication de la capacité du revêtement à se déformer avec l'éprouvette sans se décoller, ce qui reflète la qualité d'adhérence du revêtement sur
15 l'éprouvette.

 Selon un deuxième mode de réalisation, on peut, préalablement à la mesure de la valeur représentative du décollement du revêtement sur l'éprouvette témoin, retirer une partie au moins du matériau de revêtement
20 décollé 7d à l'aide d'une attaque mécanique telle qu'une abrasion par sablage ou grenailage. L'abrasion préalable à la mesure de la valeur représentative du décollement du revêtement de l'éprouvette augmente la visibilité de la zone de décollement du revêtement. En effet, cette
25 opération permet de retirer le revêtement décollé 7d préalablement à l'abrasion mais qui restait pourtant attaché à l'éprouvette témoin via une portion de revêtement encore collée à cette éprouvette. Grâce à cette abrasion, on améliore l'observation du phénomène de
30 décollement du revêtement sur l'éprouvette. Cette abrasion doit préférentiellement avoir lieu selon un protocole d'abrasion prédéterminé et reproductible. En d'autres termes, les caractéristiques de l'abrasion doivent être prédéterminées et reproduites à chaque fois
35 que l'on met en œuvre cette étape d'abrasion, c'est-à-

dire que l'on doit reproduire la durée de l'abrasion, les caractéristiques de l'abrasif utilisé comme sa granulométrie, sa force d'impactage, sa vitesse de projection, sa dureté.

5 On note que la mesure de surface de décollement S_i , S_1 , S_2 peut être automatisée à l'aide d'un système d'analyse automatisée d'image(s) de l'éprouvette prise(s) après déformation plastique. Un tel système d'analyse automatisé peut comporter une caméra d'observation
10 d'éprouvette, un processeur exécutant un programme. Ce système identifie les zones de décollement de revêtement par exemple grâce à un contraste entre les zones revêtues 7 et les zones dépourvues de revêtement S_i . Puis, ce système calcule les surfaces de décollement individuelles
15 observées S_i , S_1 , S_2 .

Puis, comme indiqué précédemment, le processeur du système automatisé peut calculer la surface de décollement totale S_n qui est la somme des surfaces individuelles mesurées S_1 , S_1 , S_2 , la formule étant :
20 $\sum S_i = S_n$. Cette valeur S_n est la valeur représentative du décollement du revêtement du revêtement pour cette éprouvette témoin 1.

Comme on le voit dans le logigramme de la figure 4, après avoir évalué cette surface de décollement S_n de revêtement de l'éprouvette 1, on compare cette valeur S_n
25 avec au moins une valeur limite S_{lim} prédéterminée de surface de revêtement décollée au-delà de laquelle on considère que l'adhérence du revêtement est insuffisante.

Dans un mode particulier, la valeur limite S_{lim} prédéterminée peut être égale à 0, ou au seuil de détection de décollement par les moyens de mesure de surface de décollement utilisés et la mesure de surface de décollement S_i , S_1 , S_2 peut se limiter à la simple
30 observation de l'existence d'une surface de revêtement décollé.
35

En d'autres termes, selon ce mode particulier, dès qu'un décollement de revêtement est détecté / constaté sur l'éprouvette, alors S_n est supérieur à 0 et donc $S_n > S_{lim}$. Dans tous les cas dès que $S_n > S_{lim}$ alors on considère qu'il existe un défaut de qualité d'adhérence du revêtement et on associe aux pièces 4 du lot une valeur V_2 de qualité d'adhérence du matériau de revêtement indiquant que chacune des pièces 4 de ce lot présentent potentiellement un défaut de qualité d'adhérence de revêtement.

Dans le cas contraire, si $S_n < S_{lim}$, alors on attribue à chacune des pièces 4 du lot une valeur V_1 de qualité d'adhérence du matériau de revêtement indiquant que potentiellement chacune des pièces 4 de ce lot a une qualité d'adhérence de revêtement satisfaisante.

Lorsque la valeur de qualité d'adhérence V_2 associée à chaque pièce du lot pour indiquer un défaut de qualité du revêtement de ces pièces, alors :

- on recherche, via des observations des pièces du lot, des zones de ces pièces présentant des défauts d'adhérence de revêtement et/ou

- on décape des zones de pièces du lot présentant des défauts d'adhérence de revêtement et on réalise un nouveau revêtement de tout ou partie des pièces du lot présentant des défauts d'adhérence de revêtement ; et/ou

- on rebute certaines au moins des pièces du lot pour lesquelles les valeurs V_2 de qualité d'adhérence associées indiquent un défaut d'adhérence de revêtement.

Grâce au procédé selon l'invention, en fonction d'observations réalisées sur une simple éprouvette témoin 1 revêtue avec les pièces 4 du lot, on conditionne l'exécution de tâches coûteuses. Ainsi en fonction du résultat de l'observation de l'éprouvette témoin on conditionne :

- l'observation de toutes les pièces d'un même

lot pour en qualifier les qualités d'adhérence de revêtement respectives ; et/ou

- la reprise des zones de revêtement défectueuses sur certaines au moins des pièces du lot ; et/ou

5 - la mise au rebut de certaines au moins des pièces.

Le procédé de l'invention permet de réduire le besoin de tester les pièces du lot et de réaliser des essais destructifs sur les pièces du lot, ce qui réduit grandement le coût des essais tout en limitant le risque d'avoir des pièces avec défaut de revêtement.

Dans un mode de réalisation particulier de l'invention la valeur V1 ou V2 de qualité d'adhérence du matériau de revêtement associée aux pièces du lot est déterminée à l'aide de règles d'attributions R de valeurs V1, V2 prédéterminées.

Pour déterminer ces règles d'attribution R de valeurs prédéterminées :

20 - on forme plusieurs ensembles d'étalonnage comprenant chacun au moins une pièce d'étalonnage et au moins une éprouvette d'étalonnage ;

25 - on revêt chaque ensemble d'étalonnage à l'aide du matériau 3 de revêtement en utilisant pour chaque ensemble d'étalonnage donné des conditions particulières d'application du matériau de revêtement ; puis

30 - pour chaque ensemble d'étalonnage donné ainsi revêtu, on mesure la qualité d'adhérence du revêtement sur ladite au moins une pièce d'étalonnage et sur ladite au moins une éprouvette d'étalonnage revêtue puis déformée plastiquement. Enfin on mémorise une relation entre une valeur Sn représentative du décollement du revêtement sur l'éprouvette d'étalonnage déformée plastiquement et une valeur V1 ou V2 de qualité d'adhérence du matériau de revêtement sur ladite au moins
35 une pièce d'étalonnage.

Typiquement la valeur représentative du décollement du revêtement sur l'éprouvette d'étalonnage déformée plastiquement est une surface S_n , calculée de la manière décrite précédemment en référence à l'éprouvette

5

témoin 1.

Ainsi, pour chaque ensemble d'étalonnage donné, on détermine à partir de mesures sur la pièce d'étalonnage et sur l'éprouvette d'étalonnage déformée, une relation entre la qualité V1 ou V2 d'adhérence du revêtement de la pièce d'étalonnage et la qualité d'adhérence du revêtement de l'éprouvette d'étalonnage après déformation.

10

A partir de mesures réalisées sur une éprouvette déformée on obtient une relation entre une qualité d'adhérence de revêtement sur cette éprouvette et la qualité d'adhérence de la ou des pièces d'étalonnage qui ont subi la même étape de revêtement et on peut donc caractériser la qualité d'adhérence de revêtement sur un lot de pièces sans avoir à réaliser des mesures sur chacune de ces pièces. Ceci permet de déterminer la valeur V_{lim} , visible sur le logigramme de la figure 4, qui est utilisée pour attribuer les valeurs V1 ou V2 de qualité d'adhérence en fonction de S_n .

15

20

A chaque fois que l'on met en œuvre le procédé de l'invention, on utilise une éprouvette témoin 1 et lorsque applicable une éprouvette d'étalonnage, ces éprouvettes ayant un même type standardisé prédéterminé. De plus le matériau de revêtement est préférentiellement le même pour les pièces du lot que pour les éprouvettes témoins et d'étalonnage. Une éprouvette standardisée, qu'elle soit témoin ou d'étalonnage, est une éprouvette ayant une nature de matériau et des dimensions prédéterminées.

25

30

Si l'on applique sur des éprouvettes standardisées un revêtement selon un protocole

35

d'application constant on constatera que la qualité d'adhérence du revêtement sur ces éprouvettes standardisées est sensiblement constante. Ainsi l'usage d'éprouvettes standardisées permet de réduire le risque d'avoir des erreurs d'évaluations de qualité d'adhérence du revêtement. De telles éprouvettes sont connues sous le terme d'éprouvettes Almen.

Préférentiellement on mesure la qualité d'adhérence du revêtement sur ladite au moins une pièce d'étalonnage à l'aide :

- d'un protocole de teste de résistance à l'usure du revêtement et/ou ;

- d'un protocole d'inspection radiographique de la pièce d'étalonnage et/ou

- d'un protocole d'inspection par résonance magnétique ; et/ou

- d'un protocole d'inspection par courants de Foucault.

De telles mesures à l'aide de ce ou ces protocoles permettent de caractériser la qualité d'adhérence de revêtement sur une pièce d'étalonnage et ainsi associer cette qualité avec la caractéristique d'adhérence observée sur l'éprouvette d'étalonnage. Ainsi on détermine un lien entre une qualité d'adhérence observée sur une éprouvette d'étalonnage et une pièce d'étalonnage et par conséquent on peut déduire le lien entre la qualité d'adhérence observée sur des éprouvettes témoins et la qualité d'adhérence supposée sur les pièces du lot.

L'invention n'est pas limitée aux exemples décrits précédemment et peut comporter d'autres modes de réalisation non décrits.

En particulier, l'invention comprend également des modes où le lot de pièces ne comporterait qu'une seule pièce, ou encore des modes où plusieurs éprouvettes

témoins seraient placées à différents endroits du lot de pièces lors de l'application du matériau 3. Ce dernier mode permet d'avoir une évaluation de la qualité d'adhérence de revêtement en plusieurs endroits du lot de

5 pièce. On peut dès lors apprécier la qualité de recouvrement des pièces en fonction de leurs positions par rapport aux éprouvettes témoins et en fonction des qualités d'adhérence évaluées avec chacune de ces éprouvettes.

REVENDICATIONS

1. Procédé de caractérisation de la qualité d'adhérence d'un matériau de revêtement (3) recouvrant des pièces (4) d'un lot de pièces, dans lequel :

- à l'aide de moyens d'application du matériau de revêtement (5), on applique ledit matériau de revêtement (3) sur les pièces (4) du lot de pièces et sur au moins une partie d'une éprouvette témoin (1) ;

- à l'aide d'un banc d'essai (6), on applique sur cette éprouvette témoin (1) ainsi revêtue du matériau de revêtement (3), au moins un effort (F) de déformation par flexion de l'éprouvette au moins jusqu'à obtenir une déformation plastique de l'éprouvette témoin (1) ; puis

- à l'aide de mesures de caractéristiques (S_i , S_1 , S_2) représentatives du décollement du revêtement (7) sur l'éprouvette témoin (1) déformée plastiquement, on détermine une valeur (S_n) représentative du décollement du revêtement (7) sur cette éprouvette témoin (1) ; puis

- on associe à chaque pièce (4) du lot une valeur de qualité d'adhérence (V_1 , V_2) du matériau de revêtement déterminée en fonction de ladite valeur (S_n) représentative du décollement du revêtement (7) sur l'éprouvette témoin déformée plastiquement.

2) Procédé de caractérisation selon la revendication 1, dans lequel les pièces (4) du lot et l'éprouvette témoin (1) sont constituées à l'aide d'un même matériau substrat (Sub).

3) Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel la valeur (S_n) représentative du décollement du revêtement (7) sur l'éprouvette témoin (1) est une surface (S_n) mesurée de décollement de revêtement (7).

4) Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel la valeur (V_1 ,

V2) de qualité d'adhérence du matériau de revêtement associée aux pièces (4) du lot est déterminée à l'aide de règles d'attributions de valeurs prédéterminées (R), pour obtenir ces règles d'attribution (R) de valeurs (V1, V2) prédéterminées :

- on forme plusieurs ensembles d'étalonnage comprenant chacun au moins une pièce d'étalonnage et au moins une éprouvette d'étalonnage ;

- on revêt chaque ensemble d'étalonnage à l'aide du matériau de revêtement (3) en utilisant pour chaque ensemble d'étalonnage donné des conditions particulières d'application du matériau de revêtement (3) ; puis

- pour chaque ensemble d'étalonnage donné ainsi revêtu, on mesure la qualité d'adhérence du revêtement sur ladite au moins une pièce d'étalonnage et sur ladite au moins une éprouvette d'étalonnage revêtue puis déformée plastiquement et on mémorise une relation entre une valeur représentative du décollement du revêtement sur sa dite éprouvette d'étalonnage déformée plastiquement et une valeur de qualité d'adhérence du matériau de revêtement (3) sur ladite au moins une pièce d'étalonnage.

5) Procédé selon la revendication 4, dans lequel on mesure la qualité d'adhérence du revêtement (7) sur ladite au moins une pièce d'étalonnage à l'aide :

- d'un protocole de teste de résistance à l'usure du revêtement et/ou ;

- d'un protocole d'inspection radiographique de la pièce d'étalonnage et/ou

- d'un protocole d'inspection par résonance magnétique ; et/ou

- d'un protocole d'inspection par courants de Foucault.

6) Procédé selon l'une quelconque des revendications 4 ou 5, dans lequel la qualité d'adhérence

du revêtement (7) sur ladite au moins une éprouvette d'étalonnage est déterminée à l'aide d'au moins une mesure de surface représentative (S_i , S_1 , S_2) de la surface de décollement du revêtement (7) de l'éprouvette

5

7) Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel ledit au moins effort de déformation (F) appliqué sur l'éprouvette témoin est appliqué en suivant un protocole d'application d'effort prédéterminé.

10

8) Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes combinée aux revendications 4 et 7, dans lequel chaque au moins une éprouvette d'étalonnage revêtue et déformée plastiquement est déformée en suivant ledit protocole d'application d'effort prédéterminé.

15

9) Procédé selon l'une au moins des revendications 7 ou 8, dans lequel le protocole d'application d'effort consiste à placer l'éprouvette (1) devant être déformée entre deux points d'appuis (A, B) dudit banc d'essai (6), ces points d'appuis étant éloignés l'un de l'autre et à appliquer ledit effort de déformation (F) de l'éprouvette entre les deux points d'appuis (A, B) de manière à fléchir l'éprouvette (1) vers un premier sens de fléchissement propre à l'éprouvette, entre lesdits points d'appuis du banc d'essai (6), l'effort de déformation (F) étant appliqué :

20

25

- jusqu'à ce que l'éprouvette (1) soit fléchie d'une distance de flèche minimale prédéterminée (f_1) ; ou alternativement

30

- jusqu'à ce que l'effort de déformation (F) atteigne une intensité prédéterminée ; et/ou

- jusqu'à ce que l'éprouvette (1) se rompe sous l'effet de l'effort de déformation (F).

35

10) Procédé selon la revendication 9, dans lequel

chaque éprouvette (1) devant être déformée à l'aide dudit banc d'essai (6) a une forme parallélépipède rectangle et comporte des première et seconde faces principales (1a, 1b) opposées, au moins ladite première de ces faces principales étant revêtue avec ledit matériau (3) de revêtement, le premier sens de fléchissement propre à l'éprouvette (1) étant orienté de la première vers la seconde face (1a, 1b) et en ce que préalablement à l'application dudit effort de déformation (F) permettant de déformer plastiquement l'éprouvette (1), on applique sur l'éprouvette (1) au moins un effort d'affaiblissement orienté de manière à fléchir l'éprouvette (1) vers un second sens de fléchissement propre à l'éprouvette et orienté de la seconde face (1b) vers la première face (1a) de l'éprouvette (1).

11) Procédé de caractérisation de la qualité d'adhérence d'un matériau de revêtement (3) d'une éprouvette témoin (1), consistant à :

- prendre une éprouvette témoin (1) de forme parallélépipède rectangle comportant des première et seconde faces principales (1a, 1b) opposées, au moins ladite première de ces faces principales étant revêtue avec ledit matériau (3) de revêtement (3), puis à

- placer cette éprouvette témoin (1) entre deux points d'appuis (A, B) d'un banc d'essai (6), ces points d'appuis étant éloignés l'un de l'autre ; puis à

- appliquer sur l'éprouvette (1) au moins un effort d'affaiblissement de la liaison entre le revêtement et l'éprouvette, cet effort d'affaiblissement étant orienté de manière à fléchir l'éprouvette (1) vers un sens de fléchissement propre à l'éprouvette et orienté de la seconde face (1b) vers la première face (1a) de l'éprouvette (1) ; puis à

- appliquer un effort de déformation (F) par flexion de l'éprouvette entre les deux points d'appuis

(A, B) de manière à fléchir l'éprouvette (1) vers un autre sens de fléchissement propre à l'éprouvette orienté de la première vers la seconde face (1a, 1b) ; puis

- 5 - à l'aide de mesures de caractéristiques (S_i , S_1 , S_2) représentatives du décollement du revêtement (7) sur l'éprouvette témoin (1) déformée plastiquement, on détermine une valeur (S_n) représentative du décollement du revêtement (7) sur cette éprouvette témoin (1).

1/2

Fig1

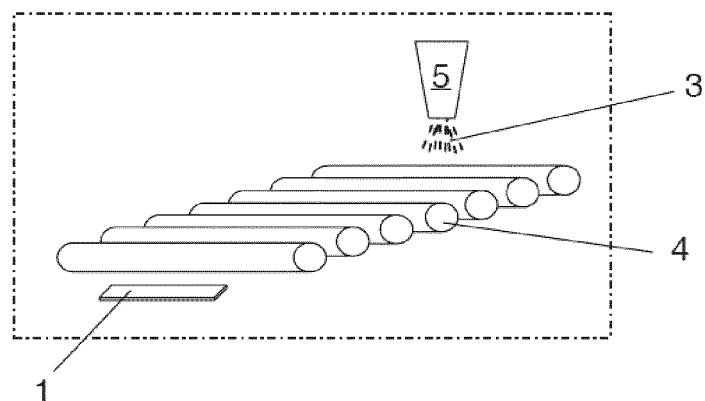


Fig2

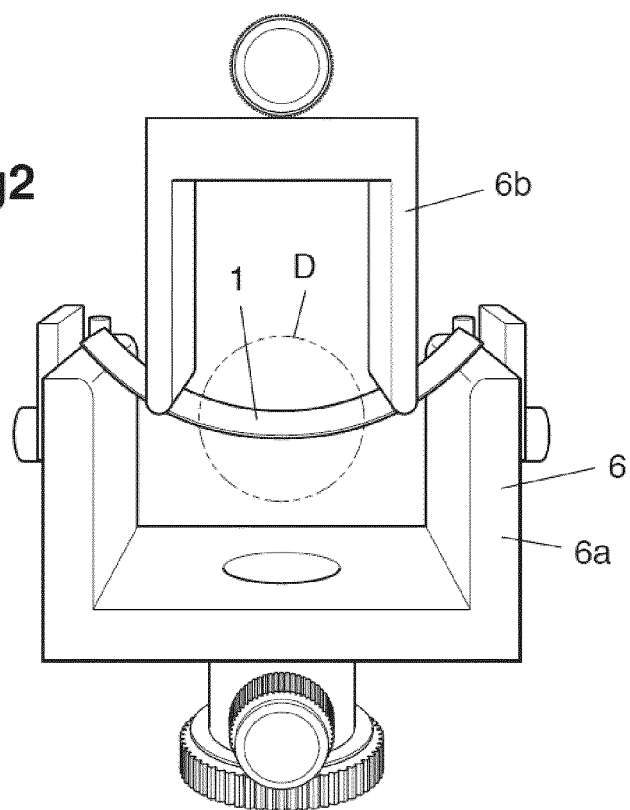
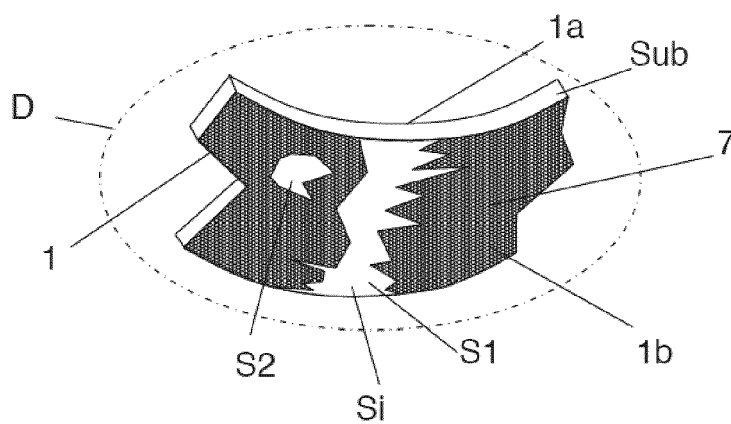
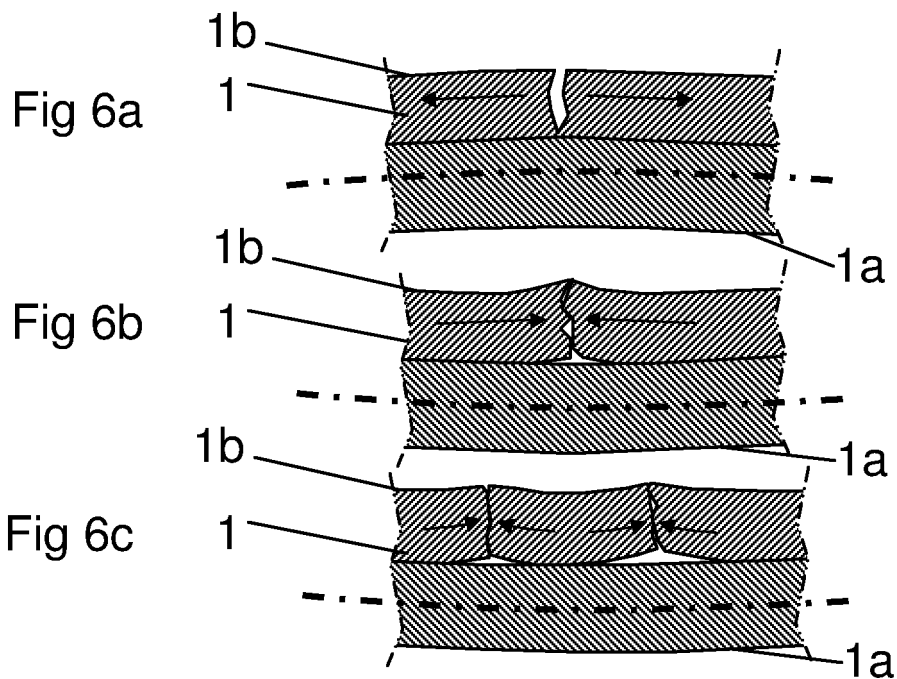
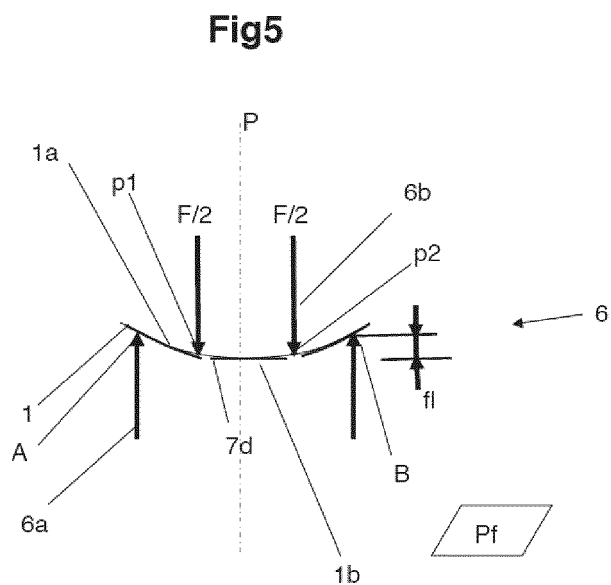
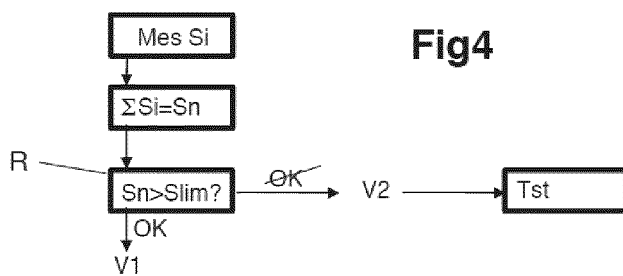


Fig3



2/2





**RAPPORT DE RECHERCHE
PRÉLIMINAIRE**

N° d'enregistrement national

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

FA 757535
FR 1160105

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
A	ZHAO P F ET AL: "Fracture toughness measurements of plasma-sprayed thermal barrier coatings using a modified four-point bending method", SURFACE AND COATINGS TECHNOLOGY, ELSEVIER, AMSTERDAM, NL, vol. 204, no. 24, 15 septembre 2010 (2010-09-15), pages 4066-4074, XP027113388, ISSN: 0257-8972 [extrait le 2010-05-24] * abrégé * * figures 1,2,3,4,5,6 * * page 4067, colonne 1, ligne 6 - page 4069, colonne 1, ligne 10 * -----	1-11	
A	YAMAZAKI Y ET AL: "The determination of the delamination resistance in thermal barrier coating system by four-point bending tests", SURFACE AND COATINGS TECHNOLOGY, ELSEVIER, AMSTERDAM, NL, vol. 201, no. 3-4, 5 octobre 2006 (2006-10-05), pages 744-754, XP024996045, ISSN: 0257-8972, DOI: 10.1016/J.SURFCOAT.2005.12.023 [extrait le 2006-10-05] * abrégé * * figures 2,15,16 * * tableau 2 * * page 744, colonne 1, ligne 1 - colonne 2, ligne 7 * * page 745, colonne 2, ligne 8 - page 746, colonne 2, ligne 9 * * page 752, colonne 1, ligne 4 - colonne 2, ligne 7 * ----- -/--	1-11	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
20 avril 2012		Ruchaud, Nicolas	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS		T : théorie ou principe à la base de l'invention	
X : particulièrement pertinent à lui seul		E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure.	
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie		D : cité dans la demande	
A : arrière-plan technologique		L : cité pour d'autres raisons	
O : divulgation non-écrite		
P : document intercalaire		& : membre de la même famille, document correspondant	

2
EPO FORM 1503 12.99 (P04C14)



**RAPPORT DE RECHERCHE
PRÉLIMINAIRE**

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

N° d'enregistrement
national

FA 757535
FR 1160105

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
A	US 5 188 678 A (SEKHAR JAINAGESH A [US] ET AL) 23 février 1993 (1993-02-23) * abrégé * * figures 1,8 * * colonne 7, ligne 38 - colonne 8, ligne 17 * * colonne 8, ligne 43 - ligne 47 * -----	1-11	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
A	GLEDHILL H C ET AL: "In vitro fatigue behaviour of vacuum plasma and detonation gun sprayed hydroxyapatite coatings", BIOMATERIALS, ELSEVIER SCIENCE PUBLISHERS BV., BARKING, GB, vol. 22, no. 11, 1 juin 2001 (2001-06-01), pages 1233-1240, XP004238835, ISSN: 0142-9612, DOI: 10.1016/S0142-9612(00)00273-8 * abrégé * * figures 1,2,3,4,5,6 * * page 1234, colonne 1, ligne 20 - page 1237, colonne 1, ligne 16 * -----	1-11	
A	OKAZAKI M ET AL: "Mechanisms and mechanics of early growth of debonding crack in an APSed Ni-base superalloy TBCs under cyclic load", INTERNATIONAL JOURNAL OF FATIGUE, BUTTERWORTH SCIENTIFIC LTD, GUILDFORD, GB, vol. 27, no. 10-12, 1 octobre 2005 (2005-10-01), pages 1613-1622, XP025279733, ISSN: 0142-1123, DOI: 10.1016/J.IJFATIGUE.2005.06.032 [extrait le 2005-10-01] * abrégé * * figure 5 * * page 1617, colonne 1, ligne 6 - colonne 2, ligne 44 * ----- -/--	1-11	
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
20 avril 2012		Ruchaud, Nicolas	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire			



**RAPPORT DE RECHERCHE
PRÉLIMINAIRE**

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

N° d'enregistrement
national

FA 757535
FR 1160105

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, des parties pertinentes		
A	<p>S. BEYER ET AL: "Improvement of the Adherence of Thermal Barrier Coatings for Rocket Combustion Chambers", ADVANCED ENGINEERING MATERIALS, vol. 7, no. 1-2, 1 février 2005 (2005-02-01), pages 54-58, XP55024319, ISSN: 1438-1656, DOI: 10.1002/adem.200400143 * abrégé * * figure 4 * * page 58, colonne 1, ligne 27 - ligne 45 *</p> <p style="text-align: center;">-----</p>	1-11	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
		Date d'achèvement de la recherche	Examineur
		20 avril 2012	Ruchaud, Nicolas
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS		T : théorie ou principe à la base de l'invention	
X : particulièrement pertinent à lui seul		E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure.	
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie		D : cité dans la demande	
A : arrière-plan technologique		L : cité pour d'autres raisons	
O : divulgation non-écrite		
P : document intercalaire		& : membre de la même famille, document correspondant	

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 1160105 FA 757535**

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.

Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du **20-04-2012**

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

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 5188678	A	23-02-1993	AUCUN
