

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

①1 N° de publication : **2 636 621**
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

②1 N° d'enregistrement national : **89 12339**

⑤1 Int Cl⁸ : C 04 B 37/02; C 22 C 5/06.

⑫

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 20 septembre 1989.

③0 Priorité : JP, 21 septembre 1988, n° S63-237434 et 22 août 1989.

④3 Date de la mise à disposition du public de la demande : BOPI « Brevets » n° 12 du 23 mars 1990.

⑥0 Références à d'autres documents nationaux apparentés :

⑦1 Demandeur(s) : NGK SPARK PLUG CO., LTD. — JP.

⑦2 Inventeur(s) : Masaya Ito ; Katsumi Miyama.

⑦3 Titulaire(s) :

⑦4 Mandataire(s) : Cabinet Regimbeau, Martin, Schrimpf, Warcoin et Ahner.

⑤4 Assemblage de céramique et de métal, ainsi que son procédé d'obtention.

⑤7 Un assemblage de céramique et de métal est caractérisé par une céramique et un métal réunis par un moyen thermique par l'intermédiaire d'une couche intermédiaire. La couche intermédiaire est composée de 20-70 % en poids d'argent, 1-20 % en poids de palladium, 10-60 % en poids de nickel et 1-10 % en poids de titane. L'assemblage de céramique et de métal a une force d'assemblage suffisante tant à la température normale qu'à température élevée car l'assemblage de céramique et de métal ne souffre que de peu de détérioration même à haute température. Etant donné que l'assemblage de céramique et de métal a les caractéristiques de la céramique, comme la résistance à la chaleur, à la corrosion et à l'usure, il peut être utilisé pour une structure fonctionnant à une température élevée comme un moteur de turbine à gaz, un rotor à suralimentation, un piston, une soupape d'aspiration et une soupape d'échappement.

FR 2 636 621 - A1

D

La présente invention concerne une céramique et un métal réunis ayant une résistance élevée.

Un procédé connu pour réunir la céramique et le métal est l'activation métallique, dans laquelle on insère de la soudure entre la céramique et le métal, on chauffe, puis on fait fondre pour réunir la céramique et le métal. Un alliage contenant du métal activé, comme un alliage argent-cuivre-titane (appelé alliage Ag-Cu-Ti) ou un alliage argent-cuivre-nickel-titane (alliage Ag-Cu-Ni-Ti) est largement utilisé comme soudure. La soudure peut facilement réunir la céramique et le métal dans un intervalle de températures faible compris entre 800°C et 900°C avec une résistance d'assemblage élevée.

Pour une autre activation métallique, la demande de brevet japonais publiée soumise à l'Inspection Publique N° 35-1216 et la demande de brevet japonais publiée non soumise à l'Inspection Publique N° 61-127674 décrivent une céramique et un métal réunis par un élément de soudure intermédiaire qui

est une combinaison de titane (Ti) et d'un élément métallique eutectique comme un alliage nickel-titane (Ni-Ti), un alliage nickel-cuivre-titane (Ni-Cu-Ti) ou un alliage cuivre-titane (Cu-Ti).

5 L'élément de soudure intermédiaire doit renforcer l'assemblage de la céramique et du métal, mais dans l'alliage Ag-Cu-Ti et l'alliage Ag-Cu-Ni-Ti, le point eutectique de l'alliage Ag-Cu est d'à peine 780°C, et Cu est sélectivement oxydé. Par
10 conséquent, un tel élément de soudure intermédiaire ne peut assurer une résistance d'assemblage adéquate à température élevée.

L'alliage Ni-Ti, l'alliage Ni-Cu-Ti et l'alliage Cu-Ti ont presque la même résistance
15 d'assemblage à température élevée comme à faible température mais ont une résistance d'assemblage inférieure à celle de l'alliage Ag-Cu étant donné leur faible mouillabilité. Par conséquent, les alliages Ni-Ti, Ni-Cu-Ti et Cu-Ti sont non fiables, nécessitent une période de longue durée pour le traitement
20 thermique et sont coûteux à préparer.

L'invention a pour objet de fournir une céramique et un métal réunis ayant une haute fiabilité même à haute température en perfectionnant un élément d'alliage de soudure utilisée pour le procédé
25 d'activation métallique facile à réaliser.

Cet objet est atteint par la réunion d'une céramique et d'un métal. La céramique et le métal sont thermiquement réunis par une couche intermédiaire.
30 Après réunion de la céramique et du métal, la couche intermédiaire est composée de 20-70% en poids d'argent (Ag), 1-20% en poids de palladium (Pd), 10-60% de nickel (Ni), et 1-10% de titane (Ti).

Ag augmente la fluidité, la mouillabilité, et la résistance d'assemblage de la couche intermédiaire. Lorsque la teneur est inférieure à 20% en poids, Ag ne produit pas suffisamment un tel effet.
5 Lorsque sa teneur excède 70% en poids, cependant, la résistance à la chaleur de la couche intermédiaire se détériore.

Pd élève le point de fusion de la couche intermédiaire et diminue la pression de vapeur globale.
10 Ainsi, Pd accroît la résistance à la chaleur, la fiabilité et la mouillabilité de la couche intermédiaire et empêche le métal réuni à la céramique de se fragiliser. Lorsque la teneur en Pd est comprise entre 2 et 10% en poids, Pd produit cet effet,
15 augmentant ainsi la résistance d'assemblage. Lorsque la teneur est inférieure à 1% en poids, Pd produit un effet insuffisant. Lorsque la teneur excède 20% en poids, la fluidité de la couche intermédiaire baisse, tandis que la céramique et le métal sont
20 réunis par la couche intermédiaire, affectant ainsi négativement la mouillabilité de la couche intermédiaire.

Ni accroît la résistance à la chaleur de la couche intermédiaire. Lorsque la teneur en Ni est
25 comprise entre 20 et 50% en poids, Ni maximise la résistance à la chaleur, et la résistance d'assemblage à haute température est accrue. Lorsque la teneur est inférieure à 10% en poids, Ni produit un effet insuffisant. Lorsque la teneur excède 60% en
30 poids, la fluidité de la couche intermédiaire baisse tandis que la couche intermédiaire réunit la céramique et le métal. La mouillabilité de la couche inter-

médiaire est ainsi négativement affectée.

5 Ti augmente la mouillabilité et la résistance d'assemblage de la couche intermédiaire. Lorsque la teneur en Ti est comprise entre 1,5 et 5% en poids, Ti maximise son effet et renforce l'assemblage avec la céramique. Cet effet devient insuffisant lorsque la teneur est inférieure à 1% en poids. Lorsque la teneur excède 10% en poids, la résistance d'assemblage diminue.

10 Lorsque la couche intermédiaire contient Cu, Cu augmente la fluidité et la mouillabilité de la couche intermédiaire, et augmente la résistance d'assemblage de la couche intermédiaire sur la céramique. L'addition de Cu abaisse la température
15 de soudage, diminue les tensions résiduelles produites dans la céramique pendant le refroidissement et permet au concepteur le choix de divers métaux à assembler. Lorsque la teneur en Cu excède 10% en poids, la résistance à la chaleur et à
20 l'oxydation de la couche intermédiaire baisse. La teneur doit être égale ou inférieure à 10% en poids.

 Comme on le voit dans la figure 5, cette couche intermédiaire peut être utilisée pour un
25 rotor à suralimentation. Un arbre céramique 27a d'une roue de turbine céramique 27 engage un tourillon métallique 29 par l'intermédiaire de la couche intermédiaire de l'invention comprenant deux plaques de Ni 31 et une plaque de tungstène (W) 33.
30 Un manchon métallique 35 est situé autour de la couche intermédiaire. Le rotor à suralimentation peut

ainsi résister à la chaleur et se révéler durable.

On peut préparer cette couche intermédiaire par des procédés connus comme suit :

- 5 1. Insérer un alliage ayant une composition fixe entre la céramique et le métal, chauffer et faire fondre pour les assembler ;
- 10 2. Mettre une feuille d'une substance fixe sur une surface d'assemblage, ou galvaniser, faire évaporer ou revêtir la surface avec la substance fixe, puis insérer l'alliage contenant la substance sauf la substance fixe entre la céramique et le métal, chauffer et faire fondre pour éluer la substance fixe dans le métal ;
- 15 3. Utiliser le métal contenant la substance fixe et éluer la substance fixe dans l'alliage fondu de la même manière qu'en (2) ;
- 20 4. Après assemblage, diffuser thermiquement la substance fixe dans l'alliage de phase solide, ou mieux d'une élution ;
- 25 5. Mélanger les métaux en poudre pour préparer une pâte et appliquer la pâte sur la face d'extrémité d'assemblage de la céramique ou du métal ; ou
6. Combiner les procédés (1) à (5) ci-dessus.
- 25 On peut utiliser d'autres procédés que ceux qui sont spécifiés ci-dessus. Cependant, après préparation de la couche intermédiaire, elle doit avoir la composition de l'invention.
- 30 On peut déterminer la composition de la couche intermédiaire préparée par élution ou diffusion thermique, par exemple, en utilisant un micro-

analyseur aux rayons X (XMA), un microanalyseur à sonde électronique (EPMA) ou une analyse aux rayons X de type à dispersion d'énergie (EDX).

La couche intermédiaire peut assembler une
5 céramique oxyde comme l'alumine, la zircone, et l'oxyde de titane, et elle peut également réunir une céramique non oxyde comme le nitrure de silicium, le syalon, et le carbure de silicium.

La couche intermédiaire peut réunir le fer
10 (Fe), l'acier au carbone, le nickel, et d'autres métaux. Cependant, le métal a un coefficient de dilatation thermique différent de celui de la céramique, et une tension thermique résiduelle est produite dans la céramique lorsque le métal s'as-
15 semble avec la céramique. Par conséquent, Ni, l'alliage fer-nickel (Fe-Ni), et l'alliage fer-nickel-cobalt (Fe-Ni-Co) sont souhaitables. L'alliage Fe-Ni et l'alliage Fe-Ni-Co comprennent l'alliage 42, le kovar, l'invar, le superinvar et l'incoloy.

20 Comme on le voit dans la figure 6, après que la couche intermédiaire assemble un corps fritté de Si_3N_4 1 et une plaque de Ni 3, la couche intermédiaire comprend les couches L1 à L5. Les couches L1 à L5 sont formées selon la configuration, struc-
25 ture et composition qu'avait la couche intermédiaire avant de s'assembler au corps fritté de Si_3N_4 1 et la plaque de Ni 3, et conformes à la configuration, structure et composition du corps fritté de Si_3N_4 1 et de la plaque de Ni 3. La composition de
30 la couche intermédiaire est spécifiée en faisant la moyenne de la composition des couches L1 à L5.

La figure 1 est une vue partielle en coupe d'un premier mode de réalisation présentant une application de l'invention.

5 Les figures 2A à 2F sont des vues en coupe partielles présentant diverses couches intermédiaires du premier mode de réalisation.

La figure 3 est un diagramme d'un test de pliage en quatre points effectué sur le mode de réalisation de l'invention.

10 La figure 4 est une vue en coupe partielle d'un second mode de réalisation.

La figure 5 est une vue en coupe partielle d'un rotor à suralimentation ayant la structure de l'invention.

15 La figure 6 est une vue en coupe présentant une couche intermédiaire qui a assemblé une céramique et un métal.

La figure 7 est une photographie d'image électronique secondaire de la composition métallique de la couche intermédiaire.

20 La figure 8 est une vue agrandie de la figure 7.

Les figures 9 à 13 sont des photographies d'images aux rayons X caractéristiques présentant la répartition de Ag, Ni, Ti, Pd et Cu dans la couche intermédiaire, respectivement.

25 La figure 14 est une photographie d'image électronique secondaire de la composition métallique de la couche intermédiaire.

30 La figure 15 est une vue agrandie de la figure 14.

Les figures 16 à 20 sont des photographies d'images aux

rayons X caractéristiques montrant la répartition de Ag, Ni, Ti, Pd et Cu dans la couche intermédiaire, respectivement.

MODE DE REALISATION 1

5 Comme on le voit dans la figure 1, les éléments intermédiaires 7 sont insérés, respectivement, entre un corps de Si_3N_4 1 et une plaque de Ni 3, et entre la plaque de Ni 3 et un corps de Si_3N_4 5. Les corps de Si_3N_4 1 et 5, qui sont des corps de nitrure de silicium frittés en utilisant du gaz sous pression, ont 8 mm de diamètre
10 et 20 mm de longueur. La plaque de Ni 3 a 8 mm de diamètre et 0,25mm d'épaisseur. On chauffe la couche intermédiaire 7, les corps frittés de Si_3N_4 1 et 5 et la plaque de Ni 3 afin de les assembler sous un vide
15 de 10^{-4} torr à 10^{-5} torr, selon les conditions d'assemblage du tableau 1.

Les couches intermédiaires 7 ont les types de structures d'assemblage suivants :

(1) comme on le voit dans la figure 2A, la
20 combinaison d'une feuille métallique 9 et d'une soudure 11 ;

(2) comme on le voit dans la figure 2B un alliage 13 préparé par fusion avec une composition fixe ;

25 (3) une couche métallique 15 comprenant des substances fixes, formée à la surface du corps fritté de Si_3N_4 1 ou de la plaque de Ni 3 et combinée avec l'élément intermédiaire 7 de type (1) ou (2), spécifiquement la couche métallique 15 formée sur
30 le corps fritté de Si_3N_4 1 et (1) comme élément intermédiaire 7 comme on le voit dans la figure 2C, la couche métallique 15 formée sur le corps fritté

de Si_3N_4 1 et (2) comme élément intermédiaire 7 comme on le voit dans la figure 2D, la couche métallique 15 formée sur la plaque de Ni3 et (1) comme élément intermédiaire 7 comme on le voit dans la figure 2E, ou la couche métallique 15 formée sur la plaque de Ni3 et (2) comme élément intermédiaire 7 comme on le voit dans la figure 2F ; et

(4) on applique une diffusion thermique sous vide à la couche intermédiaire ayant l'un ou l'autre des types d'assemblage (1) à (3).

On peut mesurer la résistance d'assemblage du corps assemblé comme on le voit dans la figure 3. On découpe une pièce de test de flexion de 4 mm de largeur, 3 mm d'épaisseur et 40 mm de longueur dans l'assemblage de céramique et de métal. La distance entre les supports supérieurs est de 10 mm et la distance entre les supports inférieurs est de 30 mm, avec centrage sur une couche intermédiaire d'assemblage 19. On effectue un test de pliage en quatre points sur la pièce expérimentale avec une vitesse de charge de 0,5 mm/minute à la température ambiante comme à 400°C. On mesure la force de rupture de trois pièces expérimentales et on en fait la moyenne comme on le voit au tableau 2.

Afin de déterminer la composition de la couche intermédiaire d'assemblage, après mesure des forces de rupture, on coupe la pièce expérimentale perpendiculairement à la surface d'assemblage. On choisit au hasard cinq points dans cette couche intermédiaire et on les analyse en utilisant la XMA. Le Ni composant la couche intermédiaire contient des substances éluées provenant de la plaque de Ni 3. La composition de la couche intermédiaire est présentée au tableau 1.

Echantillon N°	Composition de la couche intermédiaire (% pond.)					Conditions d'assemblage		
	Ag	Cu	Pd	Ni	Ti	Conditions chauffage	Type d'alliage	Notes : les chiffres après les symboles d'éléments se réfèrent aux pourcentages pondéraux
1	64	--	1	30	5	1080°C-15MIN.	(2)	Composition avant fusion: Ag72-Pd2-Ni18-Ti8
2	45	--	20	30	5	comme ci-dessus	(2)	Composition avant fusion: Ag52-Pd24-Ni18-Ti8
3	67	--	5	23	5	1060°C-15MIN.	(1)	feuille de Ti de 5 microns d'épaisseur, soudure d'Ag-Pd 50 microns d'épaisseur.
4	40	--	20	39	1	1040°C-5MIN.	(4)	On applique une diffusion thermique à 850°C pendant 30 minutes à l'assemblage (1) (Ti 1,5 microns épaisseur/soudure Ag/Pd 50 microns épaisseur).
5	68	--	10	12	10	1060°C-5MIN.	(1)	feuille de Ti 10 microns d'épaisseur, soudure Ag-Pd 50 microns d'épaisseur
6	21	8	8	58	5	1100°C-30MIN.	(2)	Composition avant fusion: Ag60-Pd10-Ni15-Ti5-Cu10
7	45	10	10	30	5	1080°C-20MIN.	(1)	feuille de Ti 5 microns d'épaisseur, Ag-Pd-Cu 50 microns d'épaisseur.
8	57	4	6	29,5	3,5	970°C-15MIN.	(1)	feuille de Ti 5 microns d'épaisseur, Ag-Pd-Cu 50 microns d'épaisseur.
9	46	0,5	19	27	7,5	1080°C-10MIN.	(3)	Revêtement de Ni électroless sur céramique avant assemblage (2)
10	32,5	--	10	50	7,5	1040°C-10MIN.	(1)	feuille de Ti 5 microns d'épaisseur, soudure Ag-Pd 50 microns d'épaisseur.
11	48	--	6,5	30	7,5	1080°C-30MIN.	(2)	Composition avant fusion: Ag91-Pd5-Ti4
12	50	2	5	40	3	1080°C-15MIN.	(4)	On applique une diffusion thermique à 850°C pendant 30 minutes à l'assemblage (2)
1	--	--	--	70	30	1150°C-30MIN.	---	feuille de Ti 5 microns d'épaisseur
2	63	25	--	10	2	900°C-15MIN.	(1)	feuille de Ti 5 microns d'épaisseur, soudure Ag-Cu 50 microns d'épaisseur.
3	29	--	28	42	1	1060°C-15MIN.	(4)	On applique une diffusion thermique à 850°C pendant 1 heure à l'assemblage (2)
4	75	--	16	4	5	1020°C-5MIN.	(2)	Composition avant fusion: Ag75-Pd20-Ti5
5	60	--	0,5	28,5	11	1040°C-15MIN.	(2)	Composition avant fusion: Ag71-Ni2-Ni12-Ti15
6	50	--	31	18,5	0,5	1080°C-20MIN.	(3)	On applique un revêtement de Pd électroless sur Ni avant l'assemblage d'une feuille de Ti de 1,5 microns d'épaisseur + soudure Ag-Pd
7	40	42	9	6	3	1040°C-5MIN.	(1)	feuille de Ti de 5 microns d'épaisseur, Cu 20 microns d'épaisseur, soudure Ag-Pd-Cu 50 microns d'épaisseur.
8	17	4	6	63	10	1100°C-30MIN.	(1)	feuille de Ti 20 microns d'épaisseur, soudure Ag-Pd-Cu 50 microns d'épaisseur

DONNÉES COMPARATIVES

TABLEAU 2

Echan- tillon N°	Température ambiante		400°C	
	Force (kg/mm ²)	Position de cassure	Force (kg/mm ²)	Position de cassure
1	39	C, C/S	26	C, C/S
2	38	comme ci-dessus	30	comme ci-dessus
3	42	comme ci-dessus	30	comme ci-dessus
4	36	comme ci-dessus	29	comme ci-dessus
5	37	comme ci-dessus	26	comme ci-dessus
6	40	comme ci-dessus	31	comme ci-dessus
7	41	comme ci-dessus	30	comme ci-dessus
8	44	comme ci-dessus	32	comme ci-dessus
9	38	comme ci-dessus	28	comme ci-dessus
10	43	comme ci-dessus	35	comme ci-dessus
11	42	comme ci-dessus	34	comme ci-dessus
12	40	comme ci-dessus	29	comme ci-dessus
1	17	C/S	16	C/S
2	41	C, C/S	22	comme ci-dessus
3	21	comme ci-dessus	12	comme ci-dessus
4	36	comme ci-dessus	17	comme ci-dessus
5	20	comme ci-dessus	10	comme ci-dessus
6	22	comme ci-dessus	11	comme ci-dessus
7	28	comme ci-dessus	10	comme ci-dessus
8	27	comme ci-dessus	14	comme ci-dessus

NOTES

C : céramique

C/S : interface de céramique et de couche intermédiaire

Comme on le voit au tableau 2, l'assemblage de céramique et de métal du présent mode de réalisation a une force d'assemblage suffisante à la température ambiante comme à température élevée.

5 L'interface entre la céramique et la couche intermédiaire est partiellement brisé à 400°C, mais des craquelures se trouvent surtout dans la céramique. L'assemblage de céramique et de métal du présent mode de réalisation présente une fiabilité élevée. D'un
10 autre côté, l'assemblage de céramique et de métal donné comme élément de comparaison présente une résistance insuffisante à haute température ainsi que des craquelures à l'interface entre la céramique et la couche intermédiaire. L'assemblage de cérami-
15 que et de métal des données comparatives présente une fiabilité moindre que celui du présent mode de réalisation.

Lorsque le corps fritté de Si_3N_4 1 s'assemble à la plaque de Ni 3 par l'intermédiaire de l'élé-
20 ment intermédiaire 7 comprenant la feuille métallique 9 et la soudure 11 comme on le voit dans la figure 2A, une couche intermédiaire 2 a la section montrée dans la figure 6. La couche intermédiaire 2 se compose d'une couche riche en Ti, L1, d'une
25 couche riche en Ag, L2, d'une couche riche en Ni-Ti, L3, d'une couche riche en Ag, L4 et d'une couche riche en Ni, L5. Les couches L2 et L4 comprennent Pd, Ni et Ti et quelquefois Cu. La couche L3 comprend Pd et quelquefois Cu. La couche L5 comprend
30 le Ni élué.

MODE DE REALISATION 2

Comme on le voit dans la figure 4, de la même

manière que dans le premier mode de réalisation,
un corps fritté de Si_3N_4 101 s'assemble à une plaque
de Ni 103 par l'intermédiaire d'un élément inter-
médiaire 107. En même temps, la plaque de Ni 103
5 est assemblée avec un alliage de W 121, une plaque
de Ni 123 et un acier inoxydable 125 dans l'ordre
avec une soudure d'argent 111. L'alliage de W 121
contient une faible quantité de Fe et Ni comme
auxiliaires de frittage. L'alliage de W 121 a 8 mm
10 de diamètre et 2 mm d'épaisseur, la plaque de Ni
123 a 8 mm de diamètre et 0,25 mm d'épaisseur, et
l'acier inoxydable 125, avec une spécification de
SUS403 selon la norme industrielle japonaise (JIS)
a 8 mm de diamètre et 20 mm de longueur. La soudure
15 d'argent 111, que l'on trouve sur le marché, a une
spécification de BAg8 selon JIS et a 8 mm de diamètre
et 0,03 mm d'épaisseur.

On effectue le test de résistance sur le
second mode de réalisation de la même manière que
20 sur le premier. Les résultats expérimentaux sont
présentés au tableau 3. L'échantillon numéro 1 comme
donnée comparative au tableau 3 utilise une feuille
de Ti de 5 microns d'épaisseur au lieu de la
soudure d'argent.

TABLEAU 3

Echan- tillon N°	Température ambiante		400°C		
	Force (kg/mm ²)	Position de cassure	Force (kg/mm ²)	Position de cassure	
I MODE DE REALISATION	1	38	C	25	C, C/S
	2	38	comme ci-dessus	28	comme ci-dessus
	3	43	comme ci-dessus	31	comme ci-dessus
	4	35	comme ci-dessus	26	comme ci-dessus
	5	41	comme ci-dessus	27	comme ci-dessus
	6	39	comme ci-dessus	32	comme ci-dessus
	7	41	comme ci-dessus	30	comme ci-dessus
	8	44	comme ci-dessus	35	comme ci-dessus
	9	37	comme ci-dessus	26	comme ci-dessus
	10	42	comme ci-dessus	35	comme ci-dessus
	11	40	comme ci-dessus	34	comme ci-dessus
	12	40	comme ci-dessus	28	comme ci-dessus
II DONNEES COMPARATIVES	1	15	C/S	15	C/S
	2	40	C	21	comme ci-dessus
	3	20	C, C/S	10	comme ci-dessus
	4	34	comme ci-dessus	13	comme ci-dessus
	5	18	comme ci-dessus	8	comme ci-dessus
	6	20	comme ci-dessus	11	comme ci-dessus
	7	26	comme ci-dessus	10	comme ci-dessus
	8	25	comme ci-dessus	13	comme ci-dessus

NOTES

C : céramique

C/S : interface de céramique et de couche intermédiaire

Cette combinaison de métaux diminue la tension thermique dans la céramique. Le second mode de réalisation peut également être appliqué à l'assemblage de céramique et d'acier inoxydable qui a un coefficient d'expansion thermique différent de celui de la céramique.

De la même manière que le premier mode de réalisation, on analyse la composition de la couche intermédiaire et la répartition des éléments dans la couche intermédiaire en utilisant la XMA. Les résultats de l'analyse de l'échantillon numéro 8 pour le second mode de réalisation du tableau 3 sont présentés au tableau 4 et dans les figures 7 à 13. La photographie d'image électronique secondaire de la figure 7 montre le corps assemblé par l'intermédiaire de l'élément intermédiaire 107. Le tableau 4 montre les résultats de l'analyse des positions 1 à 5 délimitées par des rectangles dans la figure 7. La figure 8 est une vue agrandie de la figure 7, et les figures 9 à 13 présentent la répartition de Ag, Ni, Ti, Pd et Cu, respectivement.

TABLEAU 4

POSITION NO.	COMPOSITION (% pond.)				
	Ag	Cu	Pd	Ni	Ti
1	58,07	4,54	5,78	28,73	2,87
2	57,56	4,08	6,10	28,61	3,65
3	53,58	3,90	6,59	31,57	4,35
4	58,08	4,52	5,67	28,57	3,16
5	56,56	3,61	6,33	30,27	3,28
Moyenne	56,77	4,13	6,09	29,55	3,46

10 Le tableau 5 et les figures 14 à 20 montrent
 les résultats d'analyse de l'échantillon numéro 11
 pour le second mode de réalisation du tableau 3. La
 figure 14 montre la couche intermédiaire et la
 figure 15 montre une image agrandie de la figure 14.
 15 Le tableau 5 montre la composition des positions
 1 à 6 dans la figure 15. Comme la position numéro 7
 dans la figure 15 est dans la plaque de Ni 103, le
 tableau 5 l'exclut. Les figures 16 à 20 montrent la
 répartition de Ag, Ni, Ti, Pd et Cu, respectivement.

TABLEAU 5

POSITION NO.	COMPOSITION (% pond.)				
	Ag	Cu	Pd	Ni	Ti
1	92,55	0,26	5,85	0,61	0,73
2	5,73	0,58	10,19	64,73	18,77
3	92,74	0,05	6,59	0,33	0,60
4	4,55	0,18	9,92	67,16	18,19
5	1,29	0,46	3,32	89,95	4,97
6	91,69	0,03	5,77	1,97	0,53
Moyenne	48,09	0,26	6,89	37,46	7,30

10 Comme on le voit dans les tableaux 4 et 5,
 la couche intermédiaire a une composition non
 15 uniforme. Comme on le voit dans la figure 15, il
 convient d'analyser cinq positions ou plus dans
 la couche intermédiaire et d'en faire la moyenne
 pour obtenir la composition de la couche intermédiaire.
 Comme on le voit dans la figure 7, il convient
 d'analyser cinq positions parallèles ou plus dans la
 couche intermédiaire en utilisant des photos
 20 prises au faisceau d'électrons et d'en faire la
 moyenne pour déterminer la composition de la couche
 intermédiaire.

Comme on le voit dans la figure 7, il est souhaitable que le faisceau soit élargi dans une mesure au moins égale à l'épaisseur de la couche intermédiaire. Dans ce cas, il convient également d'analyser et de
5 faire la moyenne d'au moins cinq positions parallèles dans la couche intermédiaire pour établir la composition de la couche intermédiaire.

MODE DE REALISATION 3

Pour tester la résistance à l'oxydation de
10 la couche intermédiaire de l'assemblage de céramique et de métal de l'invention, on prépare des pièces expérimentales de flexion de la même manière que pour le premier mode de réalisation. Après avoir
15 maintenu les pièces expérimentales à l'atmosphère à 500°C pendant 100 heures, on effectue un test de pliage en quatre points à la température ambiante. Le tableau 6 montre le résultat de ce test d'oxydation.

TABLEAU 6

Echan- tillon N°		COUCHE INTERMEDIAIRE COMPOSITION (% pond.)					RESISTANCE INITIALE	RESISTANCE APRES TEST d'OXYDATION
		Ag	Cu	Pd	Ni	Ti	(kg/mm ²)	(kg/mm ²)
I MODE DE REALISATION	1	64	--	1	30	5	38	28
	2	45	--	20	30	5	38	32
	3	67	--	5	23	5	43	31
	4	40	--	20	39	1	35	30
	5	68	--	10	12	10	41	35
	6	21	8	8	58	5	39	33
	7	45	10	10	30	5	41	27
	8	57	4	6	29,5	3,5	44	30
	9	46	0,5	19	27	7,5	37	29
	10	32,5	--	10	50	7,5	42	36
	11	48	--	6,5	38	7,5	40	31
	12	50	2	5	40	3	40	29
II COMPARAISON	1	63	25	--	10	2	40	12
	2	58	12	5	23	2	40	21
	3	40	25	7	25	3	43	14
	4	30	40	8	14	8	36	10
	5	70	20	1	8	1	38	13
	6	45	20	20	5	10	35	17

Comme on le voit au tableau 6, les échantillons du troisième mode de réalisation présentent une grande force d'assemblage (résistance) même après le test d'oxydation.

5 D'un autre côté, les échantillons donnés à titre de comparaison sont remarquablement détériorés après le test d'oxydation. On coupe les échantillons brisés perpendiculairement à une surface d'assemblage et on observe leur composition. A la suite de cela, Cu est sélectivement oxydé, ce qui provoque une détérioration.

10 Les échantillons concernant le troisième mode de réalisation sont à peine oxydés. Comme l'échantillon numéro 7 contient 10% en poids de Cu, il est légèrement oxydé, mais n'est pas détérioré.

15 Comme l'échantillon numéro 2, donné à titre de comparaison, qui contient 12% en poids de Cu, est détérioré, la couche intermédiaire doit contenir 10% en poids, ou moins, de Cu.

20 Bien que des modes de réalisation spécifiques de l'invention aient été décrits à titre de précisions, l'invention n'est pas limitée aux modes de réalisation présentés et décrits.

25 L'invention comprend tous les modes de réalisation et toutes les modifications qui relèvent de la portée des revendications.

REVENDICATIONS

1. Assemblage de céramique et de métal comprenant :

un métal ;
une céramique ; et

5 une couche intermédiaire réunissant la céramique et le métal, la couche intermédiaire étant composée de 20-70% en poids d'argent, 1-20% en poids de palladium, 10-60% en poids de nickel et 1-10% en poids de titane après assemblage de la céramique
10 et du métal.

2. Assemblage de céramique et de métal selon la revendication 1, où la couche intermédiaire est en outre composée de 10% en poids de cuivre ou moins.

15 3. Procédé pour réunir une céramique et un métal comprenant les étapes de :

disposition d'un élément intermédiaire entre la céramique et le métal ; et

20 formation d'une couche intermédiaire entre la céramique et le métal par chauffage du métal, de la céramique et de l'élément intermédiaire, la couche intermédiaire étant composée de 20-70% en poids d'argent, 1-20% en poids de palladium, 10-60% en poids de nickel et 1-10% en poids de titane
25 après assemblage de la céramique et du métal.

4. Procédé pour réunir une céramique et un métal comme dans la revendication 3, où l'élément intermédiaire comprend une feuille métallique et une soudure avant assemblage de la céramique et du métal.

30 5. Procédé pour réunir une céramique et un métal selon la revendication 3, où l'élément

intermédiaire comprend un alliage avant assemblage de la céramique et du métal.

5 6. Procédé pour réunir une céramique et un métal selon la revendication 3, où une couche métallique est formée sur une surface d'extrémité de la céramique avant l'assemblage.

10 7. Procédé pour réunir une céramique et un métal selon la revendication 3, où une couche métallique est formée sur une surface d'extrémité du métal avant l'assemblage.

8. Procédé pour réunir une céramique et un métal selon la revendication 3, où l'on applique un traitement de diffusion thermique à la couche intermédiaire après assemblage.

15 9. Procédé pour réunir une céramique et un métal selon la revendication 3, où un métal est assemblé à deux céramiques par l'intermédiaire de deux couches intermédiaires.

20 10. Procédé pour réunir une céramique et un métal selon la revendication 3, où le métal est réuni avec au moins un autre métal.

11. Procédé pour réunir une céramique et un métal selon la revendication 10, où le métal est un acier.

25 12. Assemblage d'une céramique et d'un métal selon la revendication 1, où l'assemblage de céramique et de métal est utilisé pour une soupape.

30 13. Assemblage de céramique et de métal selon la revendication 1, où l'assemblage de céramique et de métal est utilisé pour un piston.

14. Assemblage de céramique et de métal selon la revendication 1, où l'assemblage de céramique et de métal est utilisé pour un rotor à suralimentation.

5 15. Assemblage de céramique et de métal selon la revendication 1, où l'assemblage de céramique et de métal est utilisé pour une turbine.

10 16. Assemblage de céramique et de métal selon la revendication 15, où l'assemblage de céramique et de métal est utilisé pour une partie d'assemblage comprise entre une roue de turbine de céramique et un élément métallique d'un rotor de turbine en céramique.

15 17. Assemblage de céramique et de métal selon la revendication 1, où la couche intermédiaire comprend plusieurs couches.

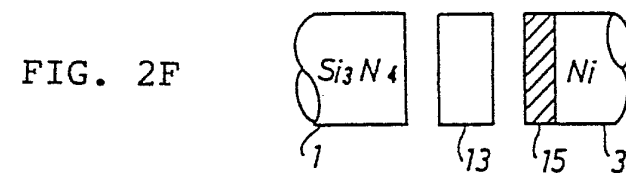
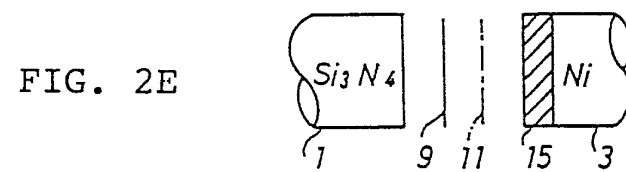
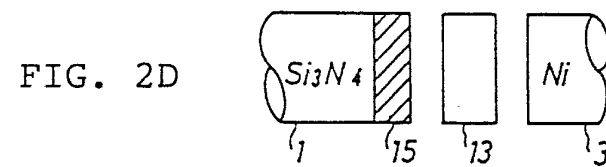
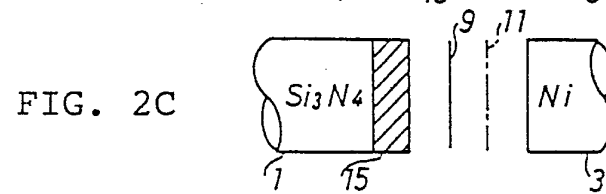
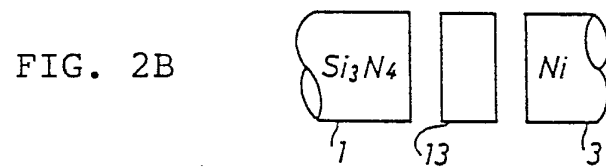
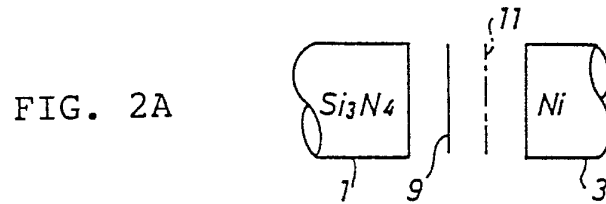
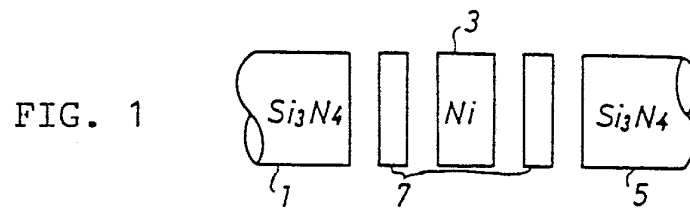


FIG. 3

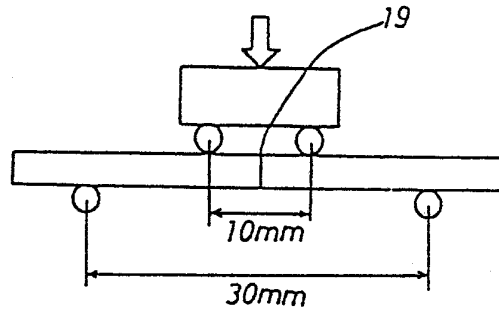


FIG. 4

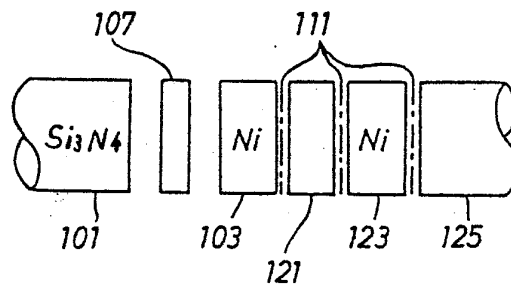


FIG. 5

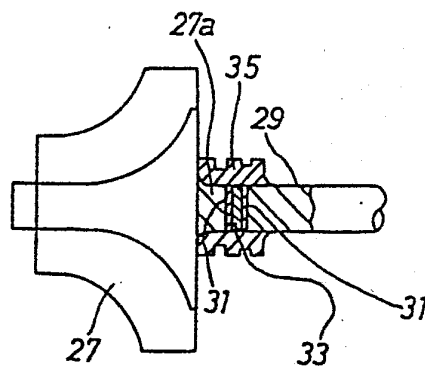


FIG. 6

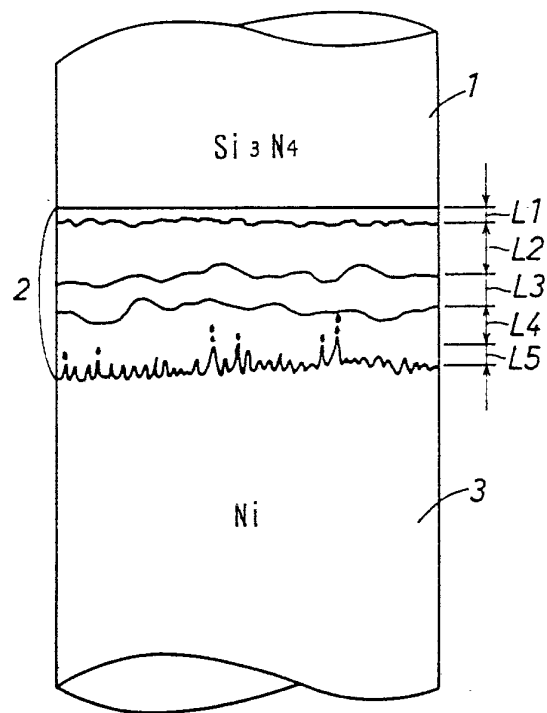


FIG. 7

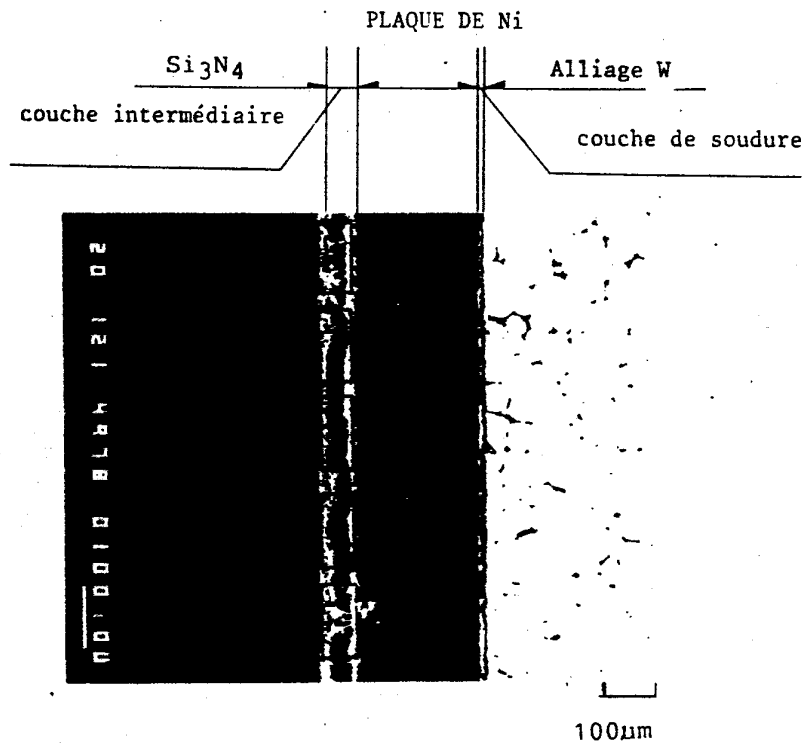


FIG. 8

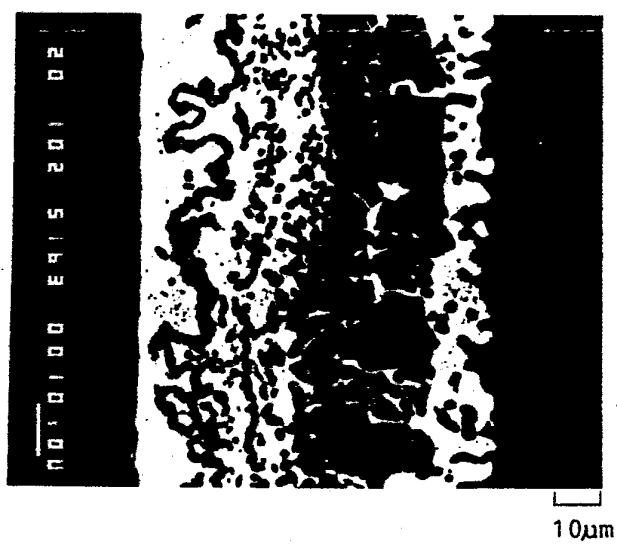


FIG. 9

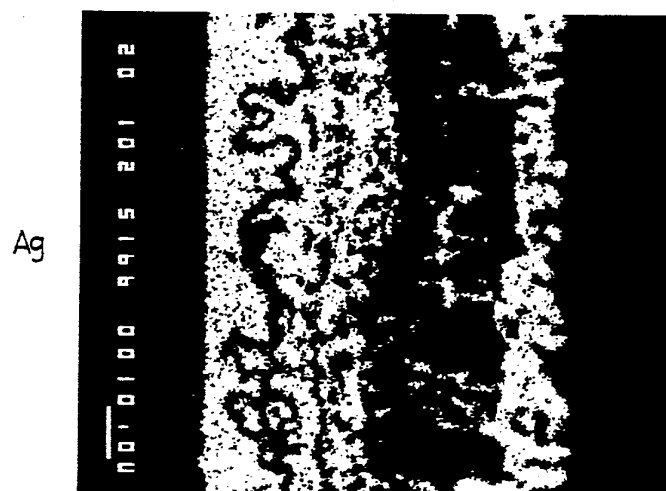


FIG. 10

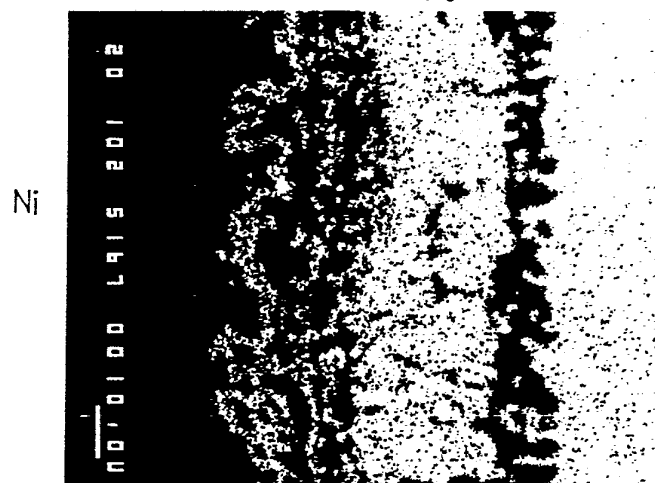


FIG. 11

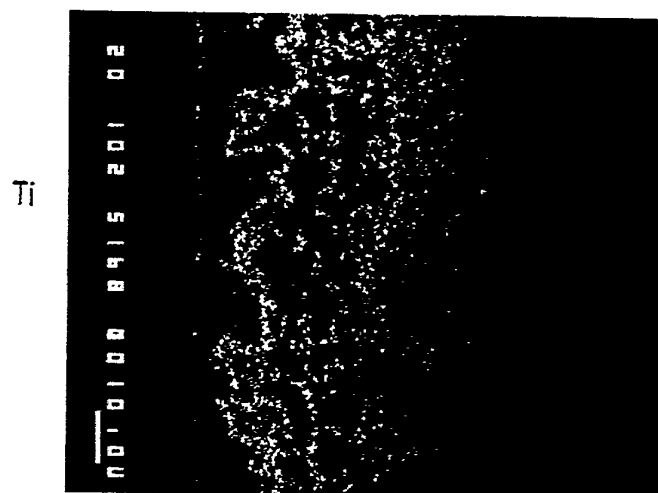


FIG. 12

Pd

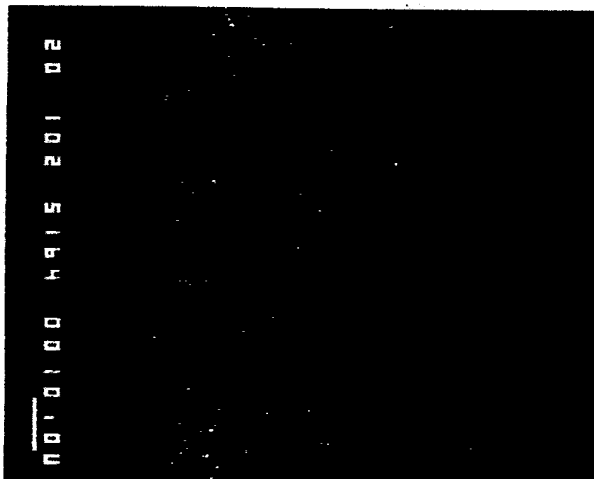


FIG. 13

Cu

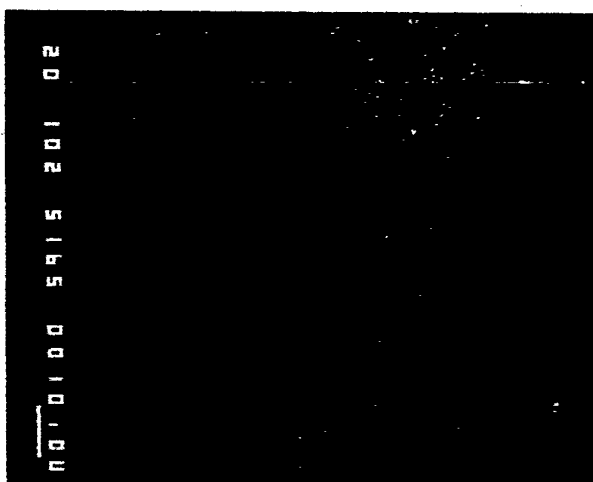


FIG. 14

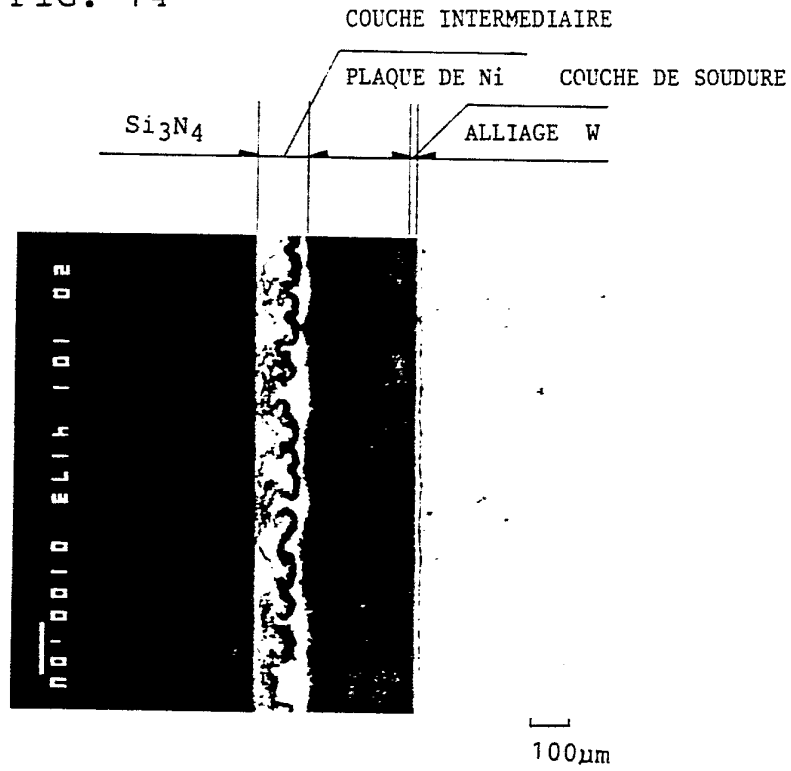


FIG. 15

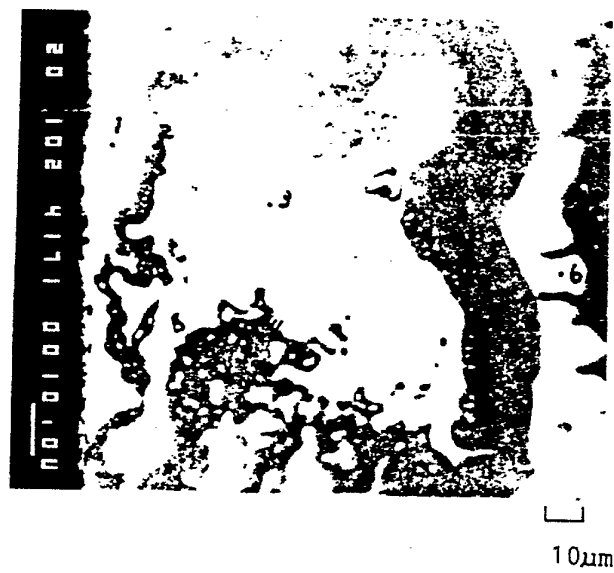


FIG. 16

Ag

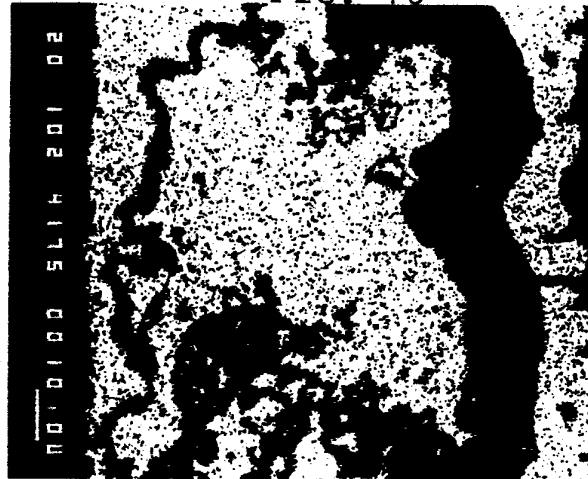


FIG. 17

Ni

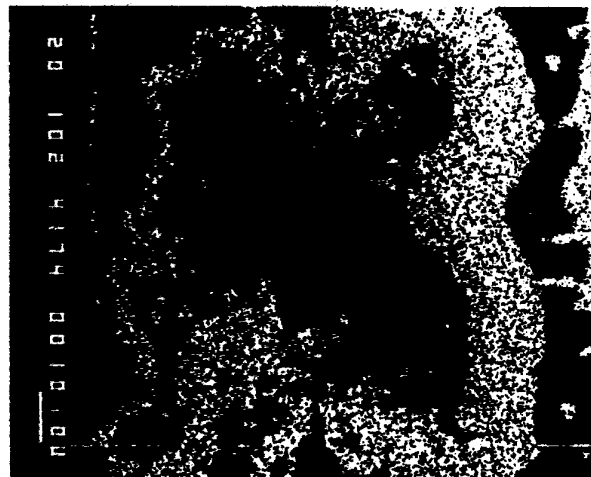


FIG. 18

Ti

