

12

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

22 Date de dépôt : 23.03.23.

30 Priorité :

43 Date de mise à la disposition du public de la
demande : 27.09.24 Bulletin 24/39.

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 :

○ Demande(s) d'extension :

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

72 Inventeur(s) : SISTACH Hugo Jean-Louis, RICHARD
Sébastien, Jean et PIETTE Romaric Jean-Marie.

73 Titulaire(s) : SAFRAN Société anonyme, Safran Air-
craft Engines Société par actions simplifiée (SAS).

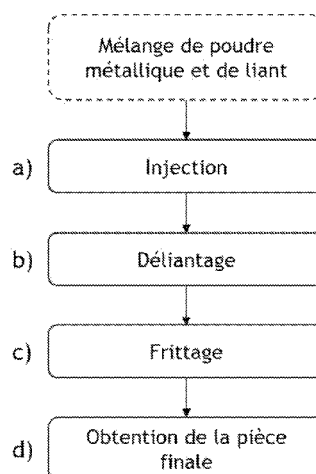
74 Mandataire(s) : REGIMBEAU.

54 Poudre métallique pour procédé de moulage par injection de métal.

57 Poudre métallique pour un procédé de moulage par
injection de métal, la poudre métallique étant formée d'un al-
liage à base cobalt comprenant :

- entre 23,00 % et 24,25 % en poids de chrome,
- entre 9,00 % et 11,00 % en poids de nickel,
- entre 6,50 % et 7,50 % en poids de tungstène,
- entre 3,00 % et 4,00 % en poids de tantale,
- entre 0,45 % et 0,60 % en poids de carbone,
- entre 0,30 % et 0,50 % en poids de zirconium,
- entre 0,15 % et 0,25 % en poids de titane,
- au maximum 2,00 % en poids de fer,
- au maximum 0,30 % en poids de silicium,
- au maximum 0,10 % en poids de manganèse,
- au maximum 0,10 % en poids de cuivre,
- au maximum 0,015 % en poids de soufre,
- au maximum 0,015 % en poids de phosphore,
- au maximum 0,010 % en poids de bore,
- au maximum 200 ppm d'oxygène,
- au maximum 200 ppm d'azote,
- au maximum 100 ppm d'hydrogène.

Figure 1.



Description

Titre de l'invention : Poudre métallique pour procédé de moulage par injection de métal

DOMAINE DE L'INVENTION

[0001] La présente invention concerne le domaine du moulage par injection de métal et plus particulièrement de la poudre métallique pour la mise en œuvre d'un procédé de moulage par injection de métal.

ETAT DE LA TECHNIQUE

[0002] Le procédé de moulage par injection de métal consiste à réaliser des pièces métalliques plus ou moins complexes par injection d'un mélange de poudre métallique et d'un liant polymère. Ce procédé peut permettre de fabriquer des pièces pour turbomachines.

[0003] Il existe différents matériaux obtenus par procédé de moulage par injection de métal disponibles commercialement comme l'alliage Inconel 718. Cependant, ce matériau est limité en température à 650°C maximum, ce qui est une température trop faible pour pouvoir être utilisé par exemple dans une turbine ou une chambre de combustion d'une turbomachine. Il existe également l'alliage Hastelloy X qui résiste à des températures allant jusqu'à 950°C, mais qui est limité mécaniquement et ne peut donc servir que pour la réalisation de pièces soumises à de faibles charges mécaniques. Il existe en outre l'alliage IN738 qui présente une bonne tenue mécanique et une bonne moyenne en oxydation/corrosion jusqu'à 1000°C.

[0004] Tous ces alliages présentent malheureusement des températures d'utilisation maximales inférieures à 1050°C, voire à 1000°C. Ils ne peuvent donc pas être utilisés pour la fabrication de certaines pièces aéronautiques, notamment de pièces de turbomachine, soumises à de fortes contraintes mécaniques et à des températures supérieures à 1000°C comme des systèmes d'injections de carburant, des chambres de combustion, des chemises de distributeurs de turbine ou des secteurs étanches des aubes de turbines.

[0005] Il existe donc un besoin de solutions permettant d'obtenir des pièces, à partir d'un procédé de moulage par injection de métal, qui présentent une tenue moyenne en traction, fatigue, fluage et une très bonne tenue en oxydation/corrosion au moins jusqu'à 1000°C, voire jusqu'à 1050°C.

Exposé de l'invention

[0006] Un but de l'invention est donc de fournir une poudre métallique pour un procédé de moulage par injection de métal, qui permette d'obtenir une pièce présentant une tenue moyenne en traction, fatigue, fluage et une très bonne tenue en oxydation/corrosion au

moins jusqu'à 1000°C, voire jusqu'à 1050°C.

[0007] Un autre but de l'invention est de fournir un procédé de moulage par injection de métal pour l'obtention d'une pièce présentant les caractéristiques susmentionnées.

[0008] Selon un premier aspect, il est proposé une poudre métallique pour un procédé de moulage par injection de métal, la poudre métallique étant formée d'un alliage à base cobalt comprenant :

[0009] - entre 23,00 % et 24,25 % en poids de chrome,

[0010] - entre 9,00 % et 11,00 % en poids de nickel,

[0011] - entre 6,50 % et 7,50 % en poids de tungstène,

[0012] - entre 3,00 % et 4,00 % en poids de tantale,

[0013] - entre 0,45 % et 0,60 % en poids de carbone,

[0014] - entre 0,30 % et 0,50 % en poids de zirconium,

[0015] - entre 0,15 % et 0,25 % en poids de titane,

[0016] - au maximum 2,00 % en poids de fer,

[0017] - au maximum 0,30 % en poids de silicium,

[0018] - au maximum 0,10 % en poids de manganèse,

[0019] - au maximum 0,10 % en poids de cuivre,

[0020] - au maximum 0,015 % en poids de soufre,

[0021] - au maximum 0,015 % en poids de phosphore,

[0022] - au maximum 0,010 % en poids de bore,

[0023] - au maximum 200 ppm d'oxygène,

[0024] - au maximum 200 ppm d'azote,

[0025] - au maximum 100 ppm d'hydrogène.

[0026] Selon des caractéristiques avantageuses et non limitatives, prises seules ou dans une quelconque combinaison :

- la poudre comprend une pluralité de grains présentant une granulométrie selon laquelle au moins 10% des grains présentent un diamètre compris entre 3 µm et 10 µm ;
- la poudre comprend une pluralité de grains présentant une granulométrie selon laquelle au moins 50% des grains présentent un diamètre compris entre 10 µm et 20 µm ;
- la poudre comprend une pluralité de grains présentant une granulométrie selon laquelle au moins 90% des grains présentent un diamètre compris entre 20 µm et 40 µm.

[0027] Selon un deuxième aspect, il est proposé un procédé de fabrication d'une poudre présentée précédemment, par atomisation.

[0028] Selon un troisième aspect, il est proposé un procédé de moulage par injection de métal à partir d'une poudre présentée précédemment, comprenant des étapes de :

- a) alimentation d'une presse à injection avec un mélange primaire pour moulage d'une pièce dite pièce verte, ledit mélange primaire comprenant la poudre et au moins un liant en polymère,
- b) déliantage de la pièce verte pour obtention d'une pièce dite pièce brune,
- c) frittage de la pièce brune pour obtention d'une pièce dite pièce frittée,
- d) obtention d'une pièce dite pièce finale, la pièce finale correspondant à la pièce frittée ou correspondant à la pièce frittée après que celle-ci ait subi un ou plusieurs traitements thermiques.

[0029] Selon des caractéristiques avantageuses et non limitatives, prises seules ou dans une quelconque combinaison :

- l'étape de déliantage est une étape de déliantage de type solvant à l'eau ou de type catalytique ;
- le procédé de moulage par injection comprend en outre une étape de déliantage thermique ;
- le procédé de moulage par injection comprend en outre une étape de traitement de compactage isostatique à chaud de la pièce frittée ;
- le procédé de moulage par injection comprend en outre une étape de trempe de la pièce frittée ;
- la poudre est obtenue à partir du procédé de fabrication selon le deuxième aspect.

[0030] Selon un quatrième aspect, il est proposé une pièce obtenue par le procédé de moulage par injection présenté précédemment.

[0031] Selon des caractéristiques avantageuses et non limitatives :

- la pièce est formée d'un alliage à base cobalt comprenant :
 - entre 23,00 % et 24,25 % en poids de chrome,
 - entre 9,00 % et 11,00 % en poids de nickel,
 - entre 6,50 % et 7,50 % en poids de tungstène,
 - entre 3,00 % et 4,00 % en poids de tantale,
 - entre 0,55 % et 0,65 % en poids de carbone,
 - entre 0,30 % et 0,50 % en poids de zirconium,
 - entre 0,15 % et 0,25 % en poids de titane,
 - au maximum 2,00 % en poids de fer,
 - au maximum 0,30 % en poids de silicium,
 - au maximum 0,10 % en poids de manganèse,
 - au maximum 0,10 % en poids de cuivre,
 - au maximum 0,015 % en poids de soufre,
 - au maximum 0,015 % en poids de phosphore,
 - au maximum 0,010 % en poids de bore,

- au maximum 450 ppm d'oxygène,
- au maximum 300 ppm d'azote,
- au maximum 125 ppm d'hydrogène.

[0032] Selon un cinquième aspect, il est proposé une turbomachine comprenant au moins une pièce présentée précédemment.

DESCRIPTION DES FIGURES

[0033] D'autres caractéristiques et avantages de la présente invention apparaîtront à la lecture de la description qui va suivre d'un mode de réalisation préférentiel. Cette description sera donnée en référence aux figures annexées dont :

[0034] - La [Fig.1] représente des étapes du procédé de moulage par injection de métal.

DESCRIPTION DETAILLEE DE L'INVENTION

Poudre

[0035] Il est proposé une poudre métallique pour un procédé de moulage par injection de métal. La poudre métallique est formée d'un alliage à base cobalt. En d'autres termes, la poudre métallique est constituée majoritairement, en poids, de cobalt.

[0036] L'alliage de la poudre métallique comprend en outre :

- entre 23,00 % et 24,25 % en poids de chrome,
- entre 9,00 % et 11,00 % en poids de nickel,
- entre 6,50 % et 7,50 % en poids de tungstène,
- entre 3,00 % et 4,00 % en poids de tantale,
- entre 0,45 % et 0,60 % en poids de carbone,
- entre 0,30 % et 0,50 % en poids de zirconium,
- entre 0,15 % et 0,25 % en poids de titane,
- au maximum 2,00 % en poids de fer,
- au maximum 0,30 % en poids de silicium,
- au maximum 0,10 % en poids de manganèse,
- au maximum 0,10 % en poids de cuivre,
- au maximum 0,015 % en poids de soufre,
- au maximum 0,015 % en poids de phosphore,
- au maximum 0,010 % en poids de bore,
- au maximum 200 ppm d'oxygène,
- au maximum 200 ppm d'azote,
- au maximum 100 ppm d'hydrogène.

[0037] La poudre métallique peut également comprendre d'autres éléments, dits éléments polluants, en quantités minimales. De préférence, la poudre métallique comprend au maximum 50 ppm d'un même élément polluant. De préférence également, la somme des proportions des éléments polluants de la poudre métallique est au maximum de 500

ppm.

- [0038] On comprend que les « taux » ou « teneurs » de chaque élément de la poudre métallique exprimés en pourcentages sont exprimés de manière massique (i.e. masse dudit élément sur la masse totale de la poudre métallique).
- [0039] Par « entre », il est entendu que les bornes inférieures et supérieures sont incluses. Par exemple, « entre 23,00 % et 24,25 % en poids de chrome » signifie que 23,00 % et 24,25 % sont incluses en tant que possibles proportions en poids de chrome dans la poudre métallique.
- [0040] Lorsqu'il est seulement précisé « au maximum », il est entendu que la proportion de l'élément correspondant peut être nulle, i.e. l'élément peut être absent de la poudre métallique. Par exemple, par « au maximum 2,00 % en poids de fer », on entend que la poudre métallique peut comprendre 0,00 % en poids de fer, c'est-à-dire qu'elle ne comprend pas ou sensiblement pas de fer. À titre de second exemple, par « au maximum 200 ppm d'oxygène », on entend que la poudre métallique peut comprendre 0 ppm d'oxygène, c'est-à-dire qu'elle ne comprend pas ou sensiblement pas d'oxygène.
- [0041] Par « ppm », on entend « partie par million », 1 ppm correspondant à 1 mg/kg. Par conséquent, par exemple, « 200 ppm d'oxygène » signifie que 1 kg de poudre métallique comprend 200 mg (i.e. 0,2 g) d'oxygène. En d'autres termes, « 200 ppm d'oxygène » signifie que la poudre métallique comprend 200 millionièmes en poids d'oxygène, donc 0,02 % en poids d'oxygène.
- [0042] Comme expliqué, la poudre métallique est un alliage à base cobalt. Par conséquent, la teneur en cobalt dans la poudre métallique correspond à 100 % moins la somme des teneurs des autres éléments constitutifs de la poudre métallique présentés ci-avant. Ainsi, la poudre métallique comprend en poids au minimum 49,31 % de cobalt et au maximum 57,60 % de cobalt.
- [0043] Cette poudre métallique spécifique permet, en l'utilisant dans un procédé de moulage par injection de métal, d'obtenir des pièces présentant une tenue moyenne en traction, fatigue, fluage et une très bonne tenue en oxydation/corrosion au moins jusqu'à 1000°C, voire jusqu'à 1050°C. Cette poudre métallique présente donc l'avantage de permettre la fabrication de pièces aéronautiques spécifiques soumises à d'importantes contraintes mécaniques et à d'importantes températures (supérieures ou égales à 1000°C, voire à 1050°C).
- [0044] De préférence, le procédé de fabrication de la poudre métallique est une atomisation. De préférence également, la poudre métallique est obtenue par atomisation d'un alliage dont la composition est proche de celle de l'alliage Mar-M 509 qui est à base de cobalt. Les principaux composants de l'alliage Mar-M 509 sont le fer (0% - 2% en poids), le nickel (9% - 11% en poids) et le cobalt. En outre, l'alliage Mar-M 509 peut

comprendre du titane (0% - 0.4% en poids), du chrome (22% - 25% en poids), du zirconium (0.3% - 0.7% en poids), du tantale (3% - 4% en poids), du tungstène (6% - 8% en poids), du carbone à l'état de traces (0,55%-0,65% en poids) et d'autres éléments dans une quantité inférieure à 50 ppm. Cependant, l'alliage Mar-M 509 est un alliage typiquement utilisé en fonderie et n'est donc pas utilisé sous forme de poudre. La composition de l'alliage formant la poudre métallique selon l'invention a été optimisée pour le procédé de moulage par injection.

- [0045] Ainsi, les teneurs maximales en oxygène et en azote de l'alliage formant la poudre selon l'invention sont supérieures à celles de l'alliage Mar-M 509, qui sont inférieures à 50 ppm, mais restent acceptables en termes de propriétés finales du matériau. En revanche, la teneur en carbone est inférieure à celle de l'alliage Mar-M 509, qui est comprise entre 0,55 et 0,65% sur fonderie, pour compenser le fait qu'à l'issue du procédé de moulage par injection, la teneur en carbone aura augmentée du fait de résidus du liant.
- [0046] Selon une disposition particulière, 10% des grains de la poudre métallique (valeur D10) présentent un diamètre compris entre 3 µm et 10 µm, 50% des grains (valeur D50) présentent un diamètre compris entre 10 µm et 20 µm et 90% des grains (valeur D90) présentent un diamètre compris entre 20 µm et 40 µm.
- [0047] Cette granulométrie spécifique permet de combiner une densité optimale de la poudre lorsqu'elle est utilisée dans un procédé de fabrication MIM avec une bonne injection, tout en ayant une rhéologie optimale du feedstock à l'injection et en favorisant le frittage. On réduit ainsi le risque de fissuration à l'injection et au frittage, une bonne tenue dimensionnelle et un frittage donnant une densité conforme.
- [0048] En particulier, la valeur D10 spécifie les dimensions des grains de poudre les plus fines destinées à remplir les espaces vides entre les grains de dimension supérieure. Ces dimensions sont optimisées pour être suffisamment petites pour bien remplir les espaces vides et favoriser le frittage.
- [0049] La valeur de D50 représente la valeur de la moyenne des grains.
- [0050] La valeur D90 indique la dimension maximale des grains, la limite supérieure de D90 assure donc des grains suffisamment grands pour ne pas rajouter trop de frottements à l'injection et casser les pièces à l'injection. La combinaison des trois paramètres de dimension D10, D50 et D90 correspond à une répartition gaussienne des tailles de grains présentant le meilleur compromis pour l'injection et le frittage.

Procédé

- [0051] Il est proposé un procédé de moulage par injection de métal à partir de la poudre métallique présentée précédemment.
- [0052] La technique de moulage par injection de métal, aussi désignée par l'abréviation « MIM » (« Metal Injection Moulding » en anglais) permet la fabrication de grandes

séries de pièces métalliques, notamment de pièces métalliques de formes complexes, à partir d'une poudre métallique. En effet, l'injection des pièces peut être mis en œuvre à forte cadence et le déliantage peut être réalisé par fournées comprenant une pluralité de pièces.

- [0053] Par ailleurs, les pièces obtenues possèdent un excellent état de surface et ont des tolérances de dimension fines.
- [0054] Le procédé de moulage par injection de métal permet l'obtention de pièces, notamment de pièces aéronautiques tels que des systèmes d'injections de carburant, des chambres de combustion, des chemises de distributeurs de turbine ou des secteurs étanches des aubes de turbines.
- [0055] La [Fig.1] représente des étapes du procédé de moulage par injection de métal.
- [0056] Selon un certain mode de réalisation, le procédé de moulage comprend tout d'abord une étape préalable de mélange de la poudre métallique à au moins un liant en polymère pour obtention d'un mélange dit mélange primaire. Lors de l'étape de mélange, les grains de poudre métallique sont avantageusement enrobés par le ou les liants. Dans la terminologie spécifique du moulage par injection de métal, le mélange primaire est dit « feedstock ».
- [0057] Le mélange primaire se présente sous la forme de granulés et comprend de préférence entre 55 % et 75 % de poudre métallique et donc, respectivement, entre 45 % et 25 % de liant. Le liant est un polymère, de préférence thermoplastique, et peut par exemple être du polyéthylène ou du polyéthylène glycol. De préférence, la poudre métallique est mélangée à du polyéthylène et du polyéthylène glycol.
- [0058] Les granulés du mélange primaire présentent de préférence un diamètre supérieur à 1 mm et inférieur à 5 mm.
- [0059] De préférence, la fluidité à chaud du mélange primaire est supérieure à 60 cm³/10 min et inférieur à 85 cm³/10 min.
- [0060] Le procédé peut également comprendre une étape de granulation pour l'obtention du mélange primaire. En d'autres termes, la poudre métallique est mélangée au(x) liant(s) et subit une granulation pour l'obtention du mélange primaire.
- [0061] Le procédé comprend une étape a) d'alimentation d'une presse à injection avec du mélange primaire pour moulage d'une pièce dite pièce verte. La presse à injection est une presse typique pour mettre en œuvre un procédé de moulage par injection de métal. Le mélange primaire est chauffé dans la presse à injection à une température suffisante pour que le ou les liants fondent sans que les éléments métalliques ne fondent. La température de chauffe dépend de la géométrie de la pièce verte qui va être formée. De préférence, la température de chauffe est comprise entre 170°C et 200°C. Cette température va permettre l'obtention d'une pièce verte sans porosité. Le mélange primaire chauffé est injecté dans un moule correspondant à la forme de la pièce verte à

obtenir. Après refroidissement et solidification du liant, la pièce verte peut être extraite du moule.

- [0062] Le procédé comprend ensuite une étape b) de déliantage de la pièce verte pour obtention d'une pièce dite pièce brune. Le déliantage permet de retirer une majeure partie du liant présent dans la pièce verte.
- [0063] Le déliantage peut être un déliantage de type solvant à l'eau ou de type catalytique.
- [0064] Le déliantage de type solvant à l'eau consiste à baigner la pièce verte dans de l'eau de sorte que le liant se dissolve. Par exemple, la pièce verte peut être baignée dans un bain d'eau déminéralisée de température comprise entre 20°C et 150°C pendant une durée comprise entre 100 et 300 heures, l'eau étant agitée.
- [0065] Le déliantage de type catalytique consiste à disposer la pièce verte dans un four pour que le liant soit vaporisé puis brûlé par injection d'acide en vapeur dans le four. Par exemple, la pièce verte peut être disposée dans un four à une température comprise entre 100°C et 150°C, pendant une durée comprise entre 2 heures et 10 heures dans une atmosphère d'azote introduit selon un flux compris entre 60 et 100 L/min avec introduction de vapeur d'acide nitrique selon un flux compris entre 2 et 5 mL/min.
- [0066] À l'issue de l'étape b) de déliantage, une majeure partie du ou des liants de la pièce verte est éliminée, de préférence au moins 95 % du liant, et la pièce brune obtenue est donc poreuse.
- [0067] Avantagusement, le procédé comprend une étape de déliantage thermique permettant d'éliminer le reste de liant dans la pièce brune. Par exemple, le déliantage thermique peut comprendre deux paliers consécutifs, à savoir un premier palier selon lequel la pièce brune est soumise à une température comprise entre 450°C et 550°C pendant une durée comprise entre 150 et 300 minutes sous 200 à 500 mbar d'argon et un deuxième palier selon lequel la pièce brune est soumise à une température comprise entre 550°C et 650°C pendant une durée comprise entre 150 et 300 minutes sous une atmosphère de 200 à 500 mbar d'argon.
- [0068] Le procédé comprend ensuite une étape c) de frittage de la pièce brune (ou, le cas échéant, de la pièce brune ayant subi un déliantage thermique) pour obtention d'une pièce dite pièce frittée. Au cours du frittage, la pièce brune est chauffée jusqu'à une température proche de la température de fusion des métaux constitutifs de la pièce brune (i.e. des métaux constitutifs de la poudre métallique utilisée) mais inférieure à cette température de fusion.
- [0069] Le frittage provoque une réduction, ou retrait, homothétique de la pièce car les grains de poudre métallique se lient entre eux par diffusion provoquant ainsi une densification de la pièce brune.
- [0070] De préférence, lors du frittage, la pièce brune est soumise à une température comprise entre 1200°C et 1300°C pendant une durée comprise entre 4 et 8 heures sous

une atmosphère de 20 à 50 mbar d'argon.

- [0071] Ces paramètres de frittage sont facilement applicables industriellement et permettent d'obtenir une pièce frittée présentant une bonne tenue dimensionnelle et une microstructure de bonne qualité, dans laquelle les défauts, par exemple les microfissures ou la porosité, sont minimisés.
- [0072] Avantageusement, la pièce frittée est en un alliage base cobalt qui comprend :
- entre 23,00 % et 24,25 % en poids de chrome,
 - entre 9,00 % et 11,00 % en poids de nickel,
 - entre 6,50 % et 7,50 % en poids de tungstène,
 - entre 3,00 % et 4,00 % en poids de tantale,
 - entre 0,55 % et 0,65 % en poids de carbone,
 - entre 0,30 % et 0,50 % en poids de zirconium,
 - entre 0,15 % et 0,25 % en poids de titane,
 - au maximum 2,00 % en poids de fer,
 - au maximum 0,30 % en poids de silicium,
 - au maximum 0,10 % en poids de manganèse,
 - au maximum 0,10 % en poids de cuivre,
 - au maximum 0,015 % en poids de soufre,
 - au maximum 0,015 % en poids de phosphore,
 - au maximum 0,010 % en poids de bore,
 - au maximum 450 ppm d'oxygène,
 - au maximum 300 ppm d'azote,
 - au maximum 125 ppm d'hydrogène.
- [0073] La pièce frittée obtenue présente ainsi de bonnes propriétés mécaniques et une résistance à des températures supérieures ou égales à 1000°C, voire à 1050°C.
- [0074] Par rapport à la poudre, la pièce frittée présente une teneur supérieure en carbone, en oxygène et en azote car ces éléments sont des résidus de liant qui imprègnent l'alliage.
- [0075] La pièce frittée présente une microstructure (i.e. la taille des grains métallurgiques) entre 3 et 9 ASTM (norme ATSM n°E112). 3 ATSM correspondent à 127 µm et 9 ATSM correspondent à 15,9 µm. La microstructure de la pièce obtenue est donc fine ce qui permet une tenue en fatigue améliorée, ainsi qu'en résistance à la rupture et élastique.
- [0076] La pièce frittée peut être directement utilisée ou peut subir divers traitements en fonction de l'application finale souhaitée.
- [0077] Le procédé comprend ainsi une étape d) d'obtention d'une pièce dite pièce finale. La pièce finale correspond à la pièce frittée ou correspond à la pièce frittée après que celle-ci ait subi un ou plusieurs traitements thermiques. Des traitements thermiques sont présentés ci-après.

- [0078] Avantageusement, le procédé comprend une étape de traitement de compactage isostatique à chaud de la pièce frittée. Cette étape de compactage permet de densifier la pièce frittée. En effet, cette étape permet de réduire au maximum les porosités résiduelles du frittage, le taux de porosités passe ainsi d'un taux inférieur à 6% à un taux inférieur à 0,4%. En effet, elle permet de reboucher les porosités, d'obtenir ainsi une pièce saine présentant moins de dispersions dimensionnelles et des propriétés mécaniques améliorées.
- [0079] Le traitement de compactage isostatique à chaud consiste par exemple à soumettre la pièce frittée à une température de $1260^{\circ}\text{C} \pm 20\%$ pendant une durée de 3 heures ± 1 heure sous une atmosphère à 1020 bars $\pm 10\%$ d'argon avec un refroidissement de type air.
- [0080] Le procédé peut comprendre en outre ou alternativement une étape de trempe de la pièce frittée. Cette étape de trempe permet notamment d'homogénéiser la microstructure et les précipitations de la pièce frittée.
- [0081] La trempe peut par exemple consister à soumettre la pièce frittée à $1260^{\circ}\text{C} \pm 20\%$ pendant une durée de 3 heures ± 1 heure sous une atmosphère d'argon avec un refroidissement de type air.
- [0082] Les traitements thermiques présentés (compactage isostatique à chaud ou trempe) permettent notamment de bonnes précipitations et la recristallisation sans modification de la taille de grain.
- [0083] La pièce finale obtenue présente ainsi de bonnes propriétés mécaniques et une résistance à des températures supérieures ou égales à 1000°C , voire à 1050°C . La pièce finale est saine, c'est-à-dire qu'elle présente une microstructure adéquate pour une tenue mécanique en traction, fluage et fatigue optimale et présente une tenue à l'oxydation et la corrosion optimale. Plus précisément, la pièce finale obtenue présente une résistance mécanique en traction de 300 MPa à 950°C et de 1300 MPa à $20^{\circ}\text{C} \pm 50$ MPa. La pièce finale présente également une limite d'élasticité conventionnelle de 290 MPa à 950°C et de 750 MPa à $20^{\circ}\text{C} \pm 50$ MPa. En outre, la pièce finale présente une tenue fluage rupture à 900°C de 140 MPa pendant plus de 20h.
- [0084] La pièce finale peut notamment être utilisée dans une turbomachine et peut par exemple faire partie d'une turbine.
- [0085] L'invention n'est pas limitée au mode de réalisation décrit et représenté sur la figure annexée. Des modifications restent possibles, notamment du point de vue de la constitution des diverses caractéristiques techniques ou par substitution d'équivalents techniques, sans sortir pour autant de l'enseignement général.

Revendications

- [Revendication 1] Poudre métallique pour un procédé de moulage par injection de métal, la poudre métallique étant formée d'un alliage à base cobalt comprenant :
- entre 23,00 % et 24,25 % en poids de chrome,
 - entre 9,00 % et 11,00 % en poids de nickel,
 - entre 6,50 % et 7,50 % en poids de tungstène,
 - entre 3,00 % et 4,00 % en poids de tantale,
 - entre 0,45 % et 0,60 % en poids de carbone,
 - entre 0,30 % et 0,50 % en poids de zirconium,
 - entre 0,15 % et 0,25 % en poids de titane,
 - au maximum 2,00 % en poids de fer,
 - au maximum 0,30 % en poids de silicium,
 - au maximum 0,10 % en poids de manganèse,
 - au maximum 0,10 % en poids de cuivre,
 - au maximum 0,015 % en poids de soufre,
 - au maximum 0,015 % en poids de phosphore,
 - au maximum 0,010 % en poids de bore,
 - au maximum 200 ppm d'oxygène,
 - au maximum 200 ppm d'azote,
 - au maximum 100 ppm d'hydrogène.
- [Revendication 2] Poudre métallique selon la revendication 1 comprenant une pluralité de grains présentant une granulométrie selon laquelle au moins 10% des grains présentent un diamètre compris entre 3 μm et 10 μm .
- [Revendication 3] Poudre métallique selon l'une quelconque des revendications 1 et 2, comprenant une pluralité de grains présentant une granulométrie selon laquelle au moins 50% des grains présentent un diamètre compris entre 10 μm et 20 μm .
- [Revendication 4] Poudre métallique selon l'une quelconque des revendications 1 et 2, comprenant une pluralité de grains présentant une granulométrie selon laquelle au moins 90% des grains présentent un diamètre compris entre 20 μm et 40 μm .
- [Revendication 5] Procédé de fabrication d'une poudre selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, par atomisation.
- [Revendication 6] Procédé de moulage par injection de métal à partir d'une poudre selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, comprenant des étapes de :
- a) alimentation d'une presse à injection avec un mélange primaire pour moulage d'une pièce dite pièce verte, ledit mélange primaire

comprenant la poudre et au moins un liant en polymère,

b) déliantage de la pièce verte pour obtention d'une pièce dite pièce brune,

c) frittage de la pièce brune pour obtention d'une pièce dite pièce frittée,

d) obtention d'une pièce dite pièce finale, la pièce finale correspondant à la pièce frittée ou correspondant à la pièce frittée après que celle-ci ait subi un ou plusieurs traitements thermiques.

[Revendication 7] Procédé selon la revendication 6, dans lequel l'étape de déliantage est une étape de déliantage de type solvant à l'eau ou de type catalytique.

[Revendication 8] Procédé selon l'une quelconque des revendications 6 et 7, comprenant en outre une étape de déliantage thermique.

[Revendication 9] Procédé selon l'une quelconque des revendications 6 à 8, comprenant en outre une étape de traitement de compactage isostatique à chaud de la pièce frittée.

[Revendication 10] Procédé selon l'une quelconque des revendications 6 à 9, comprenant en outre une étape de trempe de la pièce frittée.

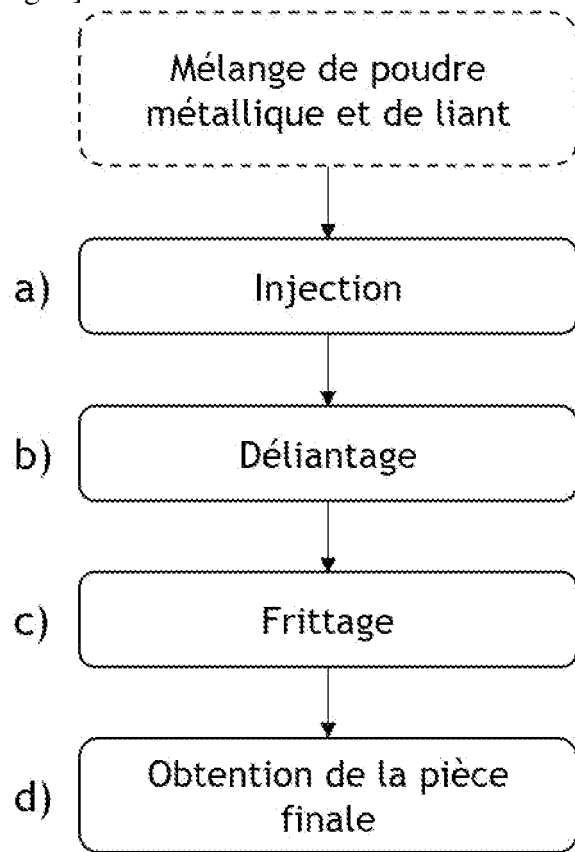
[Revendication 11] Procédé selon l'une quelconque des revendications 6 à 10, dans lequel la poudre est obtenue à partir d'un procédé de fabrication selon la revendication 5.

[Revendication 12] Pièce obtenue par le procédé selon l'une quelconque des revendications 6 à 11, étant formée d'un alliage à base cobalt comprenant :

- entre 23,00 % et 24,25 % en poids de chrome,
- entre 9,00 % et 11,00 % en poids de nickel,
- entre 6,50 % et 7,50 % en poids de tungstène,
- entre 3,00 % et 4,00 % en poids de tantale,
- entre 0,55 % et 0,65 % en poids de carbone,
- entre 0,30 % et 0,50 % en poids de zirconium,
- entre 0,15 % et 0,25 % en poids de titane,
- au maximum 2,00 % en poids de fer,
- au maximum 0,30 % en poids de silicium,
- au maximum 0,10 % en poids de manganèse,
- au maximum 0,10 % en poids de cuivre,
- au maximum 0,015 % en poids de soufre,
- au maximum 0,015 % en poids de phosphore,
- au maximum 0,010 % en poids de bore,
- au maximum 450 ppm d'oxygène,
- au maximum 300 ppm d'azote,
- au maximum 125 ppm d'hydrogène.

[Revendication 13] Turbomachine comprenant au moins une pièce selon la revendication 12.

[Fig. 1]



RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE

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

N° d'enregistrement
national

FA 923488
FR 2302729

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		
X	FERRERI NICHOLAS C ET AL: "Effects of build orientation and heat treatment on the evolution of microstructure and mechanical properties of alloy Mar-M-509 fabricated via laser powder bed fusion", INTERNATIONAL JOURNAL OF PLASTICITY, PERGAMON, AMSTERDAM, NL, vol. 121, 10 juin 2019 (2019-06-10), pages 116-133, XP085807284, ISSN: 0749-6419, DOI: 10.1016/J.IJPLAS.2019.06.002 [extrait le 2019-06-10]	1-5, 12, 13	B22F 1/00 B22F 3/00
Y	* page 117, alinéa 1 * * 2.1 Powder bed fusion of Mar-M-509; page 118, alinéa 3; tableau 1 *	6-13	
X	EP 2 071 128 A2 (GEN ELECTRIC [US]) 17 juin 2009 (2009-06-17)	1-5	
Y	* alinéas [0001], [0012] - [0013], [0016] - [0065]; revendications; figures *	6-13	
X	US 4 314 007 A (GESSINGER GERNOT) 2 février 1982 (1982-02-02)	1, 12, 13	B22F
A	* colonne 1, lignes 43-54 * * colonne 2, lignes 9-40 * * colonne 2, lignes 56-1 * * revendications 4-5 *	2-11	C22C
X	CN 110 184 501 A (UNIV SHANGHAI) 30 août 2019 (2019-08-30)	1-5, 12, 13	
Y	* alinéas [0006] - [0012], [0018], [0021], [0024], [0032] - [0034], [0045] - [0046], [0048], [0051] - [0053], [0056]; figure 1; exemples *	6-13	
	----- -/-		
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
9 février 2024		Ceulemans, Judy	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS 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 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			

RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE

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

N° d'enregistrement
national

FA 923488
FR 2302729

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	EP 3 964 308 A1 (MITSUBISHI POWER LTD [JP]) 9 mars 2022 (2022-03-09) * abrégé * * alinéas [0001], [0010] - [0015], [0029], [0032], [0040] - [0062], [0063], [0064], [0070], [0073], [0085] - [0087]; revendications; figures; exemples * -----	1-13	
T	MEETHAM G. W.: "Trace elements in superalloys-an overview", METALS TECHNOLOGY., vol. 11, no. 1, 2 janvier 1984 (1984-01-02), pages 414-418, XP093129489, GB ISSN: 0307-1693, DOI: 10.1179/030716984803275188 Extrait de l'Internet: URL:https://dx.doi.org/10.1179/030716984803275188> * * -----	1-13	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)

Date d'achèvement de la recherche	Examineur
9 février 2024	Ceulemans, Judy

CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS 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	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
---	---

ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE **RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 2302729 FA 923488**

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 **09-02-2024**
 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
EP 2071128	A2	17-06-2009	CA	2645380 A1	13-06-2009
			EP	2071128 A2	17-06-2009
			JP	5419433 B2	19-02-2014
			JP	2009144717 A	02-07-2009
			US	2010008778 A1	14-01-2010

US 4314007	A	02-02-1982	CH	602330 A5	31-07-1978
			DE	2642757 A1	02-03-1978
			DE	7629693 U1	05-10-1978
			GB	1565597 A	23-04-1980
			JP	S5328517 A	16-03-1978
			JP	S6049586 B2	02-11-1985
			US	4314007 A	02-02-1982

CN 110184501	A	30-08-2019	AUCUN		

EP 3964308	A1	09-03-2022	CN	114192785 A	18-03-2022
			EP	3964308 A1	09-03-2022
			KR	20220030182 A	10-03-2022
			TW	202222451 A	16-06-2022
			US	2022134428 A1	05-05-2022
