

①⑨ RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

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

2 904 111

②① N° d'enregistrement national : **06 53046**

⑤① Int Cl⁸ : G 01 N 27/90 (2006.01)

①②

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②② Date de dépôt : 20.07.06.

③① Priorité :

④③ Date de mise à la disposition du public de la
demande : 25.01.08 Bulletin 08/04.

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

⑥① Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

⑦① Demandeur(s) : SNECMA Société anonyme — FR.

⑦② Inventeur(s) : ANTONELLI GIAMPIERO, BOUR-
LIER FLORENT, DUBOIS ERIC et TRAMUS ELEO-
NORE.

⑦③ Titulaire(s) :

⑦④ Mandataire(s) : CABINET BEAU DE LOMENIE.

⑤④ PROCÉDE DE CONTROLE NON DESTRUCTIF D'UNE PIÈCE DE TURBOREACTEUR COMPORTANT AU
MOINS UNE COUCHE DE REVÊTEMENT EN ALUMINIURE DE NICKEL ALLIÉ DE PLATINE (NIALPT).

⑤⑦ L'invention concerne un procédé de contrôle non des-
tructif d'une pièce de turboréacteur comprenant un substrat
métallique comportant au moins une couche de revêtement
en aluminium de nickel allié de platine (NiAlPt) par courants
de Foucault.

De façon caractéristique, comprend des étapes consis-
tant à :

- mesurer, à au moins une fréquence supérieure à un
Mégahertz et en au moins un point de la pièce, au moins un
paramètre de conduction électrique associé à ladite couche
de revêtement, le paramètre étant choisi parmi des mesures
d'impédance de la sonde, de conductance électrique ou de
conductivité électrique de la couche de revêtement de la
pièce,

- discriminer chaque mesure du paramètre de conduc-
tion par rapport à au moins un seuil permettant de détermi-
ner si la couche de revêtement de la pièce est monophasée
ou biphasée.

FR 2 904 111 - A1



1 - Domaine technique et arrière-plan de l'invention

La présente invention concerne le domaine du contrôle non-destructif de pièces de turbomachines comportant un revêtement en composé intermétallique
5 allié, notamment en aluminiure de nickel modifié par ajout de platine (AlNiPt) et s'applique en particulier, dans le domaine aéronautique, au contrôle des aubes de turbines d'un turboréacteur.

10 2 - Etat de la technique et problème posé

Les pièces de turboréacteurs, en particulier les aubes de turbines haute pression telle que celle illustrée sur les figures 1A à 1C, doivent soutenir des efforts mécaniques importants dans les conditions de
15 fonctionnement particulièrement difficiles qui règnent en sortie de chambre de combustion, exposées à de très hautes températures (THT) de l'ordre de 1000°C à 2000°C au milieu d'un flux de gaz brûlant et oxydant.

Pour résister à de telles conditions, les aubes
20 de turbine sont réalisées en superalliage et généralement recouvertes sur toute leur surface par une ou plusieurs couches d'un revêtement de protection.

Dans le domaine aéronautique, en particulier pour les turbines, il est connu d'utiliser un
25 revêtement en aluminiure de nickel, pouvant être recouvert par une couche de céramique, par exemple en zircone yttrié. L'ensemble formé par la céramique et la sous-couche en AlNiPt constitue une barrière thermique. Lorsqu'elle est utilisée seule, la couche de revêtement
30 en aluminiure de nickel assure une fonction de protection du superalliage contre l'oxydation et/ou la corrosion THT (à très haute température). Lorsque la couche en AlNiPt est utilisée comme sous-couche de barrière thermique, elle assure une fonction d'accroche
35 ou d'ancrage, c'est-à-dire de liaison mécanique entre

la couche de céramique et le substrat métallique en superalliage.

Le revêtement en aluminiure de nickel peut être modifié par ajout de métaux additionnels, tel que le platine comme il est mentionné par exemple dans US 5,514,482. L'adjonction de platine permet notamment d'éviter un écaillage précoce de la couche de céramique servant de barrière thermique. En outre, le platine augmente l'activité de l'aluminium dans la sous-couche et permet de mieux maîtriser son vieillissement.

Pour garantir la durée de vie de la protection contre l'oxydation et la tenue de la barrière thermique, il est nécessaire que la sous-couche en aluminiure de nickel modifié par le platine soit monophasée et de structure $\beta\text{-Al}(\text{Ni},\text{Pt})$.

Toutefois, des dérives dans le procédé d'élaboration de la barrière thermique peuvent entraîner l'apparition d'une autre phase parasite $\xi\text{-Al}_2\text{Pt}$ dans la sous-couche.

La figure 2 montre un diagramme ternaire des phases du composé intermétallique Al-Ni-Pt, sur lequel il apparaît en effet que les conditions de formation de la phase $\beta\text{-(Al,Ni)Pt}$ sont proches des conditions favorisant l'apparition de la phase $\xi\text{-Al}_2\text{Pt}$.

La coexistence des deux phases $\beta\text{-Al}(\text{Ni},\text{Pt})$ et $\xi\text{-Al}_2\text{Pt}$ est nuisible à la tenue de la barrière thermique. Une structure biphasée AlNiPt/Al₂Pt entraîne un écaillage très rapide de la céramique en test d'oxydation cyclique (moins de cent cycles de tenue d'une heure à une température de 1100°C pour une structure biphasée, contre plus de cinq cents cycles pour une structure monophasée).

Une telle structure biphasée apparaît sur des vues en coupe au microscope électronique à balayage (MEB) comme celle illustrée sur la vue 3.

Le problème est qu'il n'existe pas actuellement de procédé de contrôle non destructif permettant de détecter une structure biphasée dans une couche de revêtement, tout en respectant l'intégrité de la pièce.

5 Actuellement, la détection d'une structure biphasée est effectuée en plaçant un échantillon-témoin dans chaque fournée de pièces à revêtir. A l'issue du procédé d'élaboration des pièces, l'échantillon-témoin est découpé et chaque coupe est analysée au microscope
10 électronique à balayage (MEB). Lorsque l'analyse au MEB révèle une structure biphasée, tout le lot de pièces correspondant est mis de côté dans l'attente d'une solution de tri ou de récupération.

Toutefois, cette méthode par échantillon-témoin
15 n'est pas du tout satisfaisante. En pratique, les échantillons-témoins semblent beaucoup plus sujet à la formation d'une structure biphasée que les pièces. En effet, lorsque l'échantillon-témoin est biphasé, une ou plusieurs pièces rebutées de la fournée sont
20 généralement découpées et analysées et il est très fréquent que certaines pièces ne soient pas biphasées.

Le but de la présente invention est de mettre au point un procédé de contrôle non destructif permettant de contrôler individuellement des pièces
25 revêtues d'une couche en aluminiure de nickel modifié par ajout de platine et de déterminer la présence d'une éventuelle structure biphasée dans la couche de revêtement.

En particulier, l'invention se rapporte à un
30 procédé de CND permettant de détecter une structure biphasée sur des pièces neuves sortant de fabrication, même quand elles sont recouvertes d'une épaisse couche de barrière thermique en céramique, sans avoir à décaper celle-ci.

35 Le problème est de détecter une structure biphasée dans des couches de revêtement ultraminces de

l'ordre de quelques dizaines de micromètres d'épaisseur.

Un autre but de l'invention est de mettre au point un procédé de CND permettant de quantifier ou de
5 mesurer finement l'apparition d'une structure biphasée, voire de la localiser.

3-Exposé de l'invention

Ces objectifs sont atteints, selon l'invention, en mettant en oeuvre un procédé de contrôle non
10 destructif d'une pièce de turboréacteur comprenant un substrat métallique comportant au moins une couche de revêtement en aluminiure de nickel allié de platine (NiAlPt), le procédé consistant à :

- générer dans la pièce des courants de Foucault, à au
15 moins une fréquence supérieure à une centaine de kiloHertz, à l'aide d'une sonde électromagnétique, appliquée en au moins un point en surface de la pièce,
- mesurer une réaction électromagnétique induite dans la sonde par les courants de Foucault générés dans la
20 pièce, le procédé comprenant des étapes consistant à :
 - mesurer, à au moins une fréquence ,supérieure à un MégaHertz et en au moins un point de la pièce, au moins un paramètre de conduction électrique associé à ladite couche de revêtement,
- 25 - discriminer chaque mesure du paramètre de conduction par rapport à au moins un seuil permettant de déterminer si la couche de revêtement de la pièce est monophasée ou biphasée.

De préférence, ledit paramètre est choisi parmi
30 des mesures d'impédance de la sonde, de conductance électrique et/ou de conductivité électrique de la couche de revêtement de la pièce.

Egalement, de préférence, le procédé met en oeuvre une étape consistant à mesurer l'impédance d'une
35 sonde électromagnétique appliquée sur au moins un point en surface de la pièce.

De préférence, le procédé et en oeuvre des étapes consistant à mesurer plusieurs valeurs du paramètre de conduction à plusieurs fréquence supérieures à un MégaHertz.

5 Il est prévu d'établir au moins une mesure d'un paramètre de conductance électrique de la couche de revêtement de la pièce.

Alternativement, il est prévu d'établir au moins une mesure d'un paramètre de conductivité
10 électrique de la couche de revêtement de la pièce.

De façon avantageuse, le procédé met en oeuvre des étapes consistant à établir, pour chaque point de la pièce, des mesures des paramètres suivants :

- conductivité électrique de la couche de revêtement,
15 - épaisseur de la couche de revêtement,
- conductivité électrique du substrat,
et à établir un critère de caractérisation d'une structure biphasée correspondant au produit de l'épaisseur de la couche de revêtement par la
20 différence entre les conductivités électriques de la couche de revêtement et du substrat.

Avantageusement, il est prévu de déterminer au moins un seuil de discrimination du critère de caractérisation de la structure biphasée.

25 De préférence, on établit deux seuils de discrimination, un seuil supérieur au-dessus duquel une pièce est biphasée, et un seuil inférieur en dessous duquel une pièce est monophasée.

De préférence, il est prévu d'effectuer des
30 mesures en plusieurs points situés sur la surface externe d'une aube de turbine et comprenant des points situés sur une surface d'intrados de l'aube, des points situés sur une surface d'extrados de l'aube ainsi qu'au moins un point situé près du bord d'attaque de l'aube.

35 Egalement, lorsque dans la mise en oeuvre du procédé, si tous les points de mesure présentent un

paramètre de conduction inférieur au seuil, la pièce est qualifiée comme étant monophasée, et si au moins un point présente un paramètre de conduction supérieur au seuil, la pièce, qui est alors est qualifiée comme
5 étant biphasée, est disqualifiée.

L'invention concerne également le cas dans lequel on effectue, en outre, une étape préliminaire consistant à déterminer le seuil en testant au moins une aube ayant une couche de revêtement partiellement
10 biphasée, par mesure dudit paramètre de conduction électrique de la couche de revêtement en au moins un point où cette couche présente une structure monophasée β -(Al,Ni)Pt et en au moins un point où cette couche présente une structure biphasée β -(Al,Ni)Pt + ξ -Al₂Pt,
15 ledit seuil étant établi entre les valeurs dit paramètre de conduction électrique mesurées en ces deux points. Ce test peut comprendre la réalisation d'analyses micrographiques permettant de déceler des emplacements présentant une structure monophasée
20 β -(Al,Ni)Pt et des emplacements présentant une structure biphasée β -(Al,Ni)Pt + ξ -Al₂Pt afin de réaliser la mesure de conductivité électrique dans ces deux catégories d'emplacements.

25 4-Description des figures

D'autres particularités ou avantages de l'invention apparaîtront clairement dans la suite de la description donnée à titre d'exemple non limitatif et faite en regard des dessins annexés sur lesquels :

30 Les figures 1A, 1B et 1C représentent des vues, côté extrados, intrados et en coupe d'une aube de turbine recouverte d'une couche de revêtement en aluminium de nickel modifié platine et sur laquelle figurent plusieurs points où l'on cherche à détecter
35 une structure biphasée grâce au procédé selon l'invention ;

La figure 2 représente un diagramme ternaire du composé Al-Ni-Pt utilisé dans des couches de revêtement de pièces aéronautiques, selon l'état de l'art (source : Brian Gleesson, Iowa State University);

5 La figure 3 est une vue au microscope MEB d'une coupe d'une pièce dont la couche de revêtement présente deux phases;

La figure 4 est une représentation schématique d'un dispositif de mesure par courant de Foucaud
10 utilisé dans le procédé selon l'invention ;

La figure 5 est une vue schématique en coupe de l'application de la sonde sur une pièce revêtue d'une barrière thermique ;

La figure 6 est un schéma du modèle analytique
15 des diverses couches d'une pièce analysée selon un algorithme de calcul utilisé par le procédé selon l'invention.

La figure 7 représente des courbes fréquentielles de mesure d'impédance menées sur quatre
20 types d'échantillons différents comportant respectivement un substrat nu (Q) une couche de revêtement en AlNiPt monophasé (I), biphasé (II), très biphasé (III) ;

Les figures 8 à 11 montrent des courbes
25 fréquentielles de mesures d'impédance relevées en dix points 1 à 10 sur, respectivement :

- une ébauche d'aube X constituée de substrat nu (fig.8),
- une aube XI avec une couche de revêtement
30 monophasé(fig.9),
- une aube XII recouverte d'une couche de revêtement partiellement biphasée (fig. 10) et,
- une aube XIII recouverte d'une couche de revêtement fortement biphasée (fig. 11) ;

35 La figure 12 est un diagramme de mesures de conductivité de la couche de revêtement relevées en dix

points sur les quatre précédentes aubes X,XI,XII,XIII,
selon l'invention ;

La figure 13 montre un diagramme des valeurs
d'un critère de caractérisation de la structure
5 biphasée établi en dix points de mesure sur les quatre
précédentes aubes X, XI, XII, XIII, en mettant en
oeuvre le procédé selon l'invention;

La figure 14 montre un tableau des valeurs de
conductivité, d'épaisseur et de critère de
10 caractérisation de la structure biphasée établies
d'après le procédé selon l'invention en dix points de
mesures sur deux aubes L et M qui se sont distinguées
dans des lots de quelques centaines d'aubes contrôlées
en mettant en oeuvre le procédé selon l'invention.

15

5-Description détaillée

Dans la présente description, l'expression
"monophasé" ou "présentant une structure monophasée"
est utilisée pour qualifier une pièce ou une zone
20 ponctuelle d'une pièce dans laquelle une couche de
revêtement à base d'aluminiure de nickel modifié par
ajout de platine Al-Ni-Pt, forme uniquement une phase
de type β -(Ni,Pt)Al.

L'expression "biphasé" ou "présentant une
25 structure biphasée" est utilisée pour désigner la
coexistence d'au moins deux phases, la phase
 β -(Ni,Pt)Al et une phase parasite ξ -Al₂Pt. Ces deux
phases se forment à partir du composé Al-Ni-Pt utilisé
pour former la couche de revêtement d'une pièce.

30 Ainsi, la figure 3 est une vue au microscope
MEB d'une coupe d'une pièce dont la couche de
revêtement présente deux phases: une
phase 20 β -Al(Ni,Pt) surmontée d'une phase 22 ξ -Al₂Pt.

Les figures 4 et 5 montrent un dispositif de
35 mesure à sonde électromagnétique utilisé pour détecter
l'apparition d'une structure biphasée dans une couche

de revêtement en aluminiure de nickel allié de platine Al-Ni-Pt sous-jacente à la surface d'une pièce à analyser selon l'invention.

Le dispositif comprend, une sonde électro-
5 magnétique PRB, un générateur de fréquence GNT pour exciter la sonde avec un courant d'induction alternatif et un appareil d'analyse MSR et ANL relié à la sonde PRB. L'appareil analyse la réponse inductive de la sonde PRB à l'excitation électromagnétique générée par
10 le courant du générateur de fréquence GNT.

Le générateur utilisé fournit un courant alternatif à des fréquences élevées de l'ordre de plusieurs centaines de kiloHertz à quelques dizaines de MégaHertz, cette dernière valeur de fréquence n'étant
15 pas limitative. En effet, plus la fréquence utilisée est élevée, mieux l'analyse accède à de minces couches de revêtement et mieux la présence d'une structure biphasée se distingue.

La sonde peut comporter une seule bobine
20 inductrice dont on mesure la valeur d'inductance modifiée par la présence de la pièce en matériau métallique conducteur. Alternativement la sonde peut comporter deux bobines, une première bobine d'excitation électromagnétique et une seconde bobine de
25 détection de la réaction électromagnétique induite sur l'inductance de la sonde par les courants Foucault générés dans la masse métallique de la pièce analysée.

La ou les bobines sont de préférence de type bobine planaire implantée sur un support flexible pour
30 pouvoir épouser le profil de la pièce, ce qui est particulièrement avantageux pour effectuer des mesures sur une pièce de géométrie complexe, notamment de pièces ayant des surfaces à courbure importante, comme une aube de turbine de turboréacteur (notamment sur le
35 bord d'attaque, aux points 5 et 6 des figures 1A et 1B).

Pour épouser au plus près le profil géométrique de la pièce et la couche de revêtement (sous-jacente), on utilise de préférence, comme illustré sur la figure 5, un dispositif de sonde électromagnétique à
5 succion muni d'un système d'aspiration de façon à plaquer la sonde PRB et la ou les bobines planaires contre la paroi extérieure de la pièce P à analyser.

Les dimensions de la ou des bobines sont de l'ordre de quelques millimètres à quelques centimètres
10 (surface de l'ordre de 10 mm^2 à 10 cm^2) de façon à induire un champ magnétique dans une petite surface et sur une faible profondeur, ce qui permet d'analyser finement l'état local d'une mince couche de revêtement d'une épaisseur de l'ordre d'une dizaine de micromètres
15 à une centaine de micromètres.

Le dispositif complet comportant la sonde électromagnétique PRB, le système d'aspiration et l'appareil d'analyse est commercialisé par la société italienne CESI sise à Milan-Italie.

20 Comme illustré sur la figure 5, ce type de dispositif de mesure de courants de Foucault par induction électromagnétique permet avantageusement d'effectuer des mesures à travers une épaisse couche de matériau non-conducteur, comme une céramique CER (par
25 exemple ZrO_2).

Dans le cas d'une sonde comportant une seule bobine, l'impédance de la bobine est modifiée par l'intensité des courants de Foucault induits dans la pièce par le champ électromagnétique généré par le
30 courant alternatif d'excitation émis par le générateur. Par conséquent, l'impédance de la sonde est représentative de la conductance de la masse conductrice de la pièce analysée par la sonde. Dans le cas d'une sonde comportant deux bobines, la première
35 bobine excitée par le courant du générateur induit des courants de Foucault dans la pièce, et la seconde

bobine capte le champ magnétique modifié par la pièce. Par suite, le courant électrique alternatif qui apparaît dans la seconde bobine est représentatif de la conductance de la masse métallique de la pièce.

5 La profondeur de pénétration du champ magnétique d'excitation dépend de sa fréquence ainsi que de la conductivité électrique σ et de la perméabilité magnétique μ des couches de matériau traversées dans la pièce au droit de la sonde
10 électromagnétique.

A basse fréquence, le champ magnétique pénètre profondément dans l'épaisseur de la pièce et donne naissance à des courants de Foucault dans les divers niveaux de couches traversées jusqu'à une profondeur
15 limite élevée.

A fréquence élevée, le champ magnétique pénètre superficiellement à une profondeur limitée et donne naissance à des courants de Foucault seulement dans les niveaux de couches les plus superficielles.

20 Pour mesurer la conductivité σ de plusieurs couches de matériau de profondeurs différentes, le dispositif met en oeuvre un générateur à balayage de fréquence permettant d'effectuer des mesures à plusieurs valeurs de fréquence donc à différentes
25 profondeurs.

Dans l'application aux pièces de turboréacteurs comprenant un corps creux en substrat à base Ni recouvert par une couche de revêtement en AlNiPt et éventuellement une couche de barrière thermique en
30 céramique, la couche de céramique CER, non-conductrice n'intervient pas car elle est transparente aux ondes électromagnétiques (pas de courant de Foucault induits, pas d'influence sur l'allure des courbes de réponse mais seulement sur le niveau des courbes de
35 réponse).

Dans un exemple de mise en oeuvre du procédé selon l'invention, on applique la sonde en chacun des points 1 à 10 à la surface de la pièce (voir les figures 1A, 1B et 1C). Bien évidemment, le choix du
5 nombre et de l'emplacement des points de mesure est fonction notamment de la taille et de la géométrie de la pièce.

De façon avantageuse, on utilise une sonde flexible à succion, ce qui permet de coller à la
10 surface convexe de la paroi d'intrados de la pièce et à la forte courbure du bord d'attaque.

La sonde électromagnétique génère un champ électromagnétique qui donne naissance à un courant de Foucault dans les couches conductrices de la pièce.

15 A leur tour, les courants de Foucault s'opposent au champ électromagnétique qui leur a donné naissance, de sorte que ce champ électromagnétique de la sonde est modulé, ce qui modifie sa valeur d'inductance, donc sa valeur d'impédance.

20 Par conséquent, les mesures d'impédance de la sonde sont représentatives de l'importance des courants de Foucault dans les couches de la pièce. Plus une couche est conductrice, plus les courants de Foucault sont importants et plus la valeur d'impédance de la
25 sonde augmente.

En faisant varier la fréquence du champ électromagnétique créateur du courant de Foucault, on modifie la profondeur de pénétration de ce champ électromagnétique dans les couches conductrices. Ainsi,
30 la réponse, et en particulier l'impédance mesurée, aux plus fortes fréquences dépend des caractéristiques physico-électriques des couches conductrices les plus externes.

L'appareil d'analyse de la réponse de la sonde
35 corrige le niveau de réponse affaibli par un écartement entre la sonde et le matériau conducteur, notamment à

cause de l'épaisseur de la couche de céramique CER. L'appareil effectue également une rectification de la pente des mesures d'impédance en fonction de la fréquence de façon à ramener les mesures d'impédance
5 sur une masse homogène de matériau conducteur à une valeur constante.

L'appareil permet en outre d'extraire des mesures de conductivité des couches de matériau conducteur, comme on le verra par la suite, en mettant
10 en oeuvre un modèle à plusieurs couches, tel que représenté sur la figure 6.

La figure 7 montre l'allure de courbes fréquentielles de mesures d'impédance obtenues avec un tel dispositif en appliquant la sonde électromagnétique
15 sur quatre échantillons de types différents, le générateur de fréquence du dispositif effectuant ici un balayage de plusieurs fréquences dans une gamme de 0,8 MégaHertz à 10 MégaHertz.

La courbe de réponse Q correspond à des mesures d'impédances de la sonde effectuées successivement à
20 plusieurs fréquences sur un échantillon constitué uniquement de substrat en alliage de nickel sans revêtement. La courbe Q est sensiblement constante et de niveau réduit ce qui correspond au fait que la conductivité de l'échantillon est constante dans toute
25 son épaisseur et de valeur réduite. L'analyse de l'appareil indique que cette pièce en substrat a une valeur de conductivité $\sigma_2 = 0,683 \cdot 10^6$ Siemens/mètre.

La courbe I est la réponse d'un échantillon recouvert d'une couche de revêtement en composé
30 Al-Ni-Pt monophasé, c'est-à-dire constituée d'une seule phase β -AlNiPt. La courbe I proche à basse fréquence de la courbe 0 s'élève avec la fréquence du fait que la couche de revêtement superficielle en aluminure de
35 nickel platiné β -AlNiPt a une conductivité supérieure au substrat à base de nickel. L'analyse de l'appareil

extrait une valeur de conductivité de la couche de revêtement $\sigma_1=1,26$ MS/m bien plus élevée que celle du substrat $\sigma_2=0,69$ MS/m.

La courbe II est la réponse d'un échantillon recouvert d'une couche de revêtement en AlNiPt biphasé. Les mesures d'impédance de la courbe II s'élèvent en fonction de la fréquence avec une pente bien plus forte que la courbe I du fait que la couche de revêtement en AlNiPt biphasé a une conductivité nettement supérieure à la couche de revêtement en AlNiPt monophasé. L'analyse de l'appareil indique une valeur de conductivité de la couche de AlNiPt biphasé $\sigma_1=1,45$ MS/m encore plus élevée que la valeur de conductivité $\sigma_2=1,26$ MS/m de la couche de AlNiPt monophasé.

La courbe III correspond à des mesures d'impédance sur un échantillon avec une couche de revêtement en AlNiPt très biphasé. La courbe III s'élève avec la fréquence avec une pente proche mais légèrement supérieure à la courbe II de l'échantillon biphasé.

La mesure de l'impédance de la sonde électromagnétique fournit donc une première indication sur l'état monophasé ou biphasé des échantillons.

Ainsi, la comparaison des courbes fréquentielles de mesures d'impédance effectuées sur des échantillons revêtus de couches en AlNiPt monophasé et biphasé, indiquent que les mesures d'impédance à haute, fréquence HF sont susceptibles d'indiquer l'existence d'un phénomène de structure biphasée dans la couche de revêtement.

Les mesures d'impédance s'effectuent à une fréquence élevée ou de préférence à plusieurs fréquences dans une plage de fréquences HF de l'ordre d'une ou de quelques centaines de kiloHertz à plusieurs dizaines de MégaHertz et de manière générale supérieure

à un MégaHertz, voire supérieure à une dizaine de MégaHertz.

Ainsi, la mesure du niveau d'impédance à une fréquence élevée permet de distinguer l'apparition d'un
5 phénomène de structure biphasée dans de minces couches de revêtement en aluminiure de nickel modifié par du platine sur des échantillons massifs en substrat à base d'alliage de nickel.

L'application du procédé sur des aubes creuses
10 de turbine en substrat à base de Ni recouvertes de couches de revêtement en AlNiPt a été testée en vue de détecter l'existence d'une structure biphasée sur chacune des aubes.

Les figures 8 à 14 illustrent des résultats
15 d'une campagne de mesure menée sur des aubes creuses de turbine HP, en effectuant des mesures sur chaque aube en déplaçant la sonde électromagnétique à succion sur plusieurs points d'analyse 1 à 10 comme indiqué sur les schéma des figures 1A à 1C.

20

Les figures 8 à 11 montrent l'allure de courbes de mesures d'impédance de la sonde relevées, à plusieurs fréquences entre 800 kHz et 8 MHz, en dix points 1 à 10 sur quatre aubes creuses
25 X, XI, XII, XIII.

La figure 8 montre les dix courbes fréquentielles 1-10 de mesures d'impédance relevées sur une ébauche d'aube creuse X constituée de substrat nu en alliage à base de nickel, sans revêtement, ni
30 barrière thermique.

La figure 9 montre les dix courbes 1-10 de mesures d'impédance relevées sur une aube XI faisant partie d'un lot dont l'échantillon est monophasé.

Les figures 10 et 11 montrent les dix courbes
35 de mesures d'impédance relevées sur deux aubes XII et

XIII faisant partie de deux lots présentant des échantillons biphasés.

Sur les figures 8 et 9, les courbes de mesures d'impédance de la sonde appliquée sur les aubes X et XI, présentent une allure en forme de plateau avec des valeurs d'impédance stables, non-croissantes aux fréquences supérieures à environ 2 MHz, ici. Les valeurs d'impédance mesurées restent inférieures à la valeur de référence 0.

Sur les figures 10 et 11, les courbes de mesure d'impédance des aubes XII et XIII présentent des valeurs croissant régulièrement aux fréquences supérieures à 2 MHz (ici jusqu'à une fréquence de coupure de 8MHz imposée par le générateur utilisé), avec des valeurs au delà de 2MHz supérieures à la valeur de référence 0.

A l'expertise au Microscope Electronique à Balayage de coupes effectuées en passant par les points de mesure 1 à 10, il s'avère que :

- l'aube XI est monophasée ;
- l'aube XII est légèrement et partiellement biphasée, la zone biphasée couvrant l'extrados (points 5 à 10);
- l'aube XIII est très biphasée sur toute sa surface (quasi-totalité des points 1 à 10).

Ces premiers résultats sur aubes confirment que les mesures d'impédance fournies par la sonde avec la rectification fréquentielle du dispositif, constituent un paramètre révélateur de la présence d'une structure biphasée en un ou plusieurs points dans la couche de revêtement d'une aube creuse.

Pour obtenir un paramètre numérique et établir une limite mesurable d'apparition de la structure biphasée, il est prévu, selon une alternative du procédé, de faire appel aux mesures de conductivité élaborées par le dispositif utilisé.

Pour mesurer la conductivité σ des couches de la pièce, le dispositif utilise des mesures d'impédance à plusieurs valeurs de fréquences, telles que celles obtenues précédemment grâce au générateur à balayage de
5 fréquence.

Cependant les mesures fournissent seulement une valeur globale d'impédance de la sonde représentative de la somme globale (intégrale) des conductivités des niveaux de profondeur rencontrés successivement,
10 pondérées par l'importance relative des courants de Foucault dans chacun de ces niveaux.

Pour extraire une valeur de conductivité σ d'une couche, l'appareil met en oeuvre un modèle d'analyse à plusieurs couches représenté sur la
15 figure 6.

Le modèle de la figure 6 prend en compte trois couches conductrices C1, C2, C3 et leur attribue respectivement une épaisseur L1, L2, L3, une conductivité électrique σ_1 , σ_2 , σ_3 (mesure de
20 conductance par unité de longueur, s'exprimant en Siemens par mètre, S/m) et une perméabilité magnétique μ_1 , μ_2 , μ_3 .

Dans l'application aux pièces de turbines comprenant un corps creux en substrat à base d'alliage de nickel recouvert par une couche de revêtement en
25 aluminiure de nickel allié de platine et éventuellement une couche de barrière thermique en céramique,

- la couche de céramique, non-conductrice n'intervient pas (transparente aux ondes
30 électromagnétique, pas de courant de Foucault induits);

- les épaisseurs du substrat en alliage de nickel et de couche de revêtement en Al-Ni-Pt sont non-ferromagnétiques et les coefficients de perméabilité magnétique relative μ_1 , μ_2 , μ_3 sont
35 considérés comme des constantes égales à un

(perméabilité magnétique absolue, $\mu = \mu_0.1 = \mu_0$, constante de perméabilité magnétique du vide).

- la cavité de l'aube creuse remplie d'air, est non conductrice et n'intervient pas (conductivité C3 nulle ou minorée).

Pour déterminer la conductivité et l'épaisseur de chaque couche, l'appareil d'analyse procède par approximations successives. L'appareil d'analyse fixe des valeurs arbitraires d'épaisseur et de conductivité
 10 L1, σ_1 , L2, σ_2 , L3, σ_3 pour chaque couche et simule, en fonction de ces paramètres, les courants de Foucault engendrés dans les couches et la réponse électromagnétique globale du modèle. L'appareil compare la réponse du modèle à différentes fréquences avec la
 15 réponse électromagnétique réelle mesurée à l'aide de la sonde aux mêmes fréquences et détermine une erreur quadratique entre les deux courbes de réponses. L'appareil teste ainsi plusieurs séries de valeurs L1, σ_1 , L2, σ_2 , L3, σ_3 et calcule les erreurs
 20 correspondantes pour sélectionner finalement la série de valeurs L1, σ_1 , L2, σ_2 , L3, σ_3 pour laquelle l'erreur quadratique est minimale.

La figure 12 représente sous forme de diagramme synthétique, les mesures de conductivité (σ_1) relevées
 25 sur les aubes creuses X, XI, XII, XIII des figures 10 à 13.

Les mesures de conductivité sur l'ébauche d'aube creuse X constituée uniquement de substrat Ni, font état de valeurs de conductivité σ_1 comprises entre
 30 0,6 MS/m et 0,7 MS/m avec une valeur moyenne de 0,65 MégaSiemens par mètre.

L'aube XI dont la couche de revêtement est monophasée, présente dix points 1-10 de mesures de conductivité σ_1 qui s'échelonnent entre 0,65 MS/m et
 35 0,96 MS/m avec une moyenne d'environ 0,8 MégaSiemens/mètre.

Sur l'aube XII dont la couche de revêtement est en partie biphasée (certains points de l'extrados présentent une structure biphasée, d'autres points présentent une structure à une seule phase) les mesures
5 de conductivité σ_1 s'échelonnent entre 0,85 MS/m et 1,2 MS/m avec une valeur moyenne d'environ 1 MS/m.

Sur l'aube XIII très biphasée (la plupart des points présentant une structure biphasée), les mesures de conductivité σ_1 s'échelonnent entre 0,9 MS/m et
10 1,32 MS/m avec une valeur moyenne d'environ 1,1 MS/m.

Dans l'ensemble, les pièces biphasées XII et XIII présentent des mesures de conductivité plus élevées que la pièce monophasée XI. Les valeurs moyennes de conductivité pour les pièces biphasées XII
15 et XIII se situent autour de 1 MS/m à 1,1 MS/m tandis que la valeur moyenne de conductivité pour l'aube monophasée XI se situe aux environs de 0,8 MS/m à 0,9 MS/m. Une mesure élevée de la conductivité σ_1 de la couche de revêtement constitue donc un indice
20 révélateur d'une structure biphasée.

Ainsi, les mesures de conductivité permettent de distinguer globalement une pièce biphasée par rapport à une pièce monophasée, en se basant notamment sur des valeurs en plusieurs points ou sur une valeur
25 moyenne.

On peut par exemple, dans le cas présent, fixer un seuil moyen de mesure de conductivité à une valeur de l'ordre de 0,8 MS/m à 1,2 MS/m ici, pour distinguer les pièces biphasées par rapport aux pièces
30 monophasées, en se basant sur les valeurs moyennes de conductivité en plusieurs points de chaque pièce.

Cependant, les mesures ponctuelles de conductivité sur la pièce monophasée XI s'étendent sur une plage de valeurs comprises entre 0,65 MS/m et
35 1 MS/m tandis que les mesures ponctuelles de conductivité sur les pièces biphasées XII et XIII

s'étendent sur une plage de valeurs comprises entre 0,85 MS/m et plus de 1,3 MS/m.

Ces plages de mesure se recouvrent, ce qui pose une difficulté pour discriminer de façon certaine une
5 pièce biphasée par rapport à une pièce monophasée et surtout pour localiser de façon sûre chaque point biphasé sur une pièce par rapport à un point exempt de structure biphasée.

De plus, les points qui s'avèrent être biphasés
10 à l'analyse au MEB des coupes des aubes XII et XIII ne correspondent pas aux points pour lesquels la mesure de conductivité σ_l est la plus élevée et notamment supérieure à 1 MS/m. Les points des aubes XII et XIII qui s'avèrent monophasés ne correspondent pas au points
15 de mesure de conductivité σ_l les moins élevés, inférieurs à 1-1,1 MS /m.

La plage de mesure de conductivité σ_l comprise entre 0,9 et 1,2 MS/m forme donc une zone critique, dans lequel l'incertitude de mesure sur le paramètre de
20 conductivité superficiel σ_l ne permet pas de discriminer nettement un point biphasé par rapport à un point monophasé.

Cette incertitude est due à l'appareillage de mesure et aux limites du modèle d'analyse utilisé qui
25 calcule le paramètre de conductivité σ_l d'une couche de revêtement avec une certaine imprécision dans cette plage en procédant par approximations successives pour déterminer la valeur de conductivité σ_l et l'épaisseur L_1 de la couche de revêtement.

Or, il se trouve que les couches de revêtement
30 des aubes testées sont très fines, leur épaisseur étant seulement de l'ordre de quelques dizaines de micromètres à une centaine de micromètres (nominalement 40 à 75 μm) alors que la limite de définition du modèle
35 utilisé est de l'ordre de plusieurs dizaines de micromètres (nominalement 50 μm).

L'incertitude provient donc du fait que le modèle d'analyse utilisé travaille à sa limite de définition.

Pour résoudre ce problème d'incertitude de mesure, il est proposé selon l'invention de faire appel à un meilleur paramètre issu des mesures de conductivité et d'épaisseur de la couche de revêtement et du substrat, fournies par le dispositif.

De façon surprenante, pour s'affranchir de l'incertitude sur les calculs de σ_1 et de L_1 , il est prévu de calculer un critère obtenu en multipliant une valeur de conductivité par une valeur d'épaisseur, un tel produit étant homogène à une conductance.

Selon une version de calcul simple, on peut choisir un critère de caractérisation correspondant au produit de la valeur de conductivité σ_1 par l'épaisseur L_1 de la couche de revêtement.

De préférence, le critère de caractérisation de la structure biphasée s'établit selon la formule suivante :

$$C = (\sigma_1 - \sigma_2) \times L_1$$

laquelle,

σ_1 est une mesure de conductivité de la couche de revêtement,

σ_2 est une mesure de conductivité du substrat et,

L_1 est une mesure de l'épaisseur de la couche de revêtement, ces mesures étant effectuées par le modèle d'analyse en chaque point de la pièce analysée.

Le critère de caractérisation C est homogène à une conductance et s'exprime en Siemens.

De façon avantageuse et surprenante, l'erreur d'approximation sur les valeurs de conductivité σ_1 - σ_2 compense l'erreur d'approximation sur les valeurs d'épaisseur L_1 calculées par le modèle, si bien que les valeurs du critère C présentent une faible incertitude.

La figure 13 montre sous forme de diagramme les résultats de calcul du critère C obtenus à partir des valeurs de conductivité σ_1 , σ_2 et d'épaisseur L_1 établies par le modèle pour les dix points 1-10 des aubes X, XI, XII, XIII des figures 8 à 11.

Les valeurs du critère C apparaissent nettement distinctes et s'échelonnent respectivement pour chacune des aubes X, XI, XII et XIII :

- à des valeurs minimales inférieures à 8 S pour l'aube X sans revêtement ;
- à de faibles valeurs entre 8 et 14 S pour l'aube XI monophasée ;
- à des valeurs s'élevant entre 14 S et 47 S pour l'aube XII partiellement biphasée ;
- à des valeurs élevées entre 20 S et 66 S pour l'aube XIII présentant un extradoss très biphasé.

De façon avantageuse, les valeurs du critère C pour l'aube monophasée XI se démarquent des valeurs du critère C pour les aubes biphasées XII et XIII.

Avantageusement, il n'y a pas de recouvrement entre la plage de valeurs du critère C pour l'aube XI monophasée et la plage de valeurs du critère C pour les aubes biphasées XII et XIII.

En outre, il apparaît que les points des aubes biphasées XII et XIII présentant les plus fortes valeurs du critère C (notamment supérieur aux valeurs moyennes de 30 S à 40 S) coïncident avec les points qui s'avèrent biphasés à l'observation au MEB des coupes des aubes XII et XIII. Les points des aubes XII et XIII présentant les plus faibles valeurs du critère C (notamment inférieur aux valeurs moyennes de 30 S-40 S), coïncident avec les points qui s'avèrent monophasés sur les coupes observées au MEB.

Ainsi le critère C correspondant au produit $(L_1 \cdot (\sigma_1 - \sigma_2))$ constitue un critère fiable de

caractérisation de la structure biphasée permettant de discriminer nettement une pièce biphasée par rapport à une pièce monophasée.

De façon avantageuse les valeurs du critère C se démarquent, ce qui permet de fixer un seuil ou même deux valeurs de seuil pour discriminer de manière nette un point biphasé par rapport à un point monophasé.

D'après les résultats des mesures précédentes sur les aubes XI,XII,XIII, on peut fixer, à titre indicatif, une première valeur de seuil de 30 Siemens en dessous duquel un point d'une pièce est considéré comme monophasé et une seconde valeur de seuil de 40 Siemens au-dessus duquel un point d'une pièce est considéré comme biphasé.

Par suite, selon cet exemple, une pièce est qualifiée comme étant monophasée si le critère de caractérisation de la structure biphasée C est inférieur au premier seuil, ici de 30 S, en tous les points d'analyse de la pièce. La pièce est considérée comme biphasée si le critère de caractérisation de la structure biphasée est supérieur au second seuil, ici de 40 S, en au moins un point d'analyse de la pièce.

Ces résultats sont confirmés par une campagne de mesure sur plusieurs lots comptant plusieurs centaines d'aubes et dont les résultats ne peuvent être reproduits en entier ici.

La figure 14 indique les valeurs de mesures sur deux aubes L et M qui se sont distinguées dans cette campagne de test.

La première aube L a été sélectionnée car elle présente des valeurs du critère de caractérisation de la structure biphasée C extrêmement élevée entre 45 S et 96 Siemens, sur tous les points d'analyse 1-10 sauf en deux points n° 7 et n°9 (19 S et 23 Siemens).

A l'expertise au MEB des coupes de l'aube L, on observe une importante structure biphasée β -(Ni,Pt)Al +

ξ -Al₂Pt sur toute la surface de l'aube, particulièrement marqué à la partie supérieure de l'aube (points 2,4,6,10) à l'exception des deux points n° 7 et 9 à la partie inférieure de l'extrados.

5 La seconde aube M a été sélectionnée car, parmi les dix points d'analyse 1 à 10, les mesures du critère C atteignent une valeur maximale de 33 Siemens qui se situe entre le premier seuil de 30 S et le second seuil de 40 S indiqué précédemment. Deux points n°2 et n°6
10 présentent des valeurs maxima du critère C de 33 Siemens, tous les autres points ayant des valeurs de critère C inférieures à 26 Siemens.

A l'expertise au MEB des coupes de l'aube M, on observe une structure biphasée peu importante à la
15 partie supérieure du bord de fuite et du bord d'attaque de l'aube, c'est-à-dire aux points n°2 et 6. Tout le reste de la surface de l'aube M est monophasé.

Ces résultats sur des aubes qui se démarquent parmi des lots de plusieurs centaines d'aubes, confirment la pertinence du critère de caractérisation
20 C de la structure biphasée élaboré selon l'invention et valident, en particulier, les deux valeurs de seuil fixées pour discriminer les points biphasés par rapport aux points monophasés.

25 Ainsi, l'invention fournit un procédé de contrôle non destructif de pièces de turbine recouverte de couches de revêtement en aluminiure de nickel allié platine, dans lequel on mesure un tel critère de caractérisation de la structure biphasée en un ou
30 plusieurs points de chaque pièce, on discrimine chaque mesure du critère par rapport à au moins un seuil de discrimination du critère de caractérisation de la structure biphasée (après avoir déterminé la ou les valeurs de seuil de discrimination d'une pièce
35 monophasée par rapport à une pièce biphasée) et on qualifie comme monophasée chaque pièce dont tous les

points de mesure présentent un critère de caractérisation de structure biphasée inférieur au seuil et/ou on disqualifie comme biphasée chaque pièce dont au moins un point de mesure présente un critère de caractérisation supérieur au seuil de discrimination.

5

REVENDECATIONS

1. Procédé de contrôle non destructif d'une pièce de turboréacteur comprenant un substrat métallique comportant au moins une couche de revêtement en aluminiure de nickel allié de platine (NiAlPt), le procédé consistant à :
- générer dans la pièce des courants de Foucault, à au moins une fréquence (Frq) supérieure à une centaine de kiloHertz, à l'aide d'une sonde électromagnétique, appliquée en au moins un point (1-10) en surface de la pièce,
 - mesurer une réaction électromagnétique induite dans la sonde par les courants de Foucault générés dans la pièce,
- caractérisé en ce qu'il comprend des étapes consistant à :
- mesurer, à au moins une fréquence ,supérieure à un MégaHertz et en au moins un point de la pièce, au moins un paramètre de conduction électrique associé à ladite couche de revêtement,
 - discriminer chaque mesure du paramètre de conduction par rapport à au moins un seuil permettant de déterminer si la couche de revêtement de la pièce est monophasée ou biphasée.
2. Procédé selon la revendication 1, dans lequel on effectue plusieurs mesures du paramètre de conduction à plusieurs fréquences supérieures à un MégaHertz.
3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que ledit paramètre est choisi parmi des mesures d'impédance de la sonde, de conductance électrique et/ou de conductivité électrique de la couche de revêtement de la pièce
4. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce qu'il consiste à, pour chaque point de la pièce, établir des mesures des paramètres suivants :

- conductivité (σ_1) électrique de la couche de revêtement,
 - épaisseur (L_1) de la couche de revêtement,
 - conductivité (σ_2) électrique du substrat,
- 5 et établir un critère (C) de caractérisation d'une structure biphasée correspondant au produit ($L_1 \cdot [\sigma_1 - \sigma_2]$) de l'épaisseur de la couche de revêtement par la différence entre les conductivités électriques de la couche de revêtement et du substrat.
- 10 5. Procédé selon la revendication 4, dans lequel on détermine au moins un seuil (Γ_1 , T_1) de discrimination du critère de caractérisation de la structure biphasée.
6. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, dans lequel on établit deux seuils (Γ_1 , Γ_2 ; T_1 , T_2) de discrimination,
- 15 un seuil supérieur (T_2) au-dessus duquel une pièce est biphasée, et un seuil inférieur (T_1) en dessous duquel une pièce est monophasée.
7. Procédé selon l'une des revendications 1 à 6, dans lequel on effectue des mesures en plusieurs points
- 20 (1-10) situés sur la surface externe d'une aube de turbine et comprenant des points (1-4) situés sur une surface d'intrados de l'aube, des points (7-10) situés sur une surface d'extrados de l'aube ainsi qu'au moins un point (5,6) situé près du bord d'attaque de l'aube.
- 25 8. Procédé selon l'une des revendications 1 à 7, dans lequel, si tous les points de mesure présentent un paramètre de conduction (Imp ; σ_1 ; C) inférieur au seuil (0 ; Γ_1 ; T_1), la pièce est qualifiée comme étant monophasée, et si au moins un point présente un
- 30 paramètre de conduction supérieur au seuil, la pièce est disqualifiée.
9. Procédé selon l'une des revendications 1 à 8, dans lequel on effectue, en outre, une étape préliminaire consistant à déterminer le seuil en testant au moins
- 35 une aube ayant une couche de revêtement partiellement biphasée, par mesure dudit paramètre de conduction

électrique de la couche de revêtement en au moins un point où cette couche présente une structure monophasée β -(Al,Ni)Pt et en au moins un point où cette couche présente une structure biphasée β -(Al,Ni)Pt + ξ -Al₂Pt, 5 ledit seuil étant établi entre les valeurs dit paramètre de conduction électrique mesurées en ces deux points.

1/8

FIG.1A

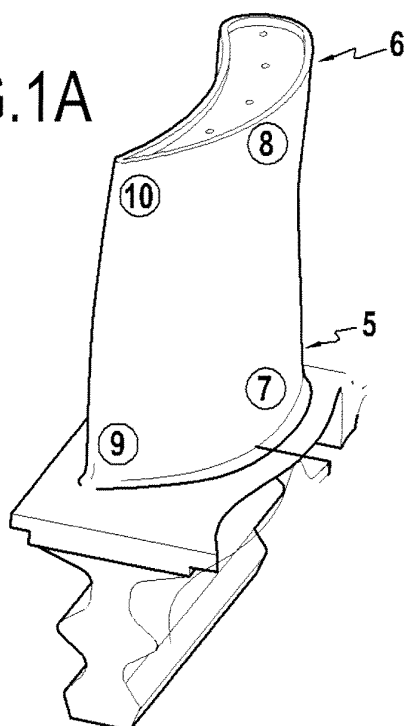


FIG.1B

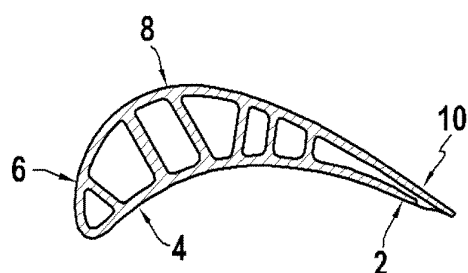
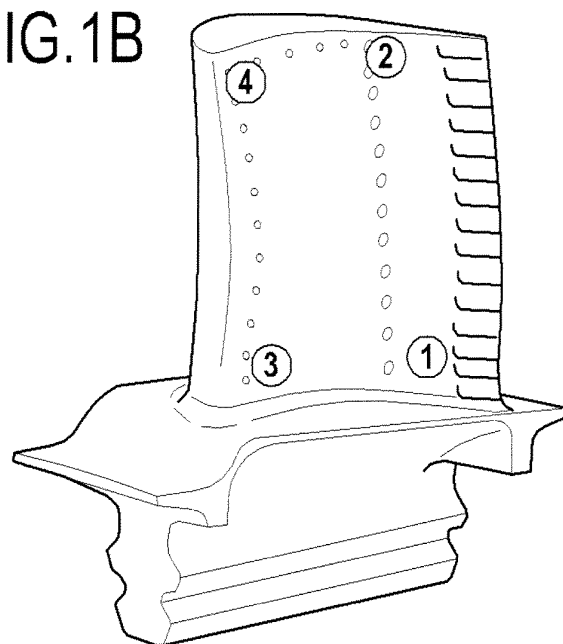


FIG.1C

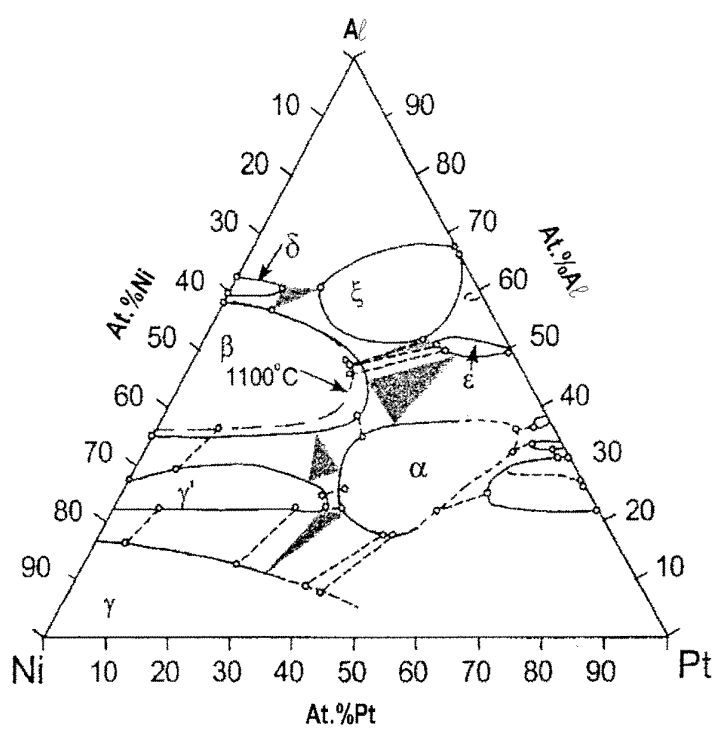


FIG.2

2/8

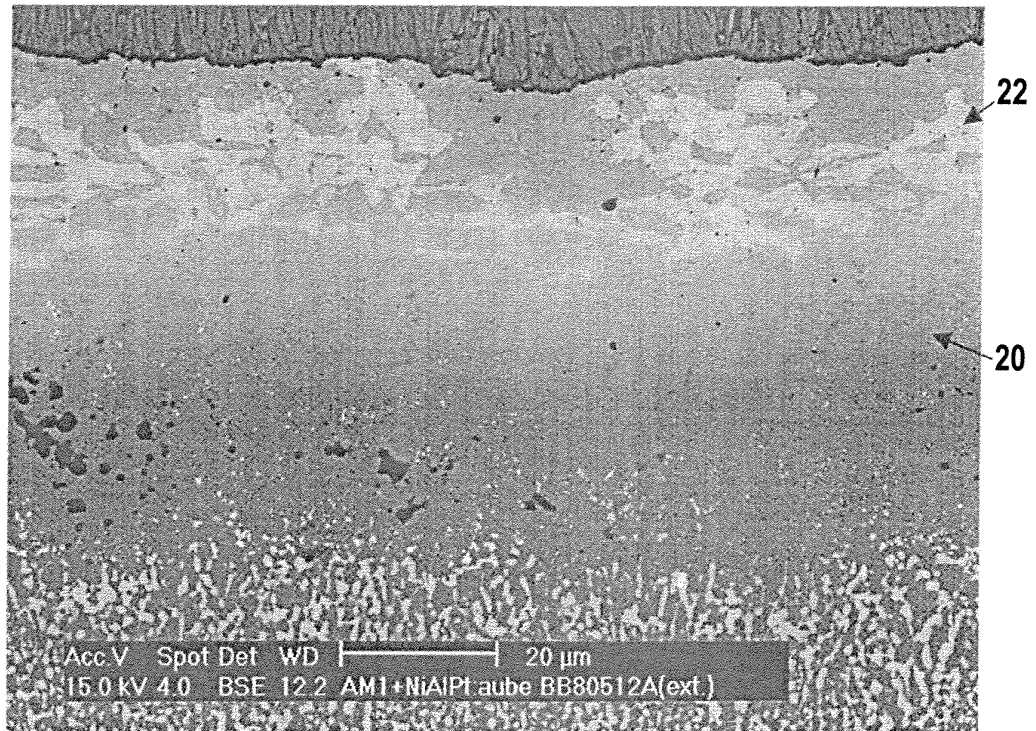


FIG.3

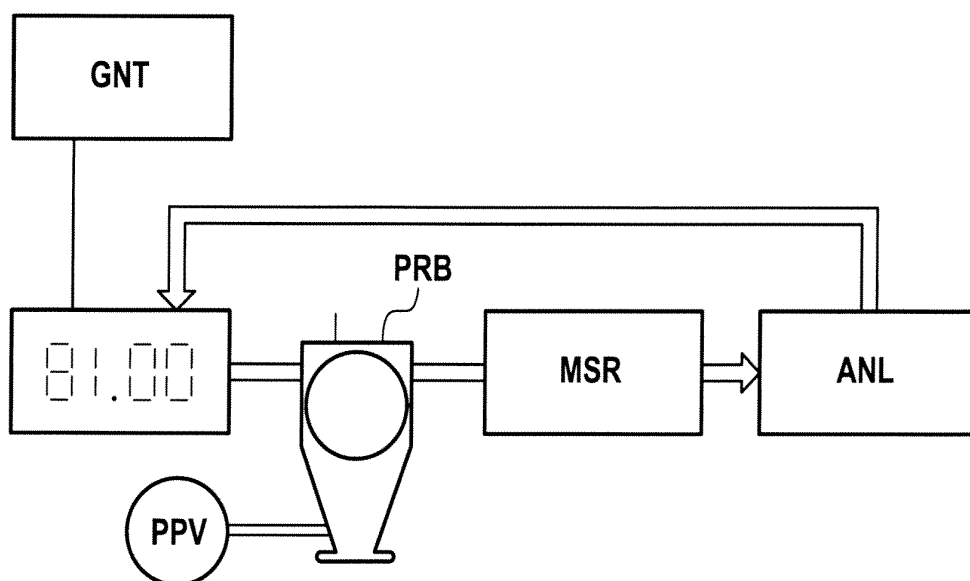


FIG.4

3/8

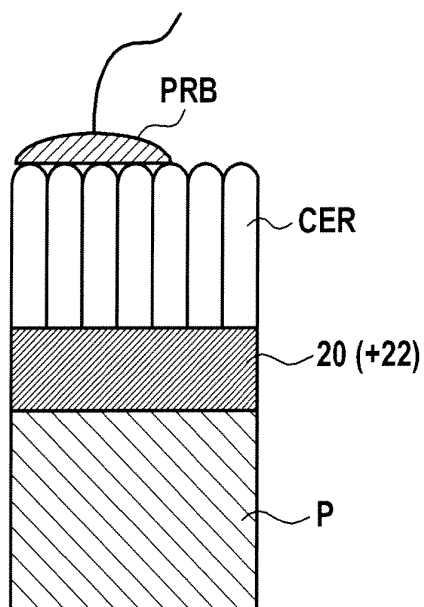


FIG.5

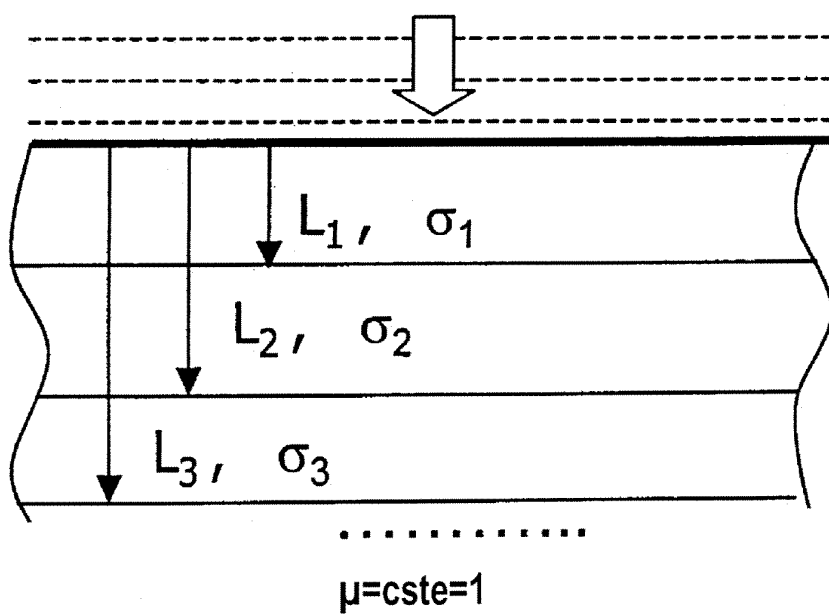


FIG.6

4/8

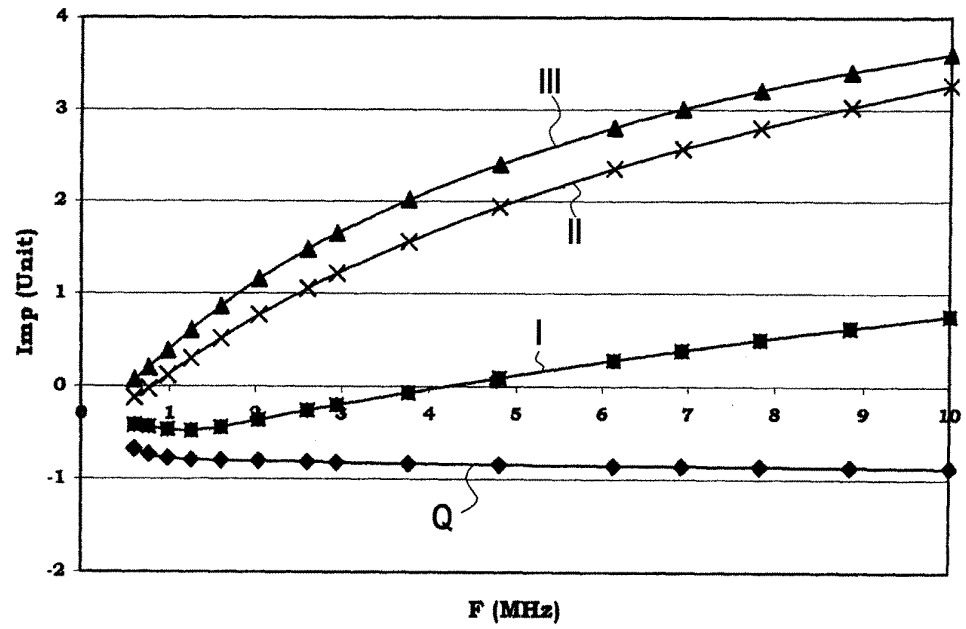


FIG. 7

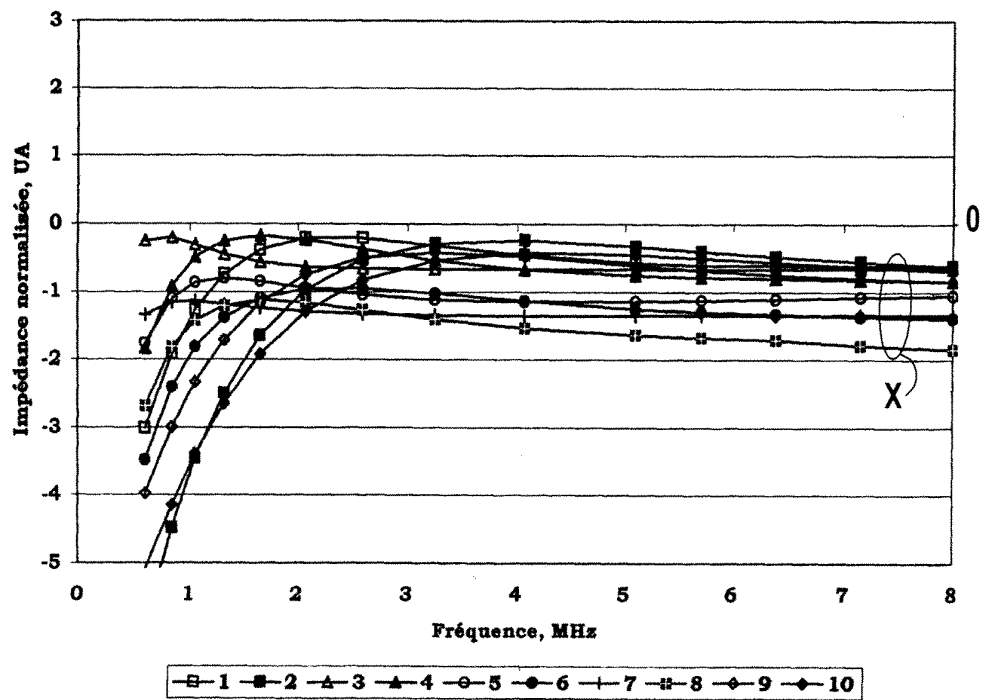


FIG. 8

5/8

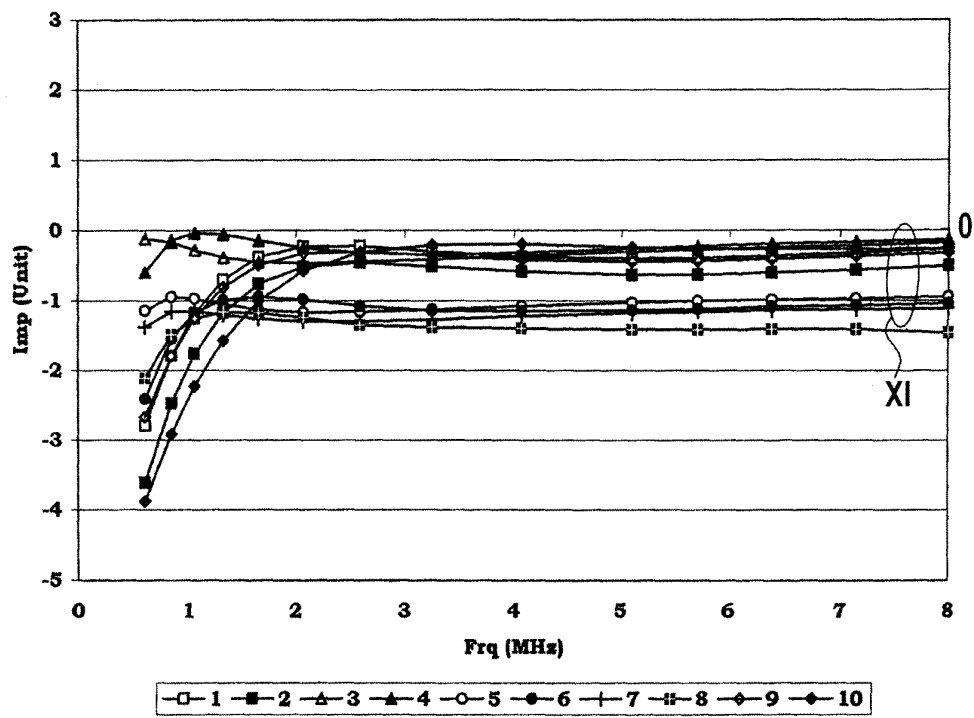


FIG. 9

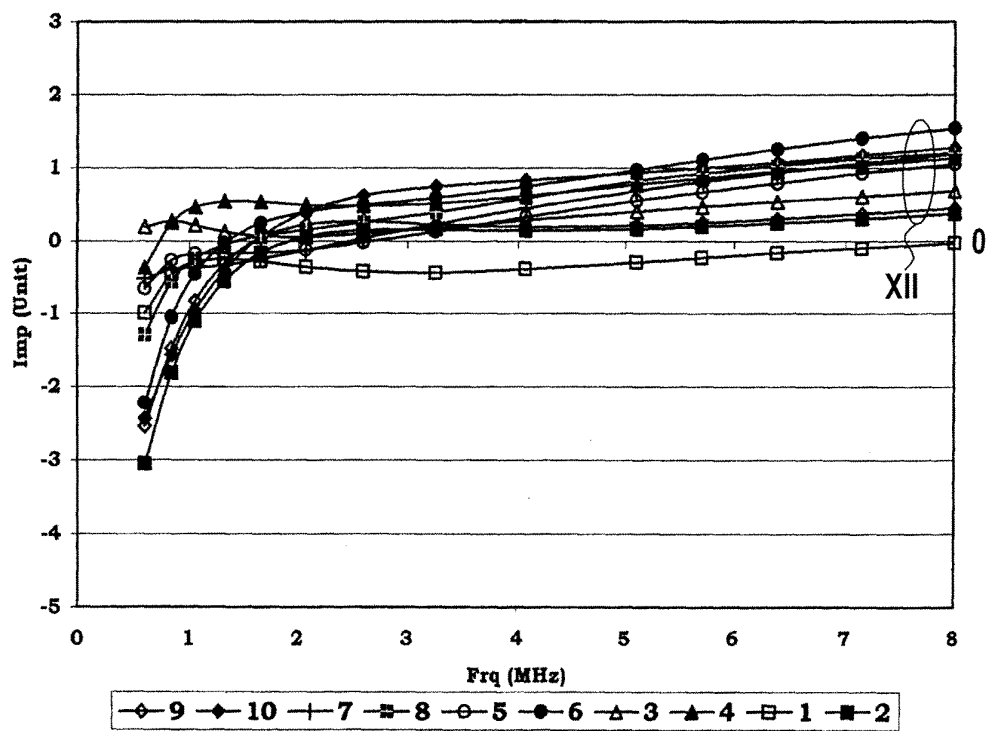


FIG. 10

6/8

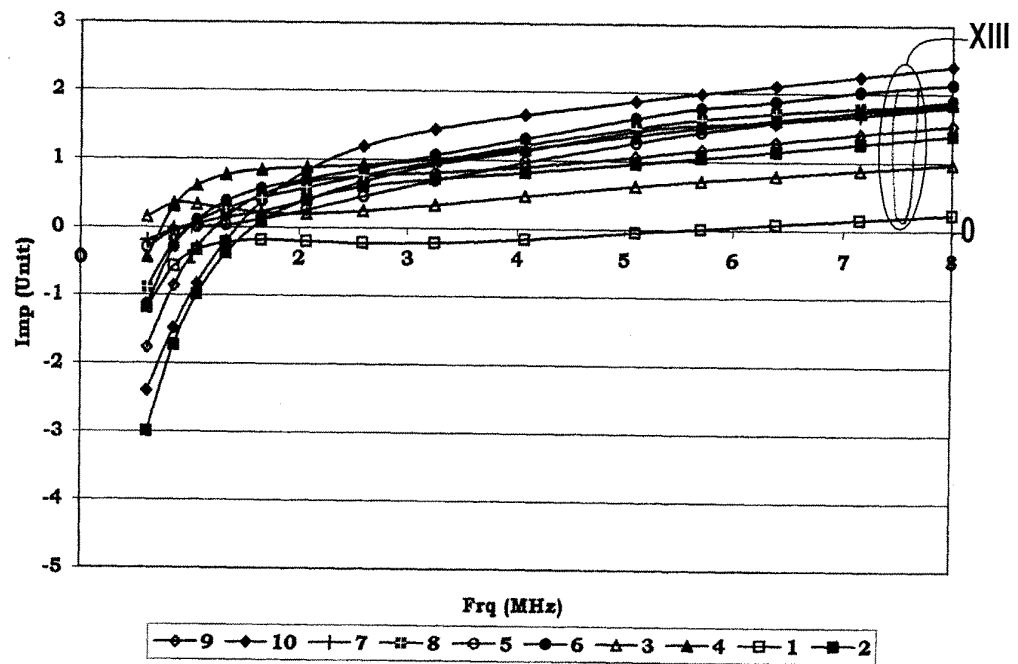


FIG.11

7/8

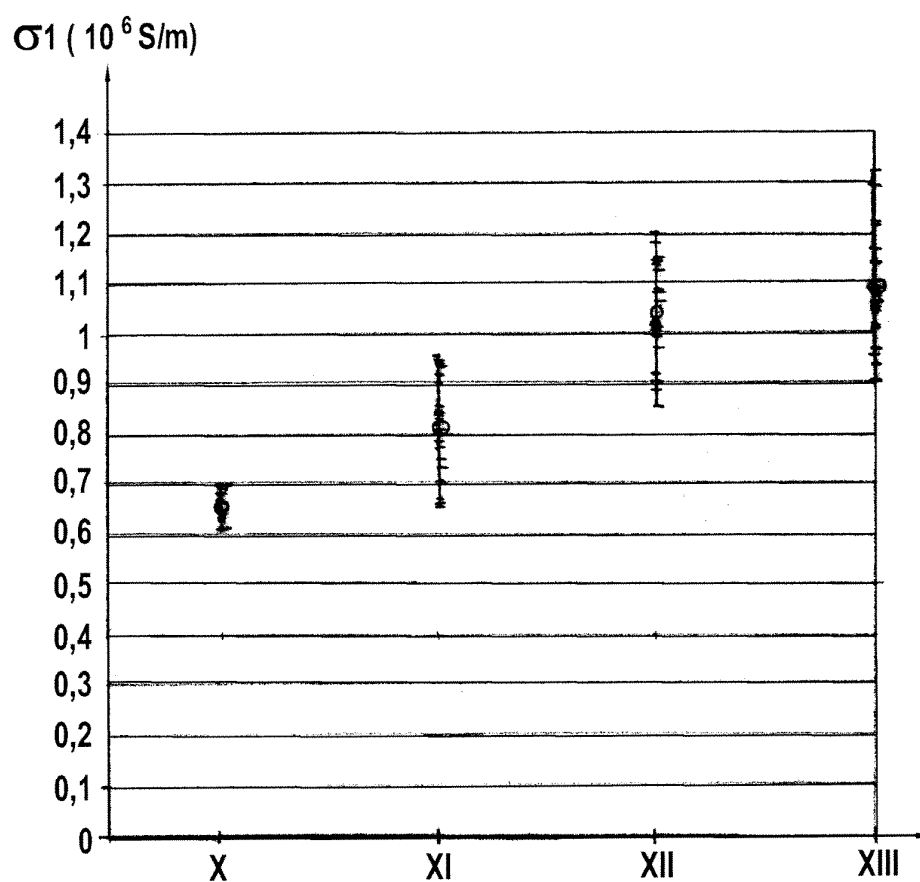


FIG.12

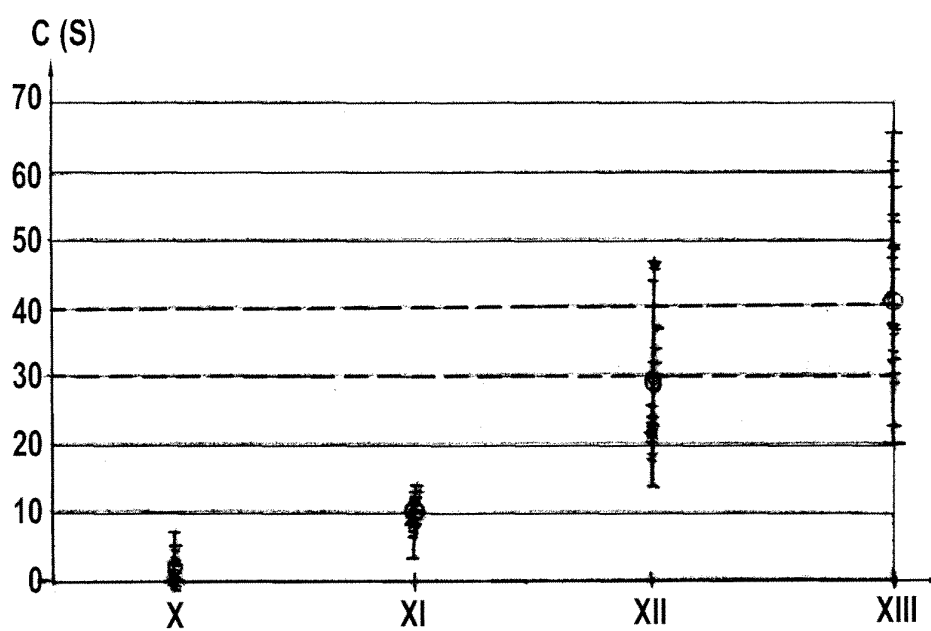


FIG.13

8/8

AUBE L

	σ_1 (S/ μm)	σ_2 (S/ μm)	μ	L1 (μm)	L2 (μm)	ϵ		C (S)
01	1,5	0,67	1	77	601	23	1	64
02	2,0	0,66	1	72	543	37	2	96
03	1,5	0,68	1	76	353	32	3	62
04	1,8	0,69	1	77	967	16	4	85
05	1,2	0,64	1	80	1152	14	5	45
06	1,6	0,63	1	75	787	2	6	72
07	0,9	0,65	1	78	091	7	7	19
08	1,5	0,65	1	74	758	12	8	62
09	1,0	0,66	1	66	753	21	9	23
10	1,6	0,66	1	76	596	25	10	71
		0,66				18,9		

AUBE M

	σ_1 (S/ μm)	σ_2 (S/ μm)	μ	L1 (μm)	L2 (μm)	ϵ		C (S)
01	0,9	0,67	1	70	693	11	1	16
02	1,0	0,66	1	96	519	25	2	33
03	0,87	0,68	1	70	1236	15	3	13
04	1,0	0,68	1	78	843	7	4	25
05	0,812	0,63	1	84	1202	14	5	14
06	1,1	0,63	1	71	861	5	6	33
07	0,8	0,65	1	80	999	5	7	12
08	1,0	0,65	1	72	714	3	8	25
09	0,8	0,66	1	73	658	28	9	10
10	0,9	0,66	1	92	517	32	10	22
		0,66				14,5		

FIG.14

**RAPPORT DE RECHERCHE
PRÉLIMINAIRE**

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

N° d'enregistrement
national

FA 680878
FR 0653046

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	US 2002/105325 A1 (GOLDFINE NEIL J [US] ET AL) 8 août 2002 (2002-08-08) * alinéa [0088] - alinéa [0090]; figure 25 *	1-9	
A	WO 00/34768 A (ASEA ATOM AB [SE]; JOURDAIN PASCAL [SE]; MAGNUSSON KURT AAKE [SE]) 15 juin 2000 (2000-06-15) * page 13, ligne 8 - page 15, ligne 23; figures 3,4 *	1-9	
A	WO 2005/026711 A (JENTEK SENSORS INC [US]; GOLDFINE NEIL J [US]; ZILBERSTEIN VLADIMIR A) 24 mars 2005 (2005-03-24) * page 21, ligne 29 - page 22, ligne 29; figure 18 *	1-9	
A	US 5 017 869 A1 (OLIVER DAVID W [US]) 21 mai 1991 (1991-05-21) * colonne 3, ligne 44 - colonne 5, ligne 5; figure 4 *	1-9	
A	EP 1 014 079 A (UNITED TECHNOLOGIES CORP [US]) 28 juin 2000 (2000-06-28) * le document en entier *	1-9	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC) G01N
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
22 mars 2007		Purdie, Douglas	
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 0653046 FA 680878**

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 **22-03-2007**

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 2002105325 A1	08-08-2002	AUCUN	
WO 0034768 A	15-06-2000	EP 1131625 A1 JP 2002532683 T SE 515544 C2 SE 9804079 A US 6541964 B1	12-09-2001 02-10-2002 27-08-2001 27-05-2000 01-04-2003
WO 2005026711 A	24-03-2005	AUCUN	
US 5017869 A1		AUCUN	
EP 1014079 A	28-06-2000	IL 133538 A JP 2000192216 A US 6165542 A	08-02-2004 11-07-2000 26-12-2000