



(12) **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

(43) Date de publication:
27.10.2004 Bulletin 2004/44

(51) Int Cl.7: **C23C 4/10, C23C 4/02,**
C23C 4/12

(21) Numéro de dépôt: **04290944.0**

(22) Date de dépôt: **09.04.2004**

(84) Etats contractants désignés:
AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR
HU IE IT LI LU MC NL PL PT RO SE SI SK TR
Etats d'extension désignés:
AL HR LT LV MK

• **Dudon, Laurent**
91170 Viry Chatillon (FR)

Remarques:

Une requête en rectification d'une revendication (page 8) et de la description (pages 4 & 7) a été présentée conformément à la règle 88 CBE. Il est statué sur cette requête au cours de la procédure engagée devant la division d'examen (Directives relatives à l'examen pratiqué à l'OEB, A-V, 3.).

(30) Priorité: **25.04.2003 FR 0305086**

(71) Demandeur: **Snecma Moteurs**
75015 Paris (FR)

(72) Inventeurs:
• **Bengtsson, Per**
77210 Avon (FR)

(54) **Procédé d'obtention d'une barrière thermique flexo-adaptive**

(57) L'invention propose un procédé d'obtention d'une barrière thermique flexo-adaptive, la barrière thermique comportant une couche de céramique (44) déposée sur un substrat (40) recouvert d'une sous-couche (42), la couche de céramique (44) étant déposée par projection thermique à l'aide d'une torche (30).

Un tel procédé est remarquable en ce que :

a la couche de céramique (44) est déposée en une seule passe ,
b la torche (30) est réglée pour donner à la couche de céramique (44) une épaisseur au moins égale à 80µm



Figure 2

Description

Domaine technique de l'invention

[0001] L'invention se rapporte aux barrières thermiques flexo-adaptives, c'est à dire aux barrières thermiques présentant une flexibilité suffisante pour s'adapter aux déformations du substrat, qu'elle soient d'origine mécaniques ou dilatométriques sous l'effet d'un gradient thermique. L'invention se rapporte plus particulièrement à un procédé économique pour obtenir de telles barrières par projection thermique.

Etat de la technique et problème posé

[0002] Aujourd'hui, les pièces de turbomachine exposées au flux chaud de gaz de combustion sont réalisées en super-alliages résistant aux hautes températures et protégées de la chaleur et de la corrosion par un revêtement appelé barrière thermique.

Une barrière thermique est constituée aujourd'hui habituellement par :

- une sous-couche alumineuse de NiPtAl ou de MCrAlY (M = Fe, Ni, Co et NiCo) formant un obstacle chimique à l'oxydation et à la corrosion ;
- une couche de céramique ZrO_2 -Y O thermiquement isolante.

[0003] Dans ce qui suit et par commodité de langage, on appellera "verticale" la direction sensiblement perpendiculaire à la surface de la pièce sur laquelle on applique la barrière thermique.

[0004] De la même manière, on appellera "horizontale" les directions sensiblement tangentielles à la surface de la pièce sur laquelle on applique la barrière thermique.

[0005] La couche de céramique est traditionnellement déposée en plusieurs passes par projection thermique, par exemple avec une torche à arc plasma. A chaque passe, on dépose une couche élémentaire de céramique dont l'épaisseur est habituellement comprise entre $5\mu m$ et $40\mu m$, le nombre de couches élémentaires ainsi appliquées définissant l'épaisseur totale du revêtement. Cette façon de procéder permet :

- de mieux contrôler l'épaisseur du revêtement ;
- de réduire l'échauffement de la barrière thermique et d'éviter ainsi les fissurations et l'écaillage du revêtement lors de son refroidissement.

[0006] Ce procédé présente cependant deux inconvénients :

- La couche de céramique est peu flexible selon les directions tangentielles à la surface de la pièce. Par conséquent, les barrières thermiques ainsi obtenues résistent mal aux chocs thermiques impor-

tants, par exemple au niveau des aubes de turbines, ces barrières thermiques s'écaillant et se détachant assez rapidement.

- Les liaisons verticales entre les couches élémentaires sont imparfaites car elles sont assurées par les micro soudures se formant lorsque les gouttelettes de céramique en fusion arrivent sur la céramique précédemment déposée et partiellement refroidie. De ce fait, les couches élémentaires de céramique constituant de telles barrières thermiques tendent à se séparer sous l'effet des chocs thermiques, ce qui provoque également l'écaillage de la barrière thermique.

[0007] Les barrières thermiques ainsi obtenues par projection plasma sont donc réservées aux pièces fixes ne subissant pas de chocs thermiques telles les chambres de combustion. La couche de céramique est de l'ordre de $0,3mm$ et sa durée de vie est parfaitement maîtrisée dans ce cas.

[0008] Afin de mieux protéger les chambres de combustion des turboréacteurs contre la chaleur, des barrières thermiques épaisses, c'est à dire dont l'épaisseur est supérieure à $1 mm$, projetées par plasma furent développées. Pour cette application, il était nécessaire d'introduire des fissures verticales dans l'épaisseur du dépôt céramique, afin de rendre le dépôt flexible dans les directions horizontales, c'est à dire tangentielles à la surface de la pièce. Sans ce réseau de fissures unidirectionnelles, les contraintes thermiques en bordure du dépôt seraient trop élevées, et il en résulterait un écaillage de la barrière thermique pendant son exploitation.

[0009] On connaît à ce titre le brevet US 5,073,433 selon lequel la couche de céramique est déposée par projection thermique en plusieurs passes successives, chaque passe déposant une couche de matière de l'ordre de $5\mu m$, chaque passe étant suivie d'un refroidissement afin de former des fissures verticales.

Un tel procédé présente cependant deux inconvénients :

- Le revêtement en plusieurs passes séparées par une étape de refroidissement entraîne un coût supplémentaire,
- Ce procédé présente l'inconvénient habituel des revêtements multicouches précédemment décrits, à savoir des liaisons imparfaites par micro soudures entre les couches élémentaires favorisant la séparation de ces couches élémentaires et l'écaillage de la barrière thermique. Cet inconvénient est aggravé par le refroidissement du dépôt effectué entre chaque couche élémentaire.

[0010] On connaît également par le brevet US 6,306,517 un procédé d'application d'une barrière thermique en couches minces par projection plasma, la liaison entre les couches étant améliorée par la germination colonnaire des grains qui peuvent ainsi devenir

communs à plusieurs couches. Avec un tel procédé malheureusement, la germination se fait également latéralement ce qui réduit la flexibilité de la barrière thermique.

[0011] On connaît aujourd'hui un procédé de dépôt dit "en phase vapeur" et plus particulièrement le EBPVD (Electron Beam Physical Vapour Deposition). La couche céramique obtenue se présente sous la forme de fines colonnes verticales adjacentes liées par leur base à la sous-couche. A titre indicatif, ces colonnes ont un diamètre de l'ordre de 5µm. Un tel procédé donne des barrières thermiques d'excellente qualité présentant une bonne flexibilité horizontale et de bonnes liaisons verticales et résistant par conséquent bien aux chocs thermiques.

Un tel procédé présente cependant deux inconvénients :

- Il est lent et coûteux ,
- La barrière thermique conserve malgré tout une durée de vie limitée, car les gaz de combustion chauds et corrosifs atteignent la sous-couche par les espaces réduits mais très nombreux entre les colonnes, la corrosion progressive de la sous-couche provoquant sa destruction et l'écaillage de la barrière thermique.

[0012] A noter que d'une manière plus générale, la sensibilité à l'écaillage d'une barrière thermique augmente dans les parties en saillie de la pièce présentant un faible rayon de courbure, donc plus particulièrement avec les petites pièces telles les aubes de turbine.

[0013] Par ailleurs afin d'avoir une barrière thermique la moins sensible possible à l'écaillage, il faut chercher à obtenir une barrière thermique présentant une cohésion de matière élevée et un accrochage des plus résistants.

[0014] Un premier problème à résoudre est d'améliorer la résistance à l'écaillage des barrières thermiques.

[0015] Un second problème à résoudre est de réduire le coût d'élaboration d'une barrière thermique.

Exposé de l'invention

[0016] Une barrière thermique, afin d'être résistante à la fois aux sollicitations thermiques élevées en surface du substrat et aux sollicitations mécaniques importantes de celui-ci, et par la même de répondre au premier problème posé, doit être souple dans les directions tangentielles à la surface qu'elle recouvre. A cet effet, il est nécessaire d'introduire des fissures verticales allant de la surface de la barrière thermique jusqu'au substrat ou à la sous-couche, c'est à dire traversant toute la couche de céramique.

[0017] L'invention propose un procédé d'obtention d'une barrière thermique flexo-adaptative, la barrière thermique comportant une couche de céramique (44) d'une épaisseur au moins égale à 80µm, déposée sur un substrat (40) recouvert d'une sous-couche (42), la cou-

che de céramique (44) étant déposée par projection thermique à l'aide d'une torche (30) dite "à arc plasma", le fonctionnement de la torche étant défini par la puissance de la torche, le débit de matière, la distance de la torche à la pièce (10) à revêtir et la vitesse de déplacement de la torche par rapport à la pièce.

Un tel procédé est remarquable en ce que qu'il consiste à déposer, directement sur la sous-couche et en une seule et unique passe, la couche de céramique en maintenant une distance de projection comprise entre 20mm et 90mm, la vitesse de déplacement de la torche étant comprise entre 2mm/s et 10mm/s, le débit de matière étant compris entre 2mm/s et 10mm/s et l'intensité d'arc de la torche étant comprise entre 500A et 800A, de façon à obtenir après refroidissement, au moins 2 fissures sensiblement verticales par millimètre et traversant toute la couche de céramique.

[0018] On comprend que la puissance de la torche étant réglée à une valeur élevée et la couche de céramique produite en une seule passe, les nouvelles gouttes de matière en fusion arrivent sur de la matière encore très chaude, ce qui provoque une excellente liaison par soudure entre les grains de céramique dans la direction verticale. Ceci est favorisé par le choix d'une vitesse de déplacement de la torche la plus réduite possible, préférentiellement comprise entre 2mm/s et 10mm/s. Ainsi, la température à l'endroit du dépôt est élevée ce qui permet d'obtenir une microstructure dense avec un nombre micro fissures horizontales, délaminations et pores réduits, et une meilleure cohésion de la matière. La projection en une seule passe est un paramètre important intervenant directement sur la résistance à l'écaillage de la barrière thermique. En effet, si l'on projette la matière en plusieurs passes, la cohésion entre les différentes couches de matière déposée à chaque passe est moins élevée qu'au sein d'une même couche. Une fissure horizontale peut alors s'initier entre deux couches, ce qui est préjudiciable pour la tenue de la barrière thermique.

Par ailleurs, la couche de céramique ainsi formée sous le jet étant très chaude, son refroidissement au contact de l'air ambiant, lorsque le jet s'est déplacé, provoque un gradient thermique vertical important, ce gradient favorisant la formation de fissures à la surface de la couche de céramique, ces fissures se propageant ensuite verticalement jusqu'à la sous-couche, traversant ainsi toute la couche de céramique.

Les inventeurs ont constaté que ces deux phénomènes apparaissent simultanément. Avec une puissance trop faible, les fissures sont espacées, très irrégulières et les liaisons verticales entre les grains de matière sont médiocres. En augmentant la puissance de la torche, les fissures sont plus denses et homogènes et les liaisons verticales entre les grains sont simultanément améliorées. Avec une puissance suffisante, c'est à dire suffisamment importante pour obtenir une densité de fissures au moins égale à la valeur revendiquée, les inventeurs obtiennent une barrière thermique présentant une

résistance à l'écaillage satisfaisante jusqu'à une épaisseur de la couche de céramique de 250µm, la qualité optimale se situant cependant entre 100µm et 150µm. A noter que la puissance de la torche appropriée pour obtenir ce résultat dépend de nombreux paramètres tels que la céramique utilisée la dissipation thermique dans la pièce, le débit de poudre, la largeur du jet, le coefficient de déperdition de la torche, etc

A noter également que l'homme du métier limitera toutefois la puissance de la torche pour ne pas provoquer un échauffement excessif risquant d'entraîner la fusion du substrat ou une altération non admissible de sa structure granulaire.

[0019] Les dimensions des fissures, ainsi que le nombre de fissures par mm, dépendent de l'épaisseur du dépôt. Plus le dépôt est épais, plus les fissures sont larges et leur nombre par mm faible.

[0020] L'épaisseur de la couche de céramique obtenue en une seule passe est évidemment fonction du débit de matière, de la distance de la torche à la pièce et de la vitesse de déplacement de la torche, c'est à dire du jet, par rapport à la pièce, ainsi que du coefficient de déperdition de la torche. Ainsi l'épaisseur de la couche de céramique augmente avec le débit de matière, mais cette épaisseur diminue lorsque la distance ou la vitesse augmentent. L'homme du métier définira expérimentalement ces paramètres au cas par cas en fonction du matériel dont il dispose.

[0021] L'invention propose également d'appliquer le présent procédé à une aube de turboréacteur comportant une pale et un pied, la couche de céramique étant appliquée sur la pale.

Un tel procédé est remarquable en ce qu'il consiste :

- a. à maintenir le pied (14) de l'aube (10) par un outillage (20) pivotant à une vitesse de rotation V selon son axe géométrique (16),
- b à exposer la pale (12) au jet (32) d'une torche (30) susceptible d'un déplacement relatif D1 parallèle à l'axe géométrique (16) et d'un déplacement relatif D2 perpendiculaire à l'axe géométrique (16) ;
- c. à effectuer la projection de céramique en un seul déplacement du jet (32) depuis l'une des extrémités (18a, 18b) jusqu'à son autre extrémité (18b, 18a) de la pale, l'aube (10) étant mise en rotation selon l'axe géométrique (16), la torche (30) étant déplacée selon D2 pour rester à une distance constante de la surface de la pale (12), la torche (30) étant déplacée suivant D1 pour former à la surface de la pale (12) une couche de céramique (44) en spirale de pas égal à la largeur du jet (32).

Description des figures

[0022] L'invention sera mieux comprise et les avantages qu'elle procure apparaîtront plus clairement au vu d'un exemple détaillé de mise en oeuvre du procédé et des figures annexées.

[0023] La figure 1 illustre le dépôt de la couche de céramique avec une torche plasma.

[0024] La figure 2 est une micrographie en coupe de la barrière thermique ainsi obtenue.

5 **[0025]** La figure 3 est une micrographie de la surface de la barrière thermique.

Description détaillée

10 **[0026]** On se reportera en premier lieu à la figure 1.

[0027] La pièce à revêtir d'une barrière thermique est une aube 10 de turbine en superalliage base nickel à solidification dirigée. La barrière thermique comporte une sous-couche de MCrAlY recouverte par une couche 15 de céramique de 125µm en zircon ZrO_2 avec 8% d'yttrine Y_2O_3 .

[0028] La pale 12 de l'aube 10 est recouverte d'une sous-couche de MCrAlY déposée selon les procédés habituels.

20 **[0029]** L'aube 10 est ensuite tenue par son pied 14 sur un montage 20 tournant susceptible de faire tourner l'aube sur son axe 16, c'est à dire sur elle-même dans le sens de la longueur, la pale 12 étant présentée devant une torche plasma 30 dont le jet sera référencé 32. La torche plasma 32 est ici le modèle F4 commercialisé par la société dont la raison sociale est Sultz Metco.

25 **[0030]** La torche est placée à 50mm de l'aube 10, l'aube 10 étant ensuite mise en rotation sur son axe 16. La torche 30 est mise en fonctionnement et le jet 32 touche d'abord le sommet 18a de l'aube 10 et se déplace progressivement vers le pied 14 pour atteindre l'autre extrémité 18b de la pale 12 et pour former ainsi à la surface de l'aube 10 une couche de céramique 44 ayant la forme d'une hélice à spires jointives. Le jet 32 se déplace à la surface de la pale 12 à une vitesse résultante de 6mm/s. Le débit de poudre est de 70g/mm, et la puissance de la torche est obtenue avec une intensité d'arc de 700A. Le réglage de la torche est dit "chaud", la température du dépôt est de 550°C, cette température étant mesurée à la surface du dépôt juste après le passage du jet 32 et à 10mm en arrière du jet.

30 **[0031]** On se reportera maintenant à la figure 2. Sont référencés 40, 42 et 44 respectivement le substrat, la sous-couche et la couche de céramique ainsi obtenue. Les fissures sont référencées 50. Sur cette micrographie, on compte 4,8 fissures par millimètre dont la distance moyenne est de 200µm. Comme le montre la micrographie, les fissures 50 sont sensiblement verticales, c'est à dire sensiblement perpendiculaires au substrat 40. Les deux bords des fissures 50 peuvent être parallèles ou s'ouvrir vers la surface ou vers la sous-couche 42. La caractéristique primordiale des fissures 50 est qu'elles cheminent de la surface vers la sous-couche 42, en traversant toute l'épaisseur de la couche de céramique 44, comme illustré sur la micrographie.

35 **[0032]** On se reportera maintenant à la figure 3. On voit sur cette micrographie que les fissures 50 forment un réseau localement irrégulier mais statistique-

ment homogène et anisotrope, ces fissures 50 apportant à la barrière thermique la flexibilité requise suivant un plan tangentiel au substrat 40. Le densité de fissures est définie comme étant le nombre moyen de fissures par millimètre coupant un droite géométrique quelconque. 5

à la largeur du jet (32).

Revendications

1. Procédé d'obtention d'une barrière thermique flexo-adaptative, la barrière thermique comportant une couche de céramique (44) d'une épaisseur au moins égale à 80µm, déposée sur un substrat (40) recouvert d'une sous-couche (42), la couche de céramique (44) étant déposée par projection thermique à l'aide d'une torche (30) dite "à arc plasma", le fonctionnement de la torche étant défini par la puissance de la torche, le débit de matière, la distance de la torche à la pièce (10) à revêtir et la vitesse de déplacement de la torche par rapport à la pièce 10

caractérisé en ce qu'il consiste à déposer, directement sur la sous-couche et en une seule et unique passe, la couche de céramique en maintenant une distance de projection comprise entre 20mm et 90mm, la vitesse de déplacement de la torche étant comprise entre 2mm/s et 10mm/s, le débit de matière étant compris entre 2mm/s et 10mm/s et l'intensité d'arc de la torche étant comprise entre 500A et 800A, de façon à obtenir après refroidissement, au moins 2 fissures sensiblement verticales par millimètre et traversant toute la couche de céramique. 15 20 25 30
2. Procédé selon la revendication 1, la pièce (10) étant une aube d'axe géométrique (16) comportant une pale (12) et un pied (14), la couche de céramique (44) étant appliquée sur la pale (12), **caractérisé en ce qu'il** consiste : 35
 - a. à maintenir le pied (14) de l'aube (10) par un outillage (20) pivotant à une vitesse de rotation V selon son axe géométrique (16),
 - b. à exposer la pale (12) au jet (32) d'une torche (30) susceptible d'un déplacement relatif D1 parallèle à l'axe géométrique (16) et d'un déplacement relatif D2 perpendiculaire à l'axe géométrique (16) ; 40 45
 - c. à effectuer la projection de céramique en un seul déplacement du jet (32) depuis l'une des extrémités (18a, 18b) jusqu'à son autre extrémité (18b, 18a) de la pale, l'aube (10) étant mise en rotation selon l'axe géométrique (16), la torche (30) étant déplacée selon D2 pour rester à une distance constante de la surface de la pale (12), la torche (30) étant déplacée suivant D1 pour former à la surface de la pale (12) une couche de céramique (44) en spirale de pas égal 50 55

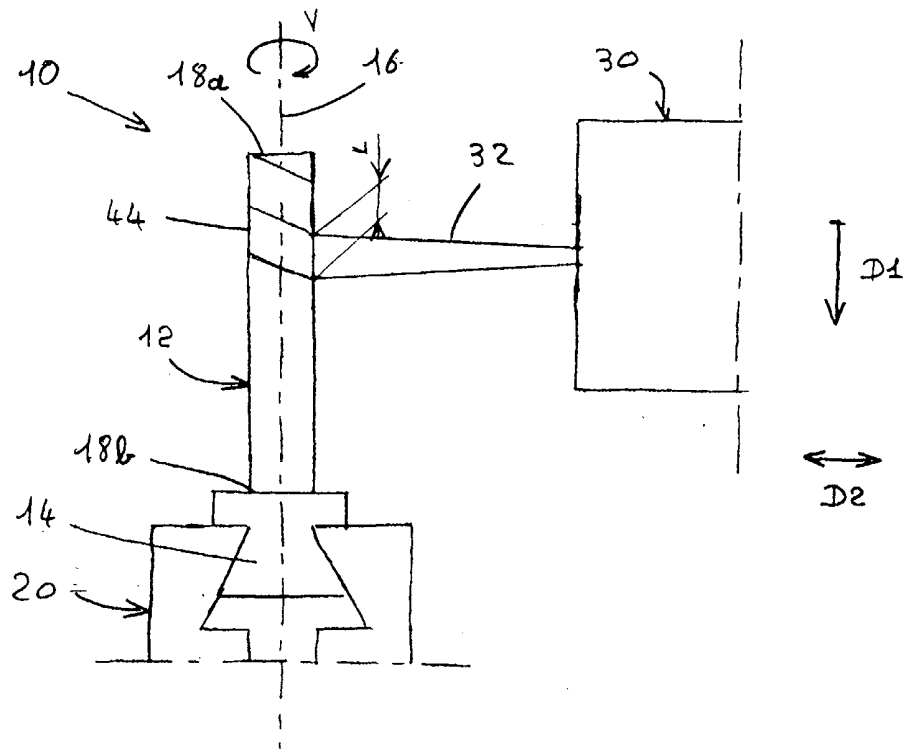


Figure 1



Figure 2

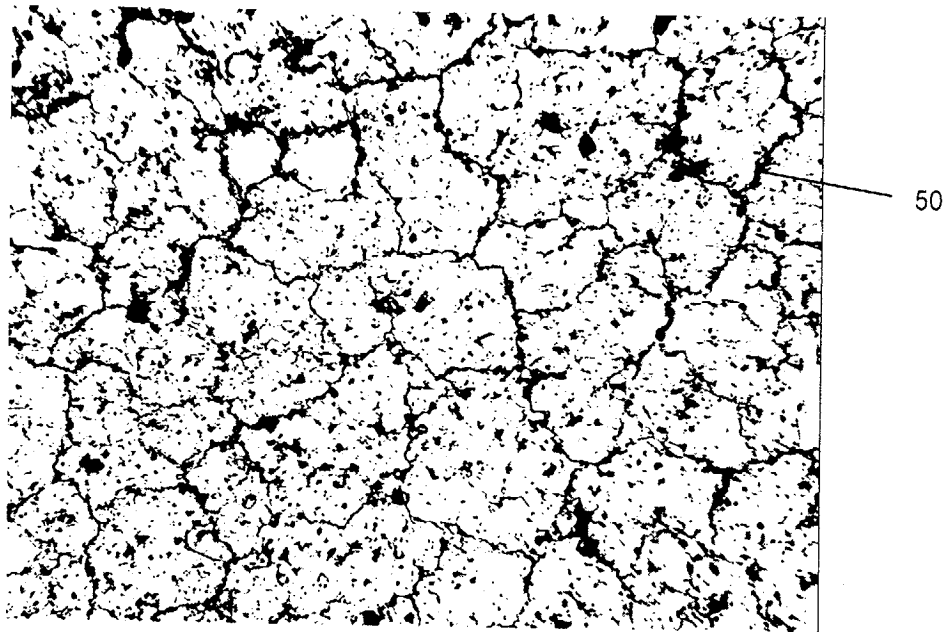


Figure 3



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande

EP 04 29 0944

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int.Cl.7)
X	EP 1 295 964 A (SIEMENS WESTINGHOUSE POWER) 26 mars 2003 (2003-03-26)	1	C23C4/10
Y	* colonne 5, alinéa 16 *	2	C23C4/02
	* colonne 6, alinéas 18,19 *		C23C4/12
Y	US 5 897 921 A (GRAY DENNIS MICHAEL ET AL) 27 avril 1999 (1999-04-27)	2	
	* colonne 7, ligne 54 - colonne 8, ligne 16 *		
	* colonne 9, ligne 22-45; figure 6 *		
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.7)
			C23C F01D
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche Munich		Date d'achèvement de la recherche 3 août 2004	Examineur Joffreau, P-0
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES 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 intermédiaire T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant			

EPO FORM 1503 03/82 (P04/C02)

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET EUROPEEN NO.**

EP 04 29 0944

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

Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du

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

03-08-2004

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
EP 1295964	A	26-03-2003	US 2003228441 A1	11-12-2003
			EP 1295964 A2	26-03-2003

US 5897921	A	27-04-1999	US 5989343 A	23-11-1999

EPO FORM P0460

Pour tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No.12/82