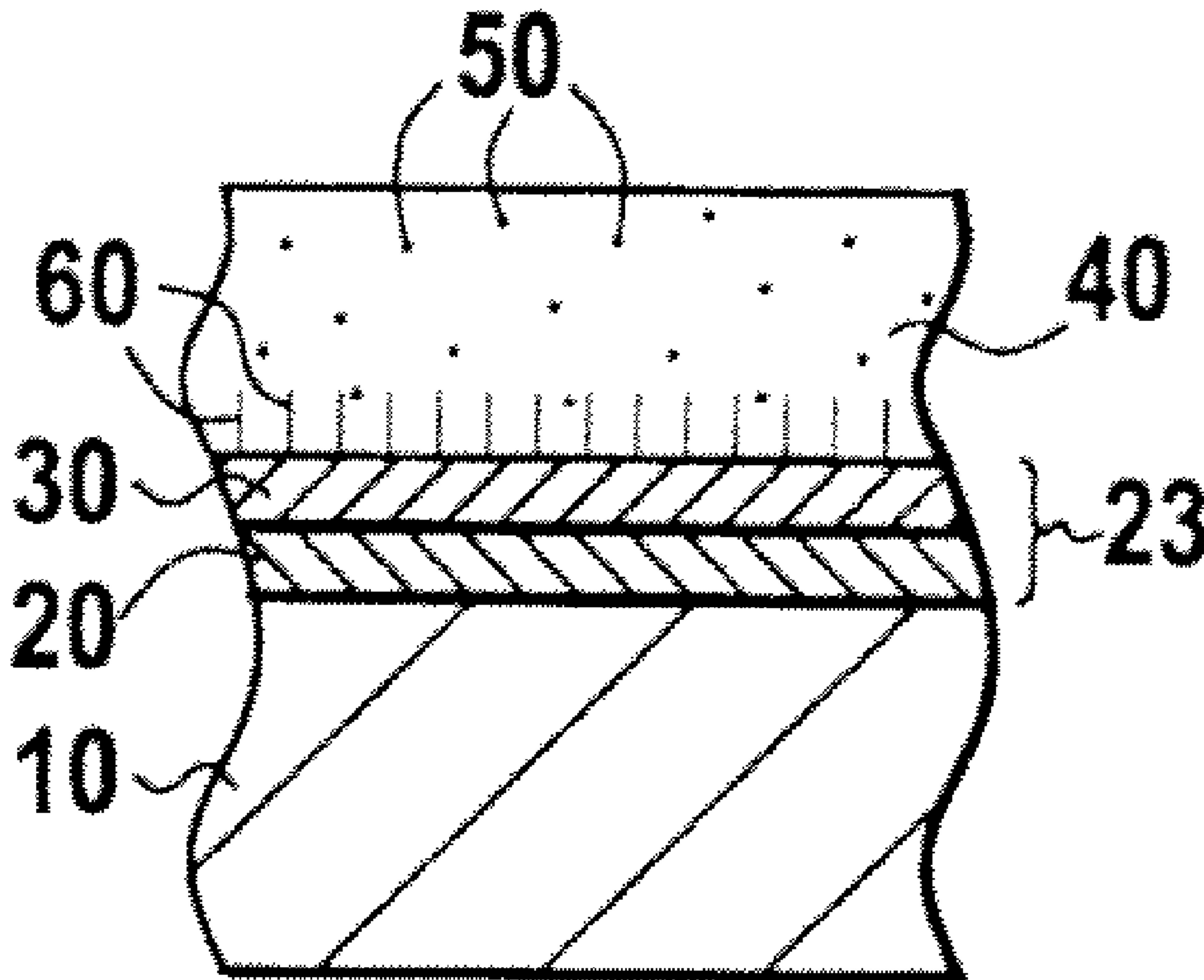




(86) **Date de dépôt PCT/PCT Filing Date:** 2011/06/10
(87) **Date publication PCT/PCT Publication Date:** 2011/12/22
(45) **Date de délivrance/Issue Date:** 2018/02/20
(85) **Entrée phase nationale/National Entry:** 2012/12/14
(86) **N° demande PCT/PCT Application No.:** FR 2011/051330
(87) **N° publication PCT/PCT Publication No.:** 2011/157935
(30) **Priorité/Priority:** 2010/06/18 (FR1054850)

(51) **Cl.Int./Int.Cl. C23C 28/02** (2006.01),
C25D 3/00 (2006.01)
(72) **Inventeurs/Inventors:**
LAGRANGE, FREDERIC, FR;
MANESSE, DENIS, FR
(73) **Propriétaire/Owner:**
SNECMA, FR
(74) **Agent:** GOUDREAU GAGE DUBUC

(54) **Titre : PROCEDE D'ALUMINISATION D'UNE SURFACE AVEC DEPOT PREALABLE D'UNE COUCHE DE PLATINE ET DE NICKEL**
(54) **Title: METHOD FOR ALUMINIZING A SURFACE BY MEANS OF THE ADVANCE DEPOSITION OF A PLATINUM AND NICKEL LAYER**



(57) **Abrégé/Abstract:**

L'invention concerne un procédé de dépôt d'un revêtement d'aluminisation sur un substrat (10). Ce procédé comporte les étapes suivantes; (a) On dépose une couche (23) contenant du platine et au moins 35% de nickel sur une surface (11) du substrat (10), (b) On dépose un revêtement d'aluminium (40) sur cette couche (23).

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la Propriété
Intellectuelle
Bureau international



(43) Date de la publication internationale
22 décembre 2011 (22.12.2011)

PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 2011/157935 A1

(51) Classification internationale des brevets :
C23C 28/02 (2006.01) C25D 3/00 (2006.01)

(21) Numéro de la demande internationale :
PCT/FR2011/051330

(22) Date de dépôt international :
10 juin 2011 (10.06.2011)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :
1054850 18 juin 2010 (18.06.2010) FR

(71) Déposant (pour tous les États désignés sauf US) :
SNECMA [FR/FR]; 2 boulevard du Général Martial
Valin, F-75015 Paris (FR).

(72) Inventeurs; et

(75) Inventeurs/Déposants (pour US seulement) :
LAGRANGE, Frédéric [FR/FR]; 36 rue des Grissois,
F-87170 Avanton (FR). MANESSE, Denis [FR/FR]; 14
rue du 14ème RTA, F-86100 Chatellerault (FR).

(74) Mandataires : BARBIN LE BOURHIS, Joël et al.;
Cabinet BEAU DE LOMENIE, 158 rue de l'Université,
F-75340 Paris Cedex 07 (FR).

(81) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de protection nationale disponible) : AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de protection régionale disponible) : ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), européen (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Publiée :

— avec rapport de recherche internationale (Art. 21(3))

(54) Title : METHOD FOR ALUMINIZING A SURFACE BY MEANS OF THE ADVANCE DEPOSITION OF A PLATINUM AND NICKEL LAYER

(54) Titre : PROCÉDE D'ALUMINISATION D'UNE SURFACE AVEC DEPOT PREALABLE D'UNE COUCHE DE PLATINE ET DE NICKEL

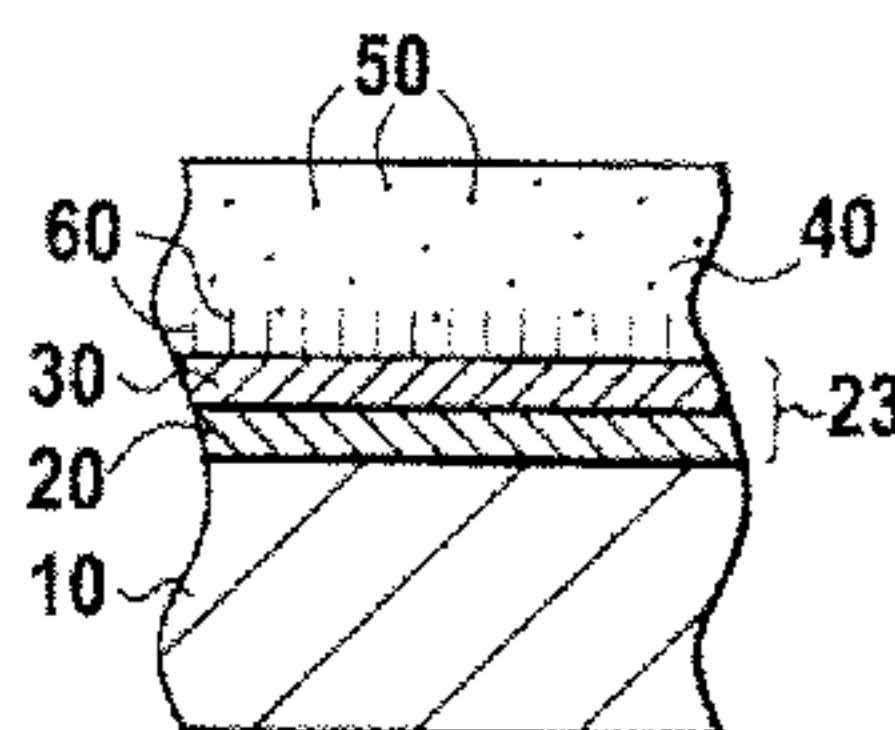


FIG.1C

(57) Abstract : The invention relates to a method for depositing an aluminizing coating onto a substrate (10). Said method comprises the following steps: (a) depositing a layer (23), containing platinum and at least 35% of nickel, onto a surface (11) of the substrate (10); and (b) depositing an aluminum coating (40) onto said layer (23).

(57) Abrégé : L'invention concerne un procédé de dépôt d'un revêtement d'aluminisation sur un substrat (10). Ce procédé comporte les étapes suivantes; (a) On dépose une couche (23) contenant du platine et au moins 35% de nickel sur une surface (11) du substrat (10), (b) On dépose un revêtement d'aluminium (40) sur cette couche (23).

WO 2011/157935 A1

Procédé d'aluminisation d'une surface avec dépôt préalable d'une couche de platine et de nickel

5 La présente invention concerne un procédé de dépôt d'un revêtement d'aluminisation sur un substrat.

On utilise des revêtements à base d'aluminium, dits "revêtements d'aluminisation", pour protéger la surface de pièces opérant à haute température et dans des environnements oxydants. Un tel revêtement
10 peut également servir de couche d'accroche à un autre revêtement protecteur, ce revêtement protecteur étant plus apte à adhérer à un tel revêtement d'aluminisation qu'à la surface de la pièce elle-même.

Par exemple, de telles pièces se trouvent dans les turbomachines aéronautiques telles que des moteurs d'avion. Ces pièces sont notamment
15 des aubes ou des distributeurs de turbines.

Ces pièces sont par exemple fabriquées en superalliages base nickel.

Pour effectuer un revêtement d'aluminisation sur un tel superalliage, on dépose tout d'abord une couche de platine 20 sur la surface 11 de ce superalliage qui est le substrat 10. Cette étape est illustrée en figure 2A.

20 Puis on effectue un traitement thermique de diffusion destiné à faire diffuser le nickel du superalliage 10 dans la couche de platine 20, et également le platine dans le superalliage 10. Cette étape est illustrée en figure 2B. Cette diffusion permet ainsi d'amener du nickel vers la surface libre de la couche de platine 20. Cette diffusion s'effectue dans une
25 enceinte sous vide et à haute température, par exemple à 1100°C pendant deux heures.

On effectue ensuite un traitement thermochimique d'aluminisation qui conduit au dépôt d'une couche d'aluminium 40 sur la couche de platine 20. Cette étape est illustrée en figure 2C. Suite à ce dépôt, il se
30 forme dans la couche d'aluminium 40 des composés $PtAl_2$ 50 qui sont dispersés dans cette couche d'aluminium. L'étape de diffusion est indispensable pour empêcher la formation en grande quantité de $PtAl_2$ qui se regroupe alors pour former en surface de la couche d'aluminium 40 des plaques qui diminuent l'efficacité de la protection. En effet, grâce à cette
35 étape de diffusion, le nickel qui a diffusé dans la couche de platine 20 diffuse dans la couche d'aluminium 40 où il forme des composés $NiAl$ 60,

ce qui réduit la formation de $PtAl_2$ et donc le risque de formation de plaques de $PtAl_2$ à la surface de la couche d'aluminium 40.

L'inconvénient de ce procédé actuellement utilisé est que le traitement de diffusion de la couche de platine est long et coûteux.

5 La présente invention vise à remédier à cet inconvénient.

L'invention vise à proposer un procédé de dépôt d'un revêtement d'aluminisation sur un substrat dont le coût et la durée soient diminués par rapport au procédé actuel.

10 Ce but est atteint grâce au fait que le procédé comporte les étapes suivantes :

- (a) On dépose une couche contenant du platine et au moins 35% de nickel sur une surface du substrat,
- (b) On dépose un revêtement d'aluminium sur cette couche.

15 Grâce à ces dispositions, la durée totale du procédé de dépôt du revêtement d'aluminisation est réduite, puisqu'il n'y a plus d'étape de diffusion. De plus, le coût total du procédé de dépôt du revêtement d'aluminisation est diminué, car le dépôt d'un revêtement contenant du platine et du nickel peut être réalisé selon des procédés connus et peu onéreux.

20 L'invention sera bien comprise et ses avantages apparaîtront mieux, à la lecture de la description détaillée qui suit, d'un mode de réalisation représenté à titre d'exemple non limitatif. La description se réfère aux dessins annexés sur lesquels :

- les figures 1A, 1B, et 1C illustrent les étapes du procédé de dépôt d'un revêtement d'aluminisation selon l'invention,
- 25 – les figures 2A, 2B, et 2C illustrent les étapes du procédé de dépôt d'un revêtement d'aluminisation selon l'art antérieur.

30 Comme représenté schématiquement en figure 1A, on considère une pièce dont une partie ou la totalité de la surface doit être protégée par un revêtement d'aluminisation. Cette pièce constitue ainsi un substrat 10.

La couche 23 contenant du platine et au moins 35% de nickel est déposée sur la surface 11 du substrat 10. Ce dépôt peut être effectué par électrolyse, par exemple en trempant le substrat 10 dans un bain électrolytique contenant des sels de platine et des sels de nickel.

On décrit ci-dessous le mode de réalisation particulier où la couche 23 est composée d'une première couche 20 contenant du platine, et d'une seconde couche 30 contenant du nickel.

On dépose tout d'abord, de façon connue, par exemple par
5 électrolyse, une couche de platine 20 (première couche) sur la surface 11 du substrat 10 (étape (a), figure 1A). Ainsi, on trempe le substrat 10 dans un bain électrolytique contenant des sels de platine, ce substrat jouant le rôle d'une électrode (cathode), et on fait passer un courant entre cette électrode et une autre électrode (anode) en platine. Le platine se dépose
10 alors progressivement sur le substrat.

L'épaisseur de cette couche de platine est par exemple de l'ordre de 5 μm à 10 μm .

Préalablement, on peut éventuellement effectuer une préparation de cette surface 11 destinée à obtenir un meilleur accrochage de la couche
15 de platine 20 sur cette surface 11. Cette préparation consiste par exemple à rendre cette surface plus rugueuse, les reliefs ainsi formés servant d'accroches pour la couche de platine 20.

Cette préparation de surface peut également être effectuée dans le cas plus général d'un dépôt de la couche 23 (composée d'une couche de
20 platine 20 et d'une couche de nickel 30) sur la surface 11.

On n'effectue pas de traitement de diffusion de cette couche de platine 20.

Comme représenté schématiquement en figure 1B, on dépose sur la couche de platine 20 une couche de nickel 30 (seconde couche) (étape
25 (b), figure 1B).

Le dépôt de cette couche de nickel 30 s'effectue par exemple par le procédé connu d'électrolyse. On trempe la pièce à recouvrir dans un bain électrolytique contenant des sels de nickel, cette pièce jouant le rôle d'une électrode (cathode), et on fait passer un courant entre cette électrode et
30 une autre électrode (anode) en nickel. Le nickel se dépose alors progressivement sur pièce.

L'avantage du procédé selon l'invention est que le dépôt de la couche de platine 20 puis de la couche de nickel 30 peuvent être effectués consécutivement dans la même installation. Il en résulte donc un gain de
35 temps. En outre, ces dépôts peuvent être effectués à basse température et à pression ambiante, ce qui est moins coûteux que le traitement de

diffusion utilisé dans l'art antérieur (étape illustrée en figure 2B), puisque ce traitement de diffusion doit être effectué sous vide à haute température.

On effectue ensuite le dépôt d'une couche 40 d'aluminium sur la
5 couche de nickel 30 (étape (c), figure 1C). Ce dépôt s'effectue par exemple par le procédé de dépôt thermochimique d'aluminium en phase vapeur (Chemical Vapor Deposition ou CVD). On place le substrat 10 revêtu de la couche de platine 20 et de la couche de nickel 30 dans une enceinte, dans laquelle on injecte des atomes d'aluminium en phase
10 gazeuse, ces atomes d'aluminium venant se déposer sur la couche de nickel 30. Ce dépôt s'effectue à haute température, par exemple à environ 1100°C pendant 6 heures.

Avantageusement, on établit préalablement un vide dans cette enceinte, par exemple en 400 millibars et 1100 millibars.

15 Ce vide permet d'améliorer la qualité du dépôt d'aluminium, en particulier l'uniformité de ce dépôt.

Grâce à la présence de la couche de nickel 30, les atomes de nickel diffusent directement depuis cette couche de nickel 30 dans la couche d'aluminium 40 où il forme des composés NiAl 60, ce qui réduit la
20 formation de composés PtAl₂ 50 et donc le risque de formation de plaques de PtAl₂ à la surface de la couche d'aluminium 40.

De plus, la réduction de cette formation de PtAl₂ est plus efficace que dans le procédé selon l'art antérieur, car davantage d'atomes de nickel diffusent dans la couche d'aluminium 40. En effet, la couche de nickel 30,
25 qui est en contact avec la couche d'aluminium 40, est composée de presque 100% de nickel dans le cas d'un dépôt par électrolyse.

D'une manière générale, la couche de nickel 30 contient suffisamment de nickel de telle sorte que la couche 23 qui est composé de la couche de platine 20 et de la couche de nickel 30 (ou d'une couche
30 unique contenant du platine et du nickel) contient au moins 35% de nickel.

Au contraire, dans l'art antérieur, la couche en contact avec la couche d'aluminium 40 comprend à la fois des atomes de platine et des atomes de nickel. Or les diagrammes de phase Ni-Pt-Al montrent que les
35 composés NiAl se forment au détriment des composés PtAl₂ d'autant plus

facilement que la surface sur laquelle cette couche d'aluminium 40 est déposée comprend plus de 35% atomique de nickel.

En outre, contrairement au procédé selon l'art antérieur, il n'est pas nécessaire que le substrat 10 contienne du nickel, puisque l'apport de nickel destiné à diffuser dans la couche d'aluminium 40 provient de la couche de nickel 30 qui est déposée sur la couche de platine 20 qui a été déposée sur ce substrat 10. Le procédé selon l'invention peut donc être utilisé sur n'importe quel substrat 10, et pas seulement sur les superalliages base nickel. Par exemple le procédé selon l'invention peut être utilisé sur n'importe quel superalliage.

Après dépôt de la couche d'aluminium 40, il est possible de déposer sur cette couche un autre matériau, par exemple une barrière thermique en céramique lorsque la pièce ainsi revêtue est destinée aux applications hautes températures.

REVENDICATIONS

1. Procédé de dépôt d'un revêtement d'aluminisation sur un substrat comprenant :

5 (a) le dépôt d'une couche contenant du platine et au moins 35% atomique de nickel sur une surface du substrat, ledit dépôt comprenant de déposer par électrolyse sur la surface du substrat une première couche contenant du platine puis, sur la première couche , une seconde couche contenant du nickel ; et

10 (b) le dépôt d'un revêtement d'aluminium directement sur la couche contenant du platine et au moins 35% atomique de nickel.

2. Procédé selon la revendication 1, dans lequel le substrat est un superalliage.

15 3. Procédé selon la revendication 1, dans lequel le substrat est un superalliage base nickel.

4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, dans lequel, avant le dépôt de la couche contenant du platine et au moins 35% atomique de nickel à l'étape (a), on effectue une préparation de la surface du substrat.

20

1/1

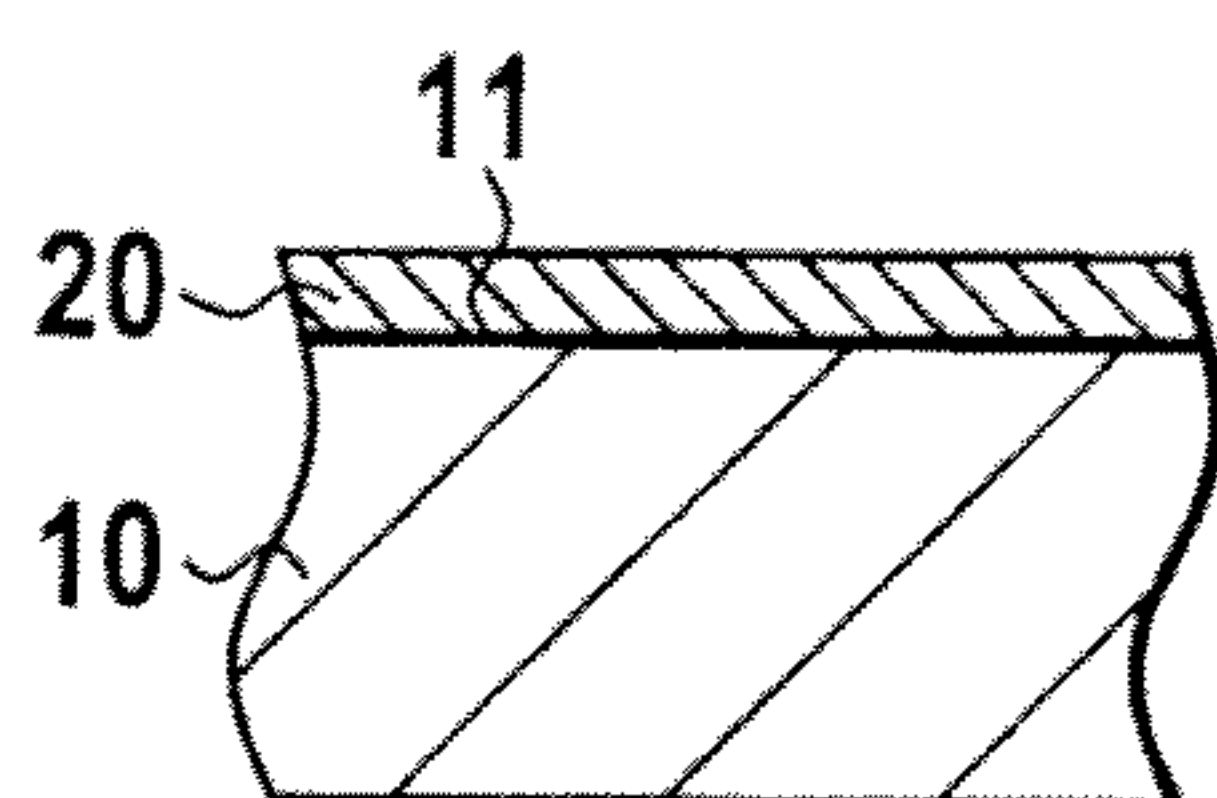


FIG. 1A

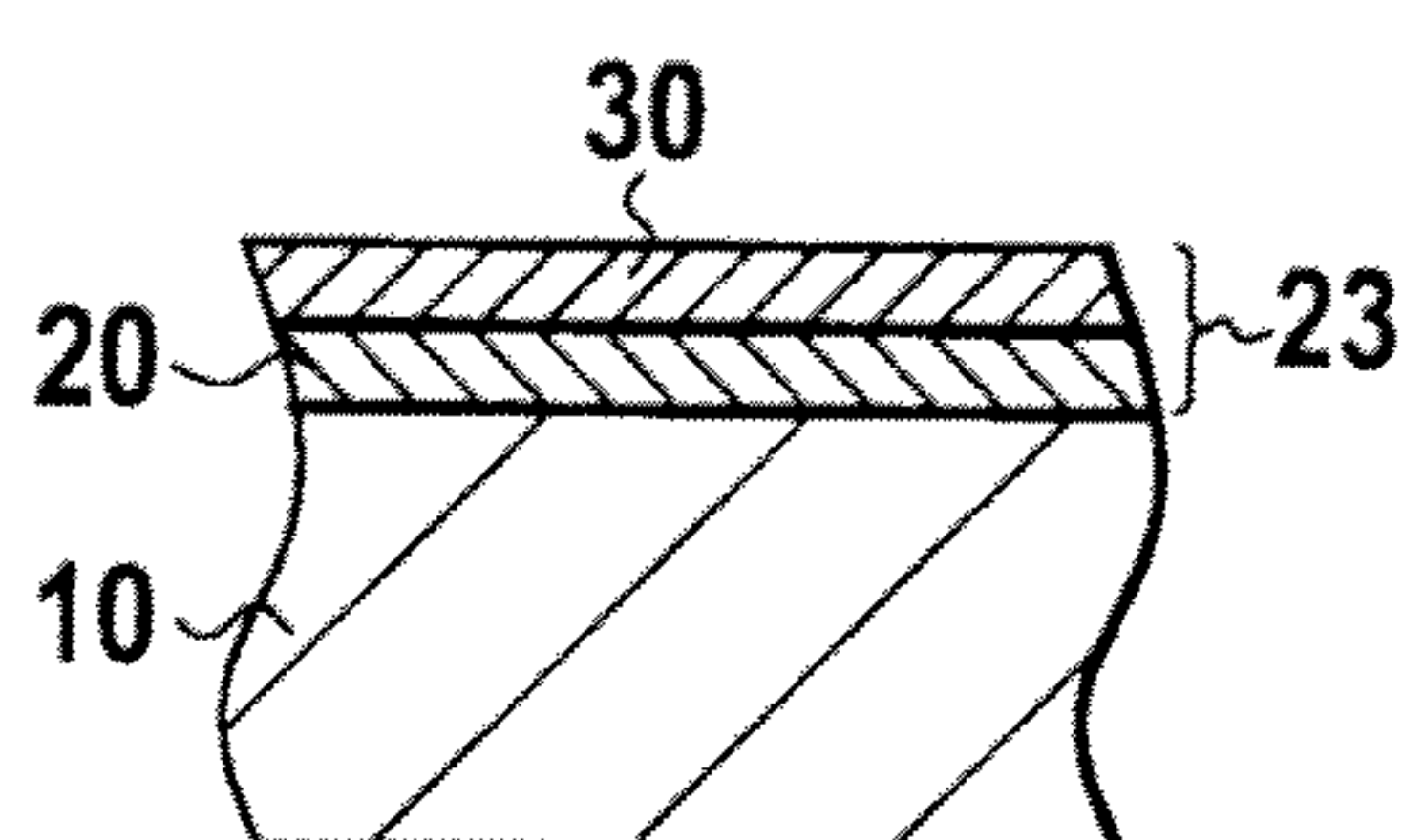


FIG. 1B

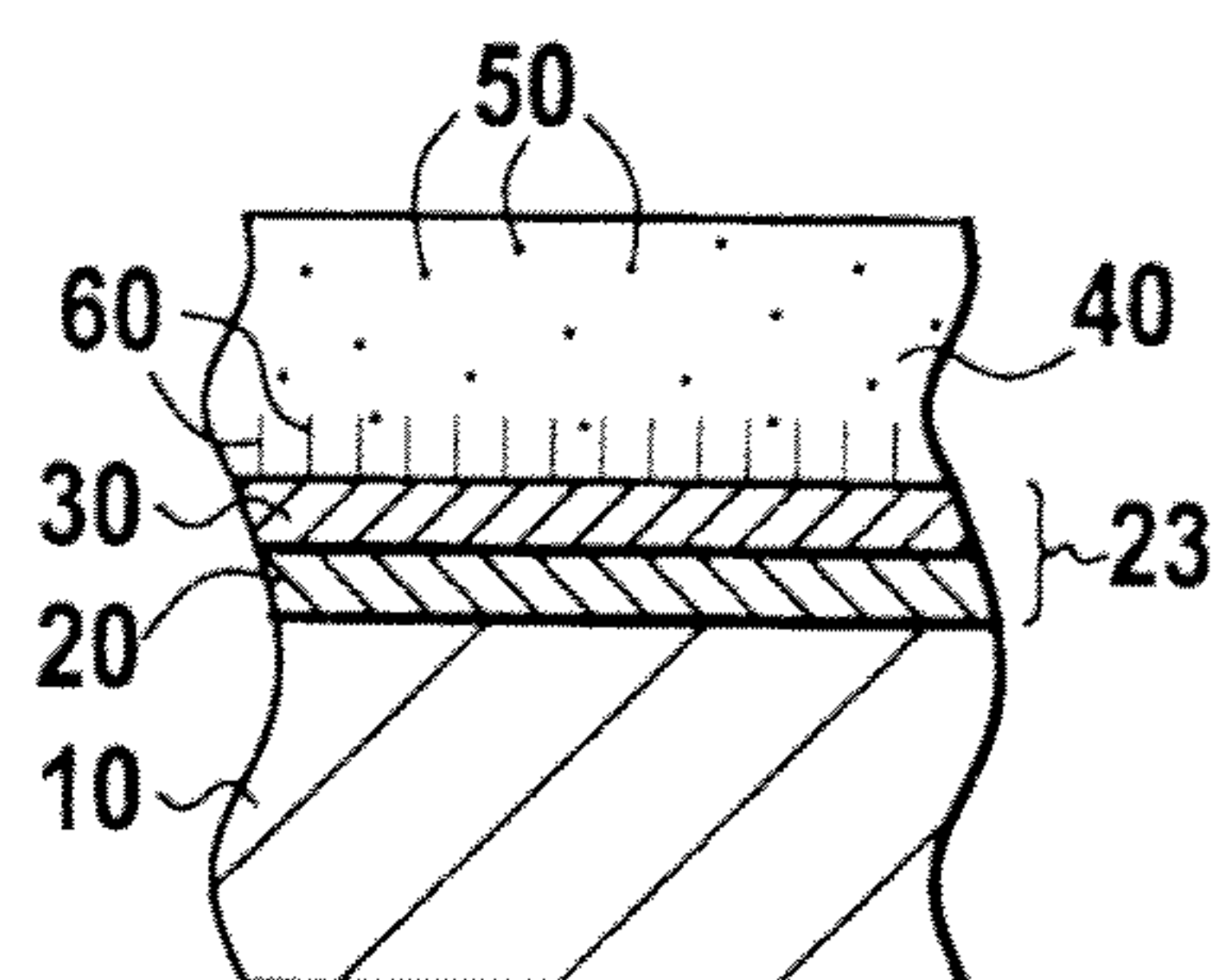
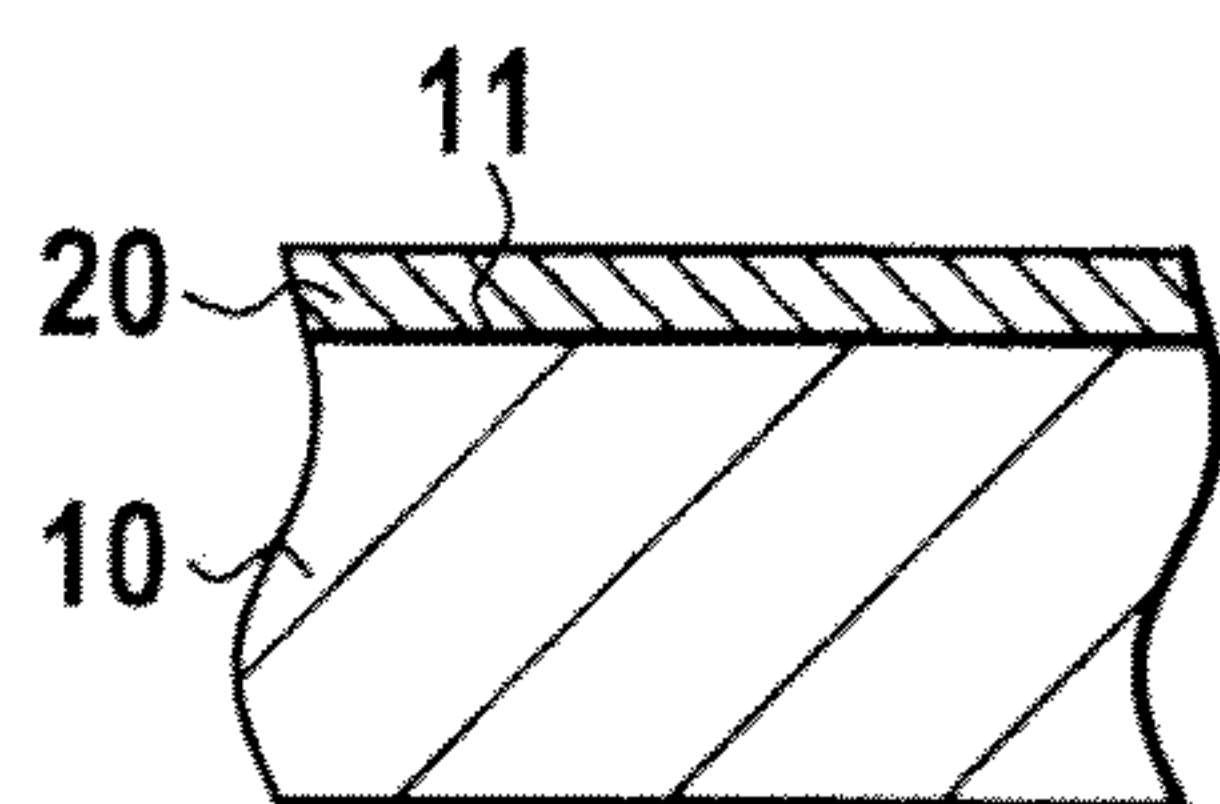
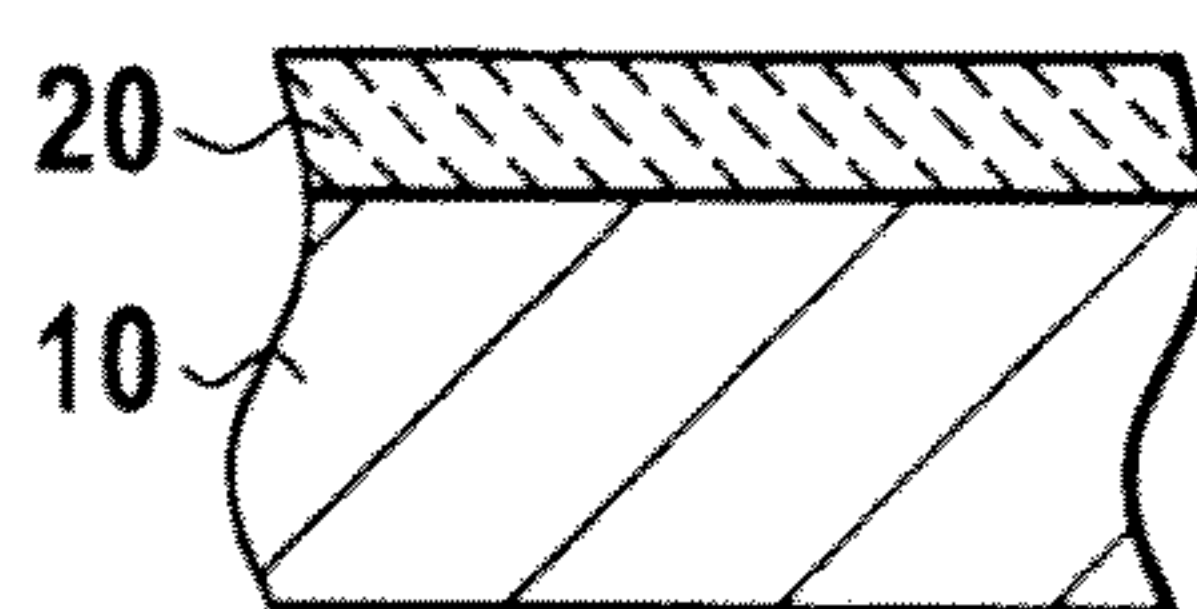
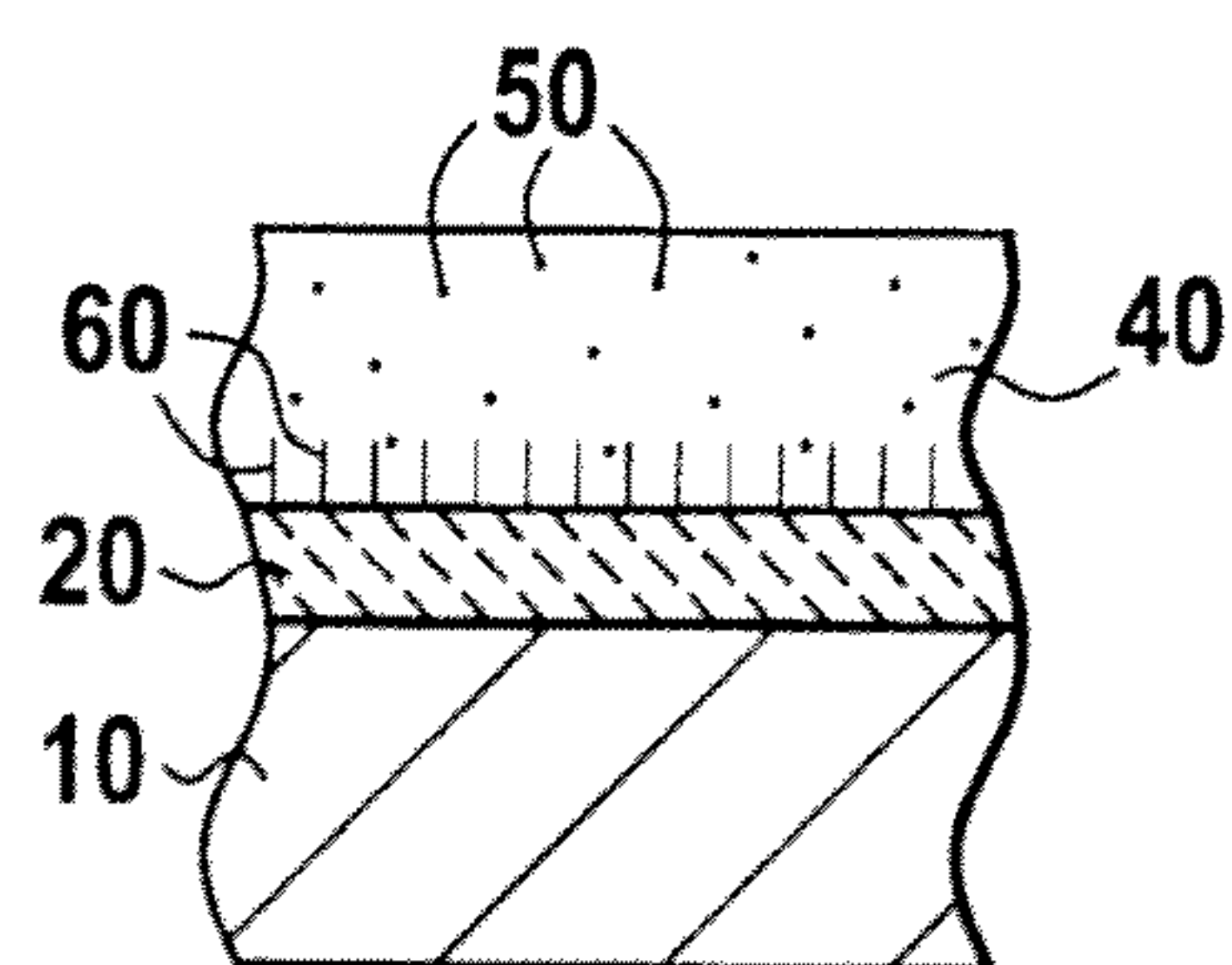


FIG. 1C

FIG. 2A
ART ANTERIEURFIG. 2B
ART ANTERIEURFIG. 2C
ART ANTERIEUR

