

19 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
COURBEVOIE

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

3 144 821

21 N° d'enregistrement national : 23 00256

51 Int Cl<sup>8</sup> : C 23 G 1/22 (2023.01)

12

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

22 Date de dépôt : 11.01.23.

30 Priorité :

43 Date de mise à la disposition du public de la  
demande : 12.07.24 Bulletin 24/28.

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

60 Références à d'autres documents nationaux  
apparentés :

○ Demande(s) d'extension :

71 Demandeur(s) : SAFRAN AIRCRAFT ENGINES SAS  
— FR.

72 Inventeur(s) : SAGET Pierre-Joseph Xavier Hervé.

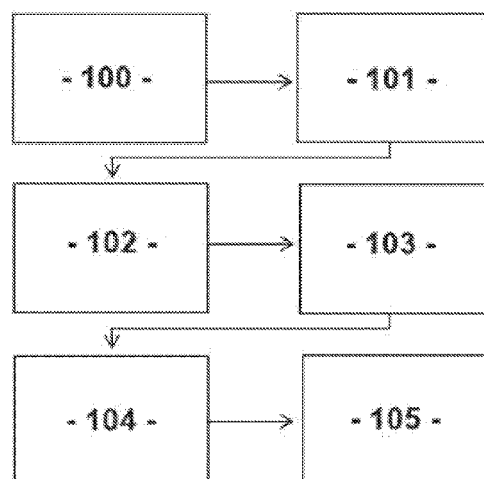
73 Titulaire(s) : SAFRAN AIRCRAFT ENGINES SAS.

74 Mandataire(s) : Cabinet Sébastien MARCONNET.

54 PROCÉDÉ DE TRAITEMENT DE SURFACE D'UNE PIÈCE RÉALISÉE EN TITANE OU DANS UN ALLIAGE À  
BASE DE TITANE.

57 L'invention porte sur un procédé de traitement de sur-  
face d'une pièce (13) réalisée en titane ou dans un alliage à  
base de titane comportant une étape de retrait d'une couche  
de calamine et d'une couche alpha-case par immersion de  
la pièce (13) réalisée en titane ou dans un alliage de titane  
dans un bain à ultrasons de solution aqueuse contenant de  
l'hydroxyde de sodium et du nitrate de sodium.

Figure 3



FR 3 144 821 - A1



## Description

### **Titre de l'invention : PROCÉDÉ DE TRAITEMENT DE SURFACE D'UNE PIÈCE RÉALISÉE EN TITANE OU DANS UN ALLIAGE À BASE DE TITANE**

- [0001] La présente invention porte sur un procédé de traitement de surface d'une pièce réalisée en titane ou dans un alliage à base de titane. Le titane possède de nombreuses propriétés physico-chimiques avantageuses, telles qu'un excellent rapport résistance mécanique/densité et une bonne résistance à la corrosion.
- [0002] L'invention trouve une application particulièrement avantageuse, mais non exclusive, avec les pièces en titane ou dans un alliage à base de titane utilisées dans l'aéronautique. En particulier, l'invention est mise en œuvre avec les pièces en titane ou dans un alliage à base de titane présentant une géométrie complexe, telles que les pièces de renfort d'aube destinées à recouvrir les bords d'attaque des aubes d'une soufflante. Ces pièces ont une fonction de protection de l'aube en cas de choc avec des projectiles, en particulier des volatiles, susceptibles de rentrer dans le moteur lors d'un vol de l'avion.
- [0003] Ce type de pièce est obtenu par découpe et mise en forme d'une tige allongée. Après avoir été dégraissée au moyen d'une solution de nettoyage, la pièce est recouverte d'une couche de nitrure de bore. Le nitrure de bore présente une conductivité thermique élevée, une isolation élevée, une faible propriété diélectrique, une grande légèreté et une excellente stabilité chimique. La couche de nitrure de bore permet de limiter un phénomène d'oxydation se produisant lors de la chauffe en formant une barrière chimique avec l'atmosphère extérieure.
- [0004] Après avoir été recouverte par la couche de nitrure de bore, la pièce est mise en forme par forgeage à basse température. Lors de cette étape de forgeage, la pièce est mise en forme de façon à replier ses bords pour définir une gorge de réception de l'aube de la soufflante. Après l'étape de forgeage, la couche de nitrure de bord est retirée par décapage par jet d'eau.
- [0005] Le traitement thermique a toutefois pour conséquence de faire apparaître à la surface de la pièce une couche de calamine est un mélange d'oxydes de fer qui se dépose en croûte sur la pièce ainsi qu'une couche "alpha-case" riche en oxygène et cassante de quelques dizaines de microns d'épaisseur. Cette couche de matériau est à l'origine de la formation de fissures et réduit considérablement la durée de vie de la pièce. La dissolution de la couche de calamine et de la couche alpha-case est donc réalisée sur toute pièce en titane ou dans un alliage de titane ayant subi un traitement thermique.
- [0006] A cette fin, la pièce est immergée dans un bain de sel en fusion de type Kolène (nom

commercial), à une température de l'ordre de 400 degrés. Ensuite, un bain d'acide sulfurique permet d'éliminer le dépôt de la couche de sel cristallisé recouvrant la pièce à l'issue de l'étape précédente. Ce bain d'acide sulfurique est suivi d'un bain d'acide fluonitrique.

[0007] Ce procédé présente toutefois un problème de sécurité, dans la mesure où il existe un risque d'explosion dans le cas où le sel fondu viendrait en contact avec de l'eau au cours de l'étape d'immersion dans le bain. En outre, il peut être difficile de retirer les couches de calamine et d'alpha case dans toutes les zones d'une pièce de forme complexe, comme un renfort d'aube.

[0008] L'invention vise à remédier efficacement aux inconvénients précités en proposant un procédé de traitement de surface d'une pièce réalisée en titane ou dans un alliage à base de titane comportant une étape de retrait d'une couche de calamine et d'une couche alpha-case par immersion de la pièce réalisée en titane ou dans un alliage de titane dans un bain à ultrasons de solution aqueuse contenant de l'hydroxyde de sodium et du nitrate de sodium.

[0009] L'invention permet ainsi, en utilisant un bain de solution aqueuse à base de sels alcalin en solution aqueuse de supprimer les risques d'explosion liés à l'utilisation de sels fondus de type Kolène (nom commercial). En outre, l'invention peut aisément être mise en œuvre avec des pièces à géométrie complexe du fait de l'activation de la surface de la pièce en titane grâce aux ultrasons qui renouvellent le liquide du bain autour de la pièce. L'invention permet également de faire l'économie de l'étape de retrait par bain d'acide de la couche de sel cristallisé qui se crée autour de la pièce suite à l'immersion dans le bain de sel fondu.

[0010] Selon une mise en œuvre de l'invention, une concentration en hydroxyde de sodium de la solution aqueuse est comprise entre 25% et 50% en volume.

[0011] Selon une mise en œuvre de l'invention, une concentration en nitrate de sodium de la solution aqueuse est comprise entre 2.5% et 10% en volume.

[0012] Selon une mise en œuvre de l'invention, une durée d'immersion de la pièce dans le bain à ultrasons est comprise entre 5 et 100 minutes.

[0013] Selon une mise en œuvre de l'invention, le bain à ultrasons est configuré à une fréquence comprise entre 20 kHz et 400 kHz.

[0014] L'invention a également pour objet un procédé de fabrication d'une pièce réalisée en titane ou dans un alliage de titane comportant successivement:

- une étape de dégraissage,
- une étape de dépôt d'une couche de nitrure de bore,
- une étape de mise en forme de la pièce par forgeage,
- une étape de décapage de la couche de nitrure de bore,
- une étape de retrait d'une couche de calamine et d'une couche alpha-case par mise

en œuvre du procédé de traitement de surface tel que précédemment défini, et  
 - une étape d'usinage de la pièce par bain chimique.

[0015] Selon une mise en œuvre de l'invention, l'étape de dépôt de la couche de nitrure de bore est effectuée par dépôt électrostatique d'une poudre de nitrure de bore sur une face externe de la pièce.

[0016] Selon une mise en œuvre de l'invention, l'étape de mise en forme est réalisée par forgeage à basse température comprise entre 400 degrés Celsius et 800 degrés Celsius.

[0017] Selon une mise en œuvre de l'invention, l'étape de décapage de la couche de nitrure de bore est effectuée au moyen d'un jet d'eau.

[0018] Selon une mise en œuvre de l'invention, le bain chimique est un bain d'acide sulfurique suivi d'un bain d'acide fluonitrique.

[0019] Selon une mise en œuvre de l'invention, la pièce réalisée en titane ou dans un alliage en titane est un renfort d'aube.

[0020] Selon une mise en œuvre de l'invention, l'étape de mise en forme consiste à replier des bord latéraux du renfort d'aube pour définir une gorge de réception d'une aube de soufflante.

[0021] La présente invention sera mieux comprise et d'autres caractéristiques et avantages apparaîtront encore à la lecture de la description détaillée qui suit comprenant des modes de réalisation donnés à titre illustratif en référence avec les figures annexées, présentées à titre d'exemples non limitatifs, qui pourront servir à compléter la compréhension de la présente invention et l'exposé de sa réalisation et, le cas échéant, contribuer à sa définition, sur lesquelles:

[0022] [Fig.1] La [Fig.1] est une vue de face d'une soufflante de turbomachine comportant un renfort d'aube obtenu par un procédé de fabrication selon l'invention;

[0023] [Fig.2] La [Fig.2] est une vue en coupe transversale d'un renfort d'aube obtenu par un procédé de fabrication selon l'invention;

[0024] [Fig.3] La [Fig.3] est un diagramme des différentes étapes du procédé de fabrication d'un renfort d'aube selon la présente invention.

[0025] Il est à noter que, sur les figures, les éléments structurels et/ou fonctionnels communs aux différents modes de réalisation présentent les mêmes références. Ainsi, sauf mention contraire, de tels éléments disposent de propriétés structurelles, dimensionnelles et matérielles identiques.

[0026] La [Fig.1] montre une soufflante 10 de turbomachine comportant un anneau 11 d'axe X ainsi qu'une pluralité d'aubes 12 s'étendant radialement vers l'extérieur de l'anneau 11 suivant leur axe Y. Les aubes 12 sont réparties angulairement de façon régulière suivant une circonférence de l'anneau 11.

[0027] La soufflante 10 comporte des renforts d'aube 13 destinés à recouvrir les bords d'attaque des aubes 12 de la soufflante 10. Ces pièces 13 ont une fonction de

protection des aubes 12 en cas de choc avec des projectiles, en particulier des oiseaux, lors d'un vol de l'avion. Comme on peut le voir sur la [Fig.2], un renfort d'aube 13 comporte deux bords latéraux 15 définissant, avec le reste de la pièce, une gorge 16 de réception de l'aube 12 de la soufflante 10.

- [0028] On décrit ci-après, en référence avec la [Fig.3], le procédé de fabrication d'un renfort d'aube 13 réalisé en titane ou dans un alliage de titane.
- [0029] Ce procédé comporte une étape 100 de dégraissage du renfort d'aube 13 pour débarrasser la pièce 13 des dépôts qui l'encrassent. L'étape 100 de dégraissage est effectuée par immersion dans un bain de solution aqueuse à base de potasse. La durée totale de ce bain et de la phase de rinçage est de l'ordre de 50 minutes environ. Par "de l'ordre de", on entend une variation de plus ou moins 10% par rapport à la valeur indiquée.
- [0030] Le procédé comporte une étape 101 de dépôt d'une couche de nitrure de bore. Le nitrure de bore présente une conductivité thermique élevée, une isolation élevée, une faible propriété diélectrique, une grande légèreté et une excellente stabilité chimique. La couche de nitrure de bore permet de limiter un phénomène d'oxydation se produisant lors de la chauffe en formant une barrière chimique avec l'atmosphère extérieure. L'étape 101 de dépôt de la couche de nitrure de bore est effectuée par dépôt électrostatique d'une poudre de nitrure de bore sur une face externe du renfort d'aube 13.
- [0031] Le procédé comporte également une étape 102 de mise en forme de la pièce par forgeage. L'étape de forgeage 102 est réalisée à basse température comprise entre 400 degrés Celsius et 800 degrés Celsius et valant de préférence de l'ordre de 750 degrés Celsius. Au cours de cette étape 102, les bord latéraux 15 du renfort d'aube 13 sont repliés pour définir la gorge 16 de réception de l'aube 12 de la soufflante 10.
- [0032] Après refroidissement de la pièce 13, le procédé comporte une étape 103 de décapage de la couche de nitrure de bore. Le décapage de la couche de nitrure de bore est effectué de préférence au moyen d'un jet d'eau.
- [0033] Le procédé comporte ensuite une étape 104 de retrait d'une couche de calamine et d'une couche alpha-case par immersion du renfort d'aube 13 dans un bain à ultrasons de solution aqueuse contenant de l'hydroxyde de sodium et du nitrate de sodium. L'immersion de la pièce 13 dans un tel bain permet d'activer la surface de pièce grâce aux ultrasons qui renouvellent le liquide du bain autour du renfort d'aube 13. L'invention peut ainsi être mise en œuvre avec des pièces de géométrie complexe, dans la mesure le bain est actif même dans les zones difficiles d'accès comme le fond du renfort d'aube 13. L'ensemble de la pièce 13 pourra ainsi être nettoyée de sa couche de calamine et de sa couche d'alpha-case.
- [0034] Avantagusement, une concentration en hydroxyde de sodium de la solution aqueuse

est comprise entre 25% et 50% en volume. Une concentration en nitrate de sodium de la solution aqueuse est comprise entre 2.5% et 10% en volume. Un produit de type Ardrex 1631 (nom commercial) peut être utilisé pour obtenir cette solution. Les concentrations en hydroxyde de sodium et en nitrate de sodium peuvent être adaptées en fonction du nombre de pièces immergées dans le bain. Plus le nombre de pièces est important, plus les concentrations en hydroxyde de sodium et en nitrate de sodium sont élevées. Inversement, plus le nombre de pièces est faible, plus les concentrations en hydroxyde de sodium et en nitrate de sodium sont faibles.

- [0035] Une durée d'immersion d'un renfort d'aube 13 dans le bain à ultrasons est comprise entre 5 et 100 minutes. Le bain à ultrasons est configuré à une fréquence comprise entre 20 kHz et 400 kHz.
- [0036] Le procédé comporte également une étape finale 105 d'usinage du renfort d'aube 13 par bain chimique, en particulier un bain d'acide sulfurique suivi d'un bain d'acide fluo-nitrique. L'étape 105 d'usinage chimique est mise en œuvre pour retirer une épaisseur prédéterminée de matière, notamment de l'ordre de 0.6mm. Alternativement, l'étape d'usinage 105 pourra être une étape d'usinage mécanique.
- [0037] L'invention peut être mise en œuvre pour le traitement de surface et/ou la fabrication de pièces réalisées en titane ou dans un alliage à base de titane autres que des renforts d'aubes 12.
- [0038] Bien entendu, les différentes caractéristiques, variantes et/ou formes de réalisation de la présente invention peuvent être associées les unes avec les autres selon diverses combinaisons dans la mesure où elles ne sont pas incompatibles ou exclusives les unes des autres.
- [0039] En outre, l'invention n'est pas limitée aux modes de réalisation décrits précédemment et fournis uniquement à titre d'exemple. Elle englobe diverses modifications, formes alternatives et autres variantes que peut envisager l'homme du métier dans le cadre de la présente invention et notamment toutes combinaisons des différents modes de fonctionnement décrits précédemment, pouvant être pris séparément ou en association.

## Revendications

- [Revendication 1] Procédé de traitement de surface d'une pièce (13) réalisée en titane ou dans un alliage à base de titane caractérisé en ce que ledit procédé comporte une étape (104) de retrait d'une couche de calamine et d'une couche alpha-case par immersion de la pièce (13) réalisée en titane ou dans un alliage de titane dans un bain à ultrasons de solution aqueuse contenant de l'hydroxyde de sodium et du nitrate de sodium.
- [Revendication 2] Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'une concentration en hydroxyde de sodium de la solution aqueuse est comprise entre 25% et 50% en volume.
- [Revendication 3] Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce qu'une concentration en nitrate de sodium de la solution aqueuse est comprise entre 2.5% et 10% en volume.
- [Revendication 4] Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce qu'une durée d'immersion de la pièce dans le bain à ultrasons est comprise entre 5 et 100 minutes.
- [Revendication 5] Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que le bain à ultrasons est configuré à une fréquence comprise entre 20 kHz et 400 kHz.
- [Revendication 6] Procédé de fabrication d'une pièce réalisée en titane ou dans un alliage de titane caractérisé en ce qu'il comporte successivement:
- une étape (100) de dégraissage,
  - une étape (101) de dépôt d'une couche de nitrure de bore,
  - une étape (102) de mise en forme de la pièce par forgeage,
  - une étape (103) de décapage de la couche de nitrure de bore,
  - une étape (104) de retrait d'une couche de calamine et d'une couche alpha-case par mise en œuvre du procédé de traitement de surface selon l'une quelconque des revendications précédentes, et
  - une étape (105) d'usinage de la pièce par bain chimique.
- [Revendication 7] Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que l'étape (101) de dépôt de la couche de nitrure de bore est effectuée par dépôt électrostatique d'une poudre de nitrure de bore sur une face externe de la pièce.
- [Revendication 8] Procédé selon la revendication 6 ou 7, caractérisé en ce que l'étape (102) de mise en forme est réalisée par forgeage à basse température comprise entre 400 degrés Celsius et 800 degrés Celsius.
- [Revendication 9] Procédé selon l'une quelconque des revendications 6 à 8, caractérisé en ce que l'étape (103) de décapage de la couche de nitrure de bore est

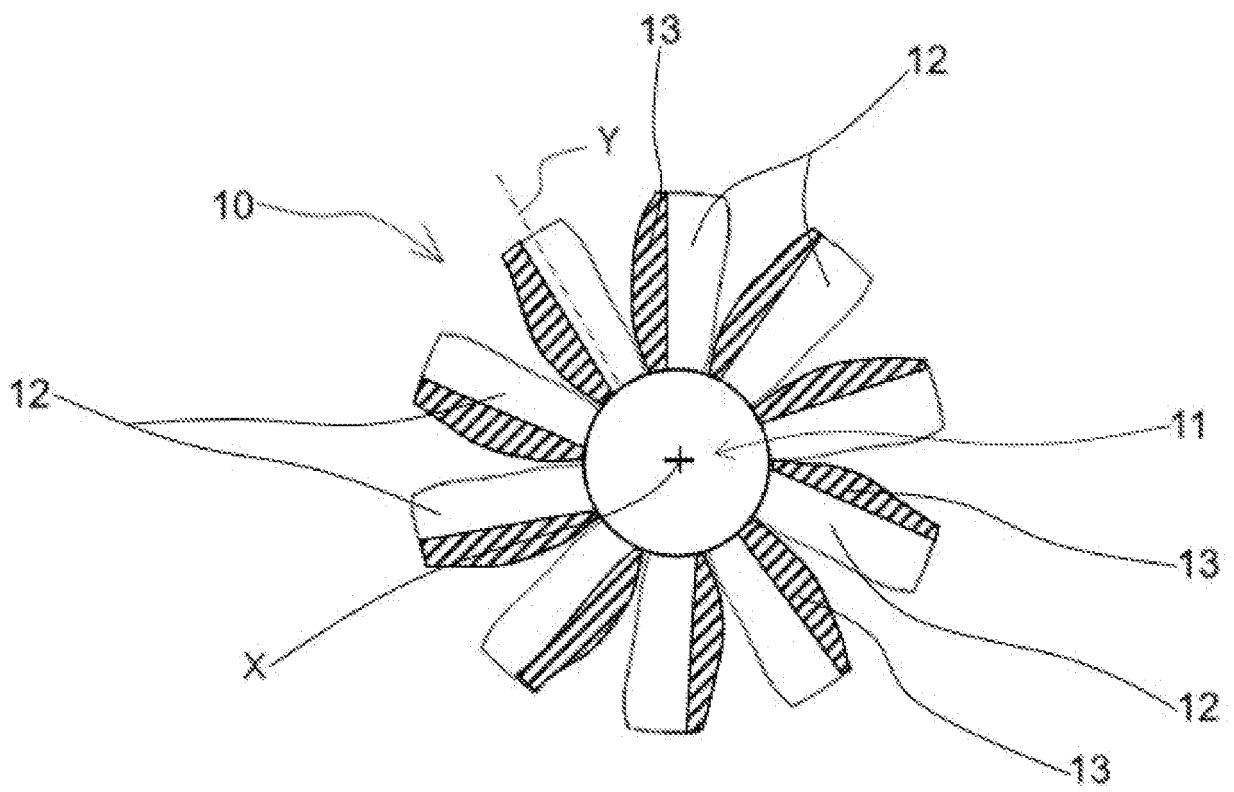
effectuée au moyen d'un jet d'eau.

[Revendication 10] Procédé selon l'une quelconque des revendications 6 à 9, caractérisé en ce que le bain chimique est un bain d'acide sulfurique suivi d'un bain d'acide fluonitrique.

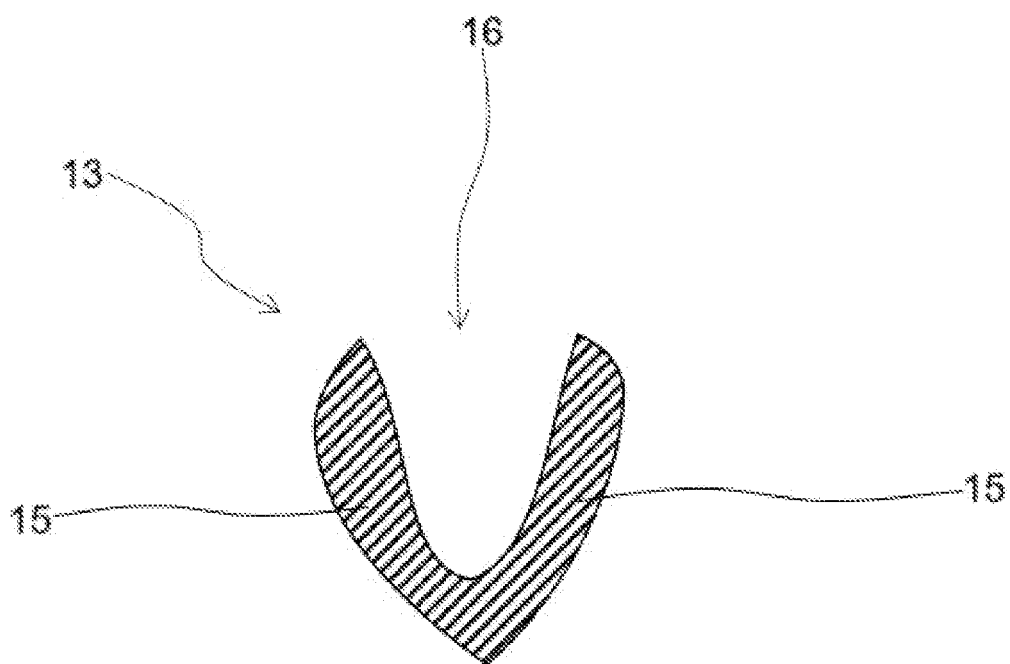
[Revendication 11] Procédé selon l'une quelconque des revendications 6 à 10, caractérisé en ce que la pièce réalisée en titane ou dans un alliage en titane est un renfort d'aube (13).

[Revendication 12] Procédé selon la revendication 11, caractérisé en ce que l'étape (102) de mise en forme consiste à replier des bord latéraux (15) du renfort d'aube (13) pour définir une gorge (16) de réception d'une aube (12) de soufflante (10).

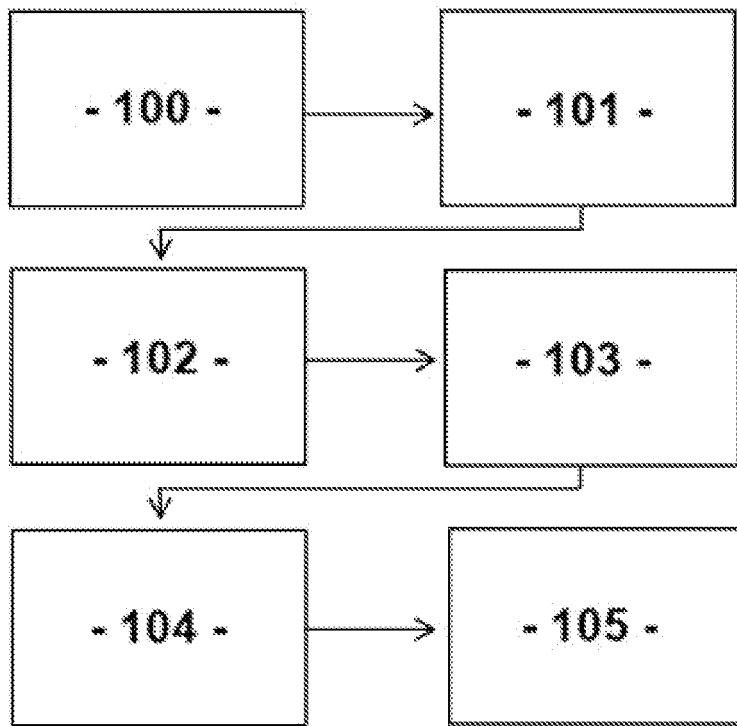
[Fig. 1]



[Fig. 2]



[Fig. 3]



## RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE

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

N° d'enregistrement  
national

**FA 914844**  
**FR 2300256**

| DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                         |                                                                                                                                                                                                                     | Revendication(s)<br>concernée(s) | Classement attribué<br>à l'invention par l'INPI |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------|-------------------------------------------------|
| Catégorie                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                     | Citation du document avec indication, en cas de besoin,<br>des parties pertinentes                                                                                                                                  |                                  |                                                 |
| <b>Y</b>                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                      | <b>BE 546 589 A (SOCIETE CONTINENTALE PARKER)</b><br><b>23 octobre 1959 (1959-10-23)</b>                                                                                                                            | <b>1-5</b>                       | <b>C23G1/22</b>                                 |
| <b>A</b>                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                      | <b>* revendication 1 *</b><br><b>* page 3, lignes 1-21 *</b><br><div style="text-align: center;">-----</div>                                                                                                        | <b>6-12</b>                      |                                                 |
| <b>A</b>                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                      | <b>US 3 690 949 A (NG DANIEL Y)</b><br><b>12 septembre 1972 (1972-09-12)</b><br><b>* abrégé *</b><br><b>* exemple 1 *</b><br><div style="text-align: center;">-----</div>                                           | <b>1-12</b>                      |                                                 |
| <b>Y</b>                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                      | <b>CN 108 425 122 A (JIANGXI COPPER CORPORATION LTD)</b><br><b>21 août 2018 (2018-08-21)</b><br><b>* "summary of the invention" *</b><br><b>* revendication 2 *</b><br><div style="text-align: center;">-----</div> | <b>1-5</b>                       |                                                 |
|                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                               |                                                                                                                                                                                                                     |                                  | DOMAINES TECHNIQUES<br>RECHERCHÉS (IPC)         |
|                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                               |                                                                                                                                                                                                                     |                                  | <b>C23C</b><br><b>C23G</b>                      |
| Date d'achèvement de la recherche                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                             |                                                                                                                                                                                                                     | Examineur                        |                                                 |
| <b>26 juin 2023</b>                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                           |                                                                                                                                                                                                                     | <b>Lange, Ronny</b>              |                                                 |
| <div style="display: flex; justify-content: space-between;"> <div style="width: 45%;"> <p style="text-align: center;">CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul</p> <p>Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie</p> <p>A : arrière-plan technologique</p> <p>O : divulgation non-écrite</p> <p>P : document intercalaire</p> </div> <div style="width: 50%;"> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention</p> <p>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.</p> <p>D : cité dans la demande</p> <p>L : cité pour d'autres raisons</p> <p>.....</p> <p>&amp; : membre de la même famille, document correspondant</p> </div> </div> |                                                                                                                                                                                                                     |                                  |                                                 |

# **ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE** **RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO.   FR 2300256   FA 914844**

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 **26-06-2023**  
 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<br>au rapport de recherche | Date de<br>publication | Membre(s) de la<br>famille de brevet(s) | Date de<br>publication |
|-------------------------------------------------|------------------------|-----------------------------------------|------------------------|
| <b>BE 546589           A</b>                    | <b>23-10-1959</b>      | <b>BE           546589 A</b>            | <b>26-06-2023</b>      |
|                                                 |                        | <b>FR           1202810 A</b>           | <b>13-01-1960</b>      |
|                                                 |                        | <b>GB           824767 A</b>            | <b>02-12-1959</b>      |
| -----                                           |                        |                                         |                        |
| <b>US 3690949           A</b>                   | <b>12-09-1972</b>      | <b>AUCUN</b>                            |                        |
| -----                                           |                        |                                         |                        |
| <b>CN 108425122       A</b>                     | <b>21-08-2018</b>      | <b>AUCUN</b>                            |                        |
| -----                                           |                        |                                         |                        |