

12

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

22 Date de dépôt : 10.02.09.

30 Priorité :

43 Date de mise à la disposition du public de la demande : 13.08.10 Bulletin 10/32.

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 :

71 Demandeur(s) : SNECMA — FR, INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE TOULOUSE INPT — FR, UNIVERSITE PAUL SABATIER TOULOUSE III — FR et CENTRE NATIONAL DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE (C.N.R.S.) — FR.

72 Inventeur(s) : CADORET YANNICK, ESTOURNES CLAUDE, MONCEAU DANIEL et OQUAB DJAR.

73 Titulaire(s) : SNECMA, INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE TOULOUSE INPT, UNIVERSITE PAUL SABATIER TOULOUSE III, CENTRE NATIONAL DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE (C.N.R.S.)

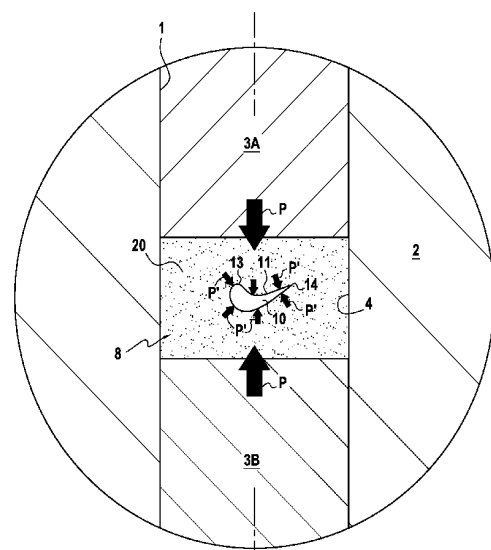
74 Mandataire(s) : CABINET BEAU DE LOMENIE.

54 PROCÉDE DE DÉPÔT D'UNE COUCHE DE PROTECTION SUR UNE PIÈCE.

57 Procédé de dépôt d'une couche de protection sur une pièce (10), dans lequel:

- on utilise un appareil de frittage flash, cet appareil ayant une enceinte de compression (8) traversée par un courant électrique lors du frittage flash;
- on dépose sur la pièce (10) au moins un revêtement précurseur de ladite couche de protection;
- on dispose la pièce dans l'enceinte de compression (8);
- on noie la pièce et son revêtement dans une poudre réfractaire (20), cette poudre réfractaire restant fluide dans la gamme de températures utilisée pour le frittage flash;
- on soumet la pièce et son revêtement noyés dans la poudre réfractaire à un frittage flash, de manière à obtenir une cohésion entre la pièce et son revêtement et la transformation de ce revêtement en couche de protection.

Application au dépôt d'une couche de protection faisant office de barrière environnementale et/ou thermique sur une aube de turbine.



L'invention concerne un procédé de dépôt d'une couche de protection sur une pièce. Elle se destine à tout type de pièce, plus particulièrement aux pièces métallique et, encore plus particulièrement aux pièces en superalliage telles que les pièces de turbomachine aéronautique ou terrestre, soumises à
5 de hautes températures en fonctionnement. Notamment, ladite pièce peut être une aube ou un distributeur de turbine de turboréacteur ou de turbopropulseur d'avion.

Dans le domaine de l'aéronautique, certaines pièces et notamment les aubes (mobiles ou fixes) de la turbine haute pression d'une turbomachine
10 évoluent dans un environnement agressif composé de gaz à très haute température (plus de 1000°C), éjecté à haute vitesse. Dans cet environnement agressif, les aubes doivent conserver leurs propriétés mécaniques et résister aux phénomènes de corrosion. Ces aubes sont souvent réalisées en un superalliage résistant à haute température, généralement un
15 superalliage à base de nickel (Ni), idéalement monocristallin. Toutefois, même les superalliages les plus performants actuellement ont, dans un tel environnement, des performances mécaniques et une durée de vie insuffisantes. Pour cette raison, il est nécessaire de recouvrir ces superalliages d'une couche de protection, appelée communément "barrière thermique".

Les barrières thermiques utilisées actuellement sont réalisées en déposant sur la pièce une couche de céramique. Cette couche de céramique est typiquement à base de zircone (oxyde de zirconium ZrO_2). Elle assure l'isolation thermique de la pièce et permet de maintenir cette dernière à des températures où ses performances mécaniques et sa durée de vie sont
20 acceptables.

Afin d'assurer l'ancrage de cette couche de céramique, une sous-couche métallique est généralement interposée entre la pièce et la couche de céramique. Cette sous-couche assure l'adhérence entre la pièce et la couche de céramique, sachant que l'adhérence entre la sous-couche et la pièce se fait
30 par inter-diffusion, et que l'adhérence entre la sous-couche et la couche céramique se fait par ancrage mécanique et par la propension de la sous-couche à développer à haute température, à l'interface céramique/sous-couche, une couche d'oxyde mince qui assure le contact chimique avec la céramique. En outre, cette sous-couche métallique assure la protection de la
35 pièce contre les phénomènes de corrosion. Typiquement, cette sous-couche

métallique est un aluminure de nickel modifié platine (Ni, Pt)Al.

Aujourd'hui, il est connu de déposer sur une pièce en superalliage à base de Ni, une barrière thermique qui comprend une sous-couche métallique en (Ni, Pt)Al recouvrant la pièce et une couche de céramique à base de ZrO₂ recouvrant ladite sous couche, selon un procédé comprenant les étapes suivantes: la préparation de la surface de la pièce par décapage chimique et sablage; le dépôt sur la pièce, par électrolyse, d'un revêtement de platine (Pt); le traitement thermique éventuel de l'ensemble pour faire diffuser Pt dans la pièce; le dépôt d'aluminium (Al) par dépôt chimique en phase vapeur (CVD) ou par dépôt physique en phase vapeur (PVD); le traitement thermique éventuel de l'ensemble pour faire diffuser Pt et Al dans la pièce; la préparation de la surface de la sous-couche métallique formée; et le dépôt par évaporation sous faisceau d'électrons (EB-PVD) d'un revêtement en céramique. Cet exemple de procédé connu a pour avantage de pouvoir être utilisé sur une pièce de forme relativement complexe comme une aube de turbine. Cependant, il a pour inconvénient d'être long et complexe à mettre en œuvre, notamment en raison de ses nombreuses étapes.

On connaît par ailleurs, la publication intitulée "Oxidation resistant Aluminized MCrAlY coating prepared by Spark Plasma Sintering (SPS)" de Djar Oquab, Claude Estournes et Daniel Monceau (publiée en 2007 dans la revue *Advanced Engineering Materials* 2007, 9, No. 5) qui divulgue un autre exemple de procédé de dépôt d'une couche de protection sur une pièce, cette pièce étant en superalliage à base de Ni et ayant la forme d'une pastille, plus précisément d'un cylindre de révolution. Selon ce procédé connu, on dépose un revêtement métallique en MCrAlY (où M = Co, Ni ou Co/Ni) se présentant sous la forme d'une poudre sèche, sur les faces planes de ladite pastille (i.e. sur les bases dudit cylindre de révolution) mais pas sur la tranche. L'ensemble (pastille et revêtement) est ensuite enveloppé dans une feuille de graphite avant d'être placé dans l'enceinte de compression d'un appareil de frittage flash ou appareil SPS. La pastille est disposée dans l'enceinte de compression de sorte que les pistons de l'appareil exercent sur les faces planes de la pastille et le revêtement une pression uniaxiale orientée parallèlement à l'axe de révolution de cette pastille et donc perpendiculairement à ces faces planes. Après le frittage flash, la feuille de graphite est éliminée par oxydation du carbone par chauffage sous air à 800°C, durant 10 min.

Dans le procédé divulgué dans cette publication, la forme simple de la pièce, la planéité des zones de la pièce à recouvrir et le positionnement de la pièce dans l'enceinte de compression sont adaptés à la compression uniaxiale exercée. Cette publication ne donne cependant aucune information sur la manière de déposer une couche de protection sur des zones de la pièce qui ne seraient ni planes, ni perpendiculaires à la direction de la compression uniaxiale exercée lors du frittage flash.

L'invention a pour but de proposer un nouveau procédé de dépôt permettant de déposer une couche de protection sur différentes zones d'une pièce, même lorsque ces zones sont courbes et/ou orientées différemment.

Ce nouveau procédé est tel que:

- on utilise un appareil de frittage flash, cet appareil ayant une enceinte de compression traversée par un courant électrique lors du frittage flash, et une poudre réfractaire restant fluide dans la gamme de températures utilisée pour le frittage flash (cette poudre réfractaire ne fritte donc pas dans la gamme de températures utilisée);
- on dépose sur la pièce au moins un revêtement précurseur de ladite couche de protection, de sorte qu'on obtient une pièce revêtue;
- on dispose la poudre réfractaire et la pièce revêtue dans l'enceinte de compression, en faisant en sorte de noyer la pièce revêtue dans la poudre réfractaire;
- on soumet la pièce revêtue noyées dans la poudre réfractaire à un frittage flash, de manière à obtenir une cohésion entre la pièce et son revêtement et la transformation de ce revêtement en couche de protection.

D'une manière générale, le procédé de l'invention a pour avantage d'être rapide et reproductible.

De plus, lors du frittage flash, la poudre réfractaire entourant la pièce revêtue transmet la pression exercée par l'appareil de frittage flash sur la pièce revêtue de façon quasi-isostatique. Ainsi, toutes les zones de la pièce recouvertes par le revêtement (même celles qui ne sont pas planes ou pas orientées perpendiculairement à la direction de la compression uniaxiale exercée par l'appareil) sont soumises à une pression permettant la fixation du revêtement sur ces zones et, à la fin du frittage flash, ces zones sont recouvertes par la couche de protection souhaitée.

Le procédé précédemment décrit peut donc être utilisé pour déposer

une couche de protection sur une pièce de forme complexe, cette couche de protection pouvant, notamment, faire office de barrière environnementale et/ou thermique.

5 On notera que toutes les zones de la pièce ne sont pas nécessairement recouvertes par le revêtement et donc par la couche de protection. Dans ce cas, lors du frittage flash, les zones non-recouvertes sont en contact direct avec la poudre réfractaire. Comme la poudre ne fritte pas dans le domaine de températures concerné, il n'y a pas d'adhérence de la poudre réfractaire sur ces zones non-recouvertes.

10 On notera également que ladite poudre réfractaire peut être conductrice d'électricité ou non. Dans le cas où cette poudre réfractaire est conductrice d'électricité, elle est chauffée par effet Joule lors du frittage flash. Si la pièce revêtue est également conductrice d'électricité, elle est également chauffée par effet Joule. Si la pièce revêtue n'est pas conductrice d'électricité, elle est chauffée par conduction de chaleur de la poudre vers la pièce. Dans le cas où la poudre n'est pas conductrice d'électricité, le frittage reste possible car la poudre est chauffée par conduction de chaleur de l'appareil de frittage flash vers la poudre et la pièce revêtue est chauffée par conduction de chaleur de la poudre vers la pièce.

20 Selon un mode de réalisation, pour disposer la pièce revêtue dans l'enceinte de compression, on dispose d'abord au fond de l'enceinte de compression une première couche de poudre réfractaire puis on dispose la pièce revêtue sur cette première couche et, enfin, on recouvre la pièce revêtue et la première couche d'une deuxième couche de poudre réfractaire.

25 Ledit revêtement peut se présenter sous la forme d'une feuille ou de plusieurs feuilles superposées. Par exemple, il peut s'agir d'une feuille métallique étant entendu que, dans la présente demande, une partie (i.e. pièce, revêtement, feuille, etc.) est dite métallique lorsqu'elle est en métal, en alliage et/ou en composé intermétallique. Le revêtement présente alors l'avantage d'être facile à déposer sur les surfaces à protéger. En outre, sous 30 cette forme, il est facile de contrôler la quantité de matière déposée et l'épaisseur de la couche de protection souhaitée en contrôlant l'épaisseur initiale de la (des) feuille(s) utilisée(s). Lorsque plusieurs feuilles métalliques sont superposées, elles peuvent être de compositions différentes.

35 Le revêtement peut également se présenter sous la forme d'une

poudre en suspension dans un liquide ou un gel (i.e. une barbotine). Par exemple, il peut s'agir d'une poudre métallique ou d'une poudre céramique. Sous cette forme, le revêtement peut être déposé facilement, par exemple par pulvérisation ou à l'aide d'un pinceau. De plus, la composition des poudres et, donc, des revêtements déposés, est facilement maîtrisée.

Bien entendu, lorsque plusieurs revêtements sont déposés, les uns peuvent se présenter sous forme de poudre en suspension dans un liquide ou un gel et les autres sous forme de feuille.

Pour déposer le ou les revêtements, il n'est donc pas nécessaire d'avoir recours à des techniques de dépôt complexes comme le dépôt physique ou chimique en phase vapeur (CVD ou PVD), le dépôt par projection HVOF (pour "High Velocity Oxy-Fuel"), le dépôt électrolytique, etc., qui sont souvent longues à mettre en œuvre et avec lesquelles il est souvent difficile de maîtriser la composition du dépôt réalisé.

Ladite poudre réfractaire utilisée pour enrober la pièce et son (ses) revêtement(s) est, par exemple, une poudre de nitrure de bore, une poudre d'alumine, une poudre de graphite, ou un mélange de celles-ci. D'une manière générale, le choix de la poudre réfractaire se fait en fonction du type de revêtement à déposer sur la pièce (composition et température de frittage).

Selon un mode de mise en œuvre, on soumet, après l'étape de frittage flash, la pièce et la couche de protection à un traitement thermique afin d'obtenir une microstructure particulière dans la couche de protection. Généralement, cette étape de traitement thermique permet aux éléments chimiques de la pièce et de la couche de protection d'inter-diffuser. Cette étape supplémentaire peut-être réalisée dans l'appareil de frittage flash.

Selon un mode de mise en œuvre, la pièce est métallique et la couche de protection consiste en au moins une couche métallique recouvrant la pièce.

Selon un autre mode de mise en œuvre, la pièce est métallique et la couche de protection comprend une couche de céramique recouvrant directement la pièce.

Selon un autre mode de mise en œuvre, la pièce est métallique et la couche de protection comprend au moins une sous-couche métallique recouvrant la pièce et une couche de céramique recouvrant la sous-couche métallique.

Dans ce dernier cas, selon un mode de mise en œuvre, le procédé

comprend les étapes suivantes :

- on dépose sur la pièce un premier revêtement métallique précurseur de ladite sous-couche métallique, et

5 - on dépose sur le premier revêtement un deuxième revêtement en céramique, précurseur de ladite couche de céramique.

Une telle couche de protection peut faire office de barrière thermique.

L'étape de frittage flash permet aux éléments chimiques de la pièce et du premier revêtement d'inter-diffuser pour former ladite sous-couche et elle permet de former une liaison entre la pièce et le premier revêtement et entre
10 les premier et deuxième revêtements. De plus, l'étape de frittage flash permet de densifier les revêtements qui sont sous forme de poudre. Tout ceci s'effectue en une seule étape qui ne dure généralement que quelques minutes, ce qui présente un grand intérêt pratique.

En outre, le frittage flash simultané desdits revêtements permet
15 d'obtenir des porosités différentes dans la sous-couche métallique et dans la couche de céramique formées, à savoir une porosité très faible, voire nulle, dans la sous-couche métallique et une porosité élevée dans la couche de céramique. Ceci présente un avantage car plus la porosité dans la sous-couche métallique est faible, plus cette sous-couche protège contre la
20 corrosion et l'oxydation. Inversement, une porosité élevée dans la couche de céramique formée contribue à une faible conductivité thermique de cette couche et donc à une bonne protection thermique de la pièce.

Selon un mode de mise en œuvre, ladite pièce est un superalliage à base de Ni et ledit premier revêtement comprend de l'aluminium associé à au
25 moins un élément choisi parmi : Pt, Pd, Ir, Rh et Ru. On obtient ainsi une sous-couche en aluminiure de nickel modifié. Ainsi, si on note M ledit élément choisi parmi Pt, Pd, Ir, Rh et Ru, on obtient un aluminiure de nickel modifié (Ni, M) Al. Lorsque le premier revêtement se présente sous forme de feuilles superposées, on peut par exemple utiliser une feuille en Al et une feuille en
30 Pt. Dans ce cas, la composition de la sous-couche est contrôlée par le rapport entre les épaisseurs des feuilles utilisées.

Selon un autre mode de mise en œuvre, ladite pièce est un superalliage à base de Ni et ledit premier revêtement comprend un élément
35 choisi parmi : Pt, Pd, Ir, Rh et Ru. On obtient ainsi un revêtement d'élément noble diffusé.

En outre, pour obtenir une microstructure particulière dans cette sous-couche, on peut soumettre, après l'étape de frittage, la pièce et sa barrière thermique à un traitement thermique de manière à influencer sur l'inter-diffusion entre la pièce et le premier revêtement. En particulier, lorsque la sous-couche est en aluminium de nickel modifié platine (Ni, Pt)Al, ce traitement thermique permet d'obtenir la ou les phases souhaitées (notamment une combinaison des phases γ -Ni, γ' -Ni₃Al, β -NiAl, α -NiPtAl, PtAl₂) parmi les phases du diagramme ternaire Ni-Pt-Al.

Selon un autre mode de mise en œuvre, le premier revêtement est en alliage Ni-M-Al-Cr où M est au moins un élément choisi parmi : Pt, Pd, Ir, Rh et Ru.

Selon un mode de mise en œuvre, le deuxième revêtement est à base d'une céramique ayant une faible conductivité thermique de manière à pouvoir assurer la protection thermique de la pièce. Il s'agit, par exemple, d'une zircone stabilisée avec au moins un oxyde d'un élément choisi dans le groupe constitué des terres rares, de préférence dans le sous-groupe : Y, Dy, Er, Eu, Gd, Sm, Yb, ou avec une combinaison d'un oxyde de tantale (Ta) et d'au moins un oxyde de terre rare, ou avec une combinaison d'un oxyde de niobium (Nb) et d'au moins un oxyde de terre rare.

Selon un mode de mise en œuvre, on dépose au moins un troisième revêtement intercalé entre la pièce et le premier revêtement, ou entre le premier et le deuxième revêtement. La nature, la fonction et la forme de ce revêtement peuvent être diverses. Concernant sa forme, le troisième revêtement peut se présenter sous la forme d'une ou de plusieurs feuilles métalliques superposées, et/ou sous la forme d'une poudre, éventuellement en suspension dans un liquide ou un gel, ce qui présente les avantages précités et, en particulier, le fait de pouvoir doser facilement les éléments chimiques apportés par ce troisième revêtement.

Différents exemples de troisième revêtement sont donnés ci-dessous. On notera que ces exemples ne sont pas incompatibles et peuvent donc être combinés entre eux.

Selon un exemple, le troisième revêtement comprend au moins un élément réactif parmi : Zr, Y, Si, Hf, Ce, La, Sr, Ti, Ta, et/ou au moins un élément platinoïde parmi : Pt, Pd, Ir, Os, Re, Rh, Ru et/ou au moins un métal précieux ou semi-précieux parmi : Au, Ag, ce troisième revêtement pouvant

être intercalé entre la pièce et le premier revêtement, ou entre le premier et le deuxième revêtement. Ceci permet d'introduire dans la sous-couche des éléments aux propriétés variées. Notamment, Zr, Si, Y, Re, Ru sont bénéfiques à la résistance à l'oxydation. De tels éléments doivent
5 généralement être ajoutés dans des quantités parfaitement maîtrisées (typiquement de l'ordre de quelques centaines de ppm). Pour contrôler facilement les quantités ajoutées, le troisième revêtement se présente avantageusement sous la forme d'une poudre, éventuellement en suspension dans un liquide ou un gel. Par exemple, on peut pulvériser la poudre sur la
10 pièce ou sur le premier revêtement.

Selon un autre exemple, le troisième revêtement peut être déposé pour réaliser une barrière de diffusion à l'interface substrat/sous couche métallique, cette barrière de diffusion pouvant être de type alumine, Re, Hf-Ni, Hf-Pt ou Ir-Ta.

15 Selon un autre exemple, le troisième revêtement permet de réaliser un gradient de concentration à l'interface entre la sous-couche métallique et la couche de céramique dans le but de diminuer la variation brusque de coefficient de dilatation entre la sous-couche et la couche de céramique, et de limiter, ainsi, l'écaillage se produisant usuellement à cette interface. Dans ce
20 cas, le troisième revêtement est disposé entre le premier et le deuxième revêtement, et est un mélange comprenant une poudre de céramique et une poudre métallique. Avantageusement, cette poudre de céramique et cette poudre métallique ont, respectivement, la même composition, ou une composition proche de celles des premier et deuxième revêtements. Par
25 exemple, lorsque le deuxième revêtement céramique est à base de zircone, le troisième revêtement est un mélange d'une poudre de zircone et d'une poudre métallique.

Selon un mode de mise en œuvre, on dépose sur le deuxième revêtement un quatrième revêtement à base d'une phase dure (par exemple à
30 base de SiC). Ce quatrième revêtement permet de former une couche extérieure à la surface de la couche de céramique et, ainsi, de protéger cette dernière contre l'érosion et les dégradations de surface. Ladite couche extérieure peut éventuellement se former par réaction entre les éléments du deuxième revêtement et ceux du quatrième revêtement.

35 Selon un mode de mise en œuvre, le deuxième revêtement et le

quatrième revêtement se présentent sous forme de poudres, la poudre du quatrième revêtement étant dispersée dans la poudre du deuxième revêtement, en surface du deuxième revêtement. Par exemple, la poudre du deuxième revêtement est une poudre de zircon et la poudre du quatrième revêtement est une poudre de SiC.

Quel que soit le nombre ou la nature des revêtements déposés sur la pièce, ceux-ci sont bien entendu déposés avant de noyer la pièce dans ladite poudre réfractaire.

Le procédé précédemment décrit se révèle bien adapté au dépôt d'une couche de protection faisant office de barrière thermique sur une pièce de turbine et, plus particulièrement, sur une aube ou un distributeur de turbine de turbomachine.

L'invention et ses avantages seront encore mieux compris à la lecture de la description détaillée qui suit.

Cette description fait référence aux figures 1 et 2 annexées.

La figure 1 représente schématiquement les principaux organes d'un exemple d'appareil de frittage flash pouvant être utilisé pour mettre en œuvre le procédé de l'invention.

La figure 2 est une vue de détail, en coupe, représentant l'enceinte de compression de l'appareil de la figure 1, une aube noyée dans une poudre réfractaire étant à l'intérieur de cette enceinte.

Les appareils de frittage flash, ou appareil SPS, comprennent typiquement un générateur de courant continu pulsé (e.g. 3.3 ms de durée du pulse), un système de pression hydraulique, une chambre sous vide ou sous atmosphère contrôlée, un outillage de compression avec des pistons supérieur et inférieur, des électrodes reliées audits pistons, une chemise en graphite entourant lesdits pistons, et un système de contrôle pour mesurer et contrôler, notamment, la température et la pression à l'intérieur de la chambre sous vide ou sous atmosphère contrôlée, ainsi que le déplacement vertical de l'un des pistons, de manière à exercer une pression sur la pièce frittée et à suivre le retrait (i.e. la diminution d'épaisseur) de celle-ci.

Un exemple d'appareil de frittage flash est représenté sur la figure 1. Il comprend deux électrodes supérieure 6A et inférieure 6B opposées, reliées respectivement à des pistons supérieur 3A et inférieur 3B, en graphite; une chemise 2, également en graphite, traversée verticalement par un trou 1 à

l'intérieur duquel les pistons 3A, 3B, pénètrent; et une chambre sous vide 7 entourant une partie des électrodes 6A, 6B, les pistons 3A, 3B, et la chemise 2 en graphite. Les pistons supérieur et inférieur 3A, 3B, sont alignés suivant un axe vertical principal A et au moins un des pistons est mobile en translation
5 suivant cet axe A. Les faces d'extrémités des pistons 3A, 3B, sont disposées en vis-à-vis et définissent avec la paroi interne 4 de la chemise 2 délimitant le trou 1, une enceinte de compression 8.

Lors d'un frittage flash, un courant 5 de forte intensité est appliqué aux électrodes 6A, 6B, transmise aux pistons 3A, 3B et traverse l'enceinte de
10 compression 8. De plus, une compression uniaxiale, orientée suivant l'axe A, est exercée sur le contenu de cette enceinte 8 par déplacement du piston 3B. Sur la figure 2, les flèches P symbolisent la pression exercée par le piston 3B sur le contenu de l'enceinte 8 et la contre-pression exercée par le piston 3A. Le passage de courant dans les pistons 3A, 3B, la chemise 2 et selon les cas,
15 le contenu de l'enceinte 8, permet de chauffer l'ensemble par effet Joule, de manière à obtenir à l'intérieur de l'enceinte 8 la température souhaitée.

La figure 2 est une vue de détail de l'enceinte de compression 8, en coupe suivant un plan de coupe contenant l'axe A sur la figure 2. Dans l'enceinte de compression 8, on a disposé une aube 10 de turbine de
20 turboréacteur d'avion. La section transversale de cette aube 10 apparaît sur la figure 2. On y voit la face d'intrados 11, la face d'extrados 12, le bord d'attaque 13 et le bord de fuite 14 de l'aube 10.

Une aube de turbine telle que l'aube 10 est typiquement en superalliage à base de Ni. Plus particulièrement, il peut s'agir d'un superalliage
25 de type "AM1", c'est à dire un superalliage à base de Ni ayant la composition suivante, en pourcentages en poids : 5 à 8% Co ; 6,5 à 10% Cr ; 0,5 à 2,5% Mo ; 5 à 9% W ; 6 à 9% Ta ; 4,5 à 5,8% Al ; 1 à 2% Ti ; 0 à 1,5% Nb ; C, Zr, B chacun inférieur à 0,01% ; le complément à 100% étant constitué par Ni.

Dans l'exemple, on a utilisé une aube 10 en superalliage de type
30 "AM1", ayant la composition suivante, en pourcentages en poids : 6,5% Co ; 7,5% Cr ; 2% Mo ; 5,5% W ; 8% Ta ; 5,3% Al ; 1,2% Ti ; 64% Ni. La surface de l'aube 10 a été nettoyée, dégraissée. On a déposé manuellement sur l'aube 10 un premier revêtement métallique formé de deux feuilles métalliques, de 10 μ m d'épaisseur chacune : la première feuille, la plus proche
35 de l'aube, étant en Pt, et la deuxième feuille étant en Al.

Puis, on a déposé sur le premier revêtement, un deuxième revêtement en céramique constitué par une poudre commercialisée sous la dénomination "TZ8Y", c'est à dire une poudre de zircone yttrée comprenant, en pourcentage atomique, 8% de Y2O3.

5 La poudre "TZ8Y" a été déposée à la surface de l'assemblage aube/feuille de Pt/feuille d'Al (c'est-à-dire à dire à la surface de la feuille d'Al) et a été compactée à froid avec une légère pression dans un moule aux côtes de la pièce employée. La masse de poudre "TZ8Y" a été calculée pour donner après frittage une couche de céramique de 100 μm d'épaisseur. L'épaisseur
10 du revêtement à la surface de la pièce peut être contrôlée par l'épaisseur des couches déposées à la surface de la pièce.

A l'issue de ces étapes, on a obtenu ainsi une aube 10 revêtue des premier et deuxième revêtements, appelée ci-après "aube revêtue". Dans l'exemple, seules les zones de l'aube exposées en service à de très hautes
15 températures ont été recouvertes desdits revêtements. Ainsi, les zones situées au-dessus de la plate-forme de l'aube (i.e. la pale de l'aube) ont été recouvertes, tandis que les zones situées sous la plate-forme de l'aube (i.e. le pied de l'aube) n'ont pas été recouvertes pour ne pas dégrader le comportement mécanique du pied de l'aube.

20 Ensuite, on a rempli cette enceinte 8 avec une première couche de poudre 20, puis on a disposé l'aube revêtue horizontalement sur cette première couche de poudre et, enfin, on a recouvert l'aube revêtue et la première couche d'une deuxième couche de poudre 20.

La poudre 20 constitue une poudre réfractaire au sens de l'invention.
25 Elle entoure les zones de l'aube sur lesquelles les premier et deuxième revêtements ont été déposés.

Dans l'exemple, on a choisi une poudre de nitrure de bore hexagonal, noté h-BN.

Comme l'aube 10 présente des canaux de refroidissement débouchant
30 à sa surface, dans le cas d'un dépôt de revêtement sur l'aube par voie "liquide" (i.e. utilisation d'une poudre de revêtement en suspension dans un liquide ou dans un gel), une poudre fluide réfractaire ayant des grains de taille suffisamment faible peut être employée pour permettre leur infiltration dans ces canaux. Ces canaux ayant généralement une section de diamètre
35 supérieur à 1 mm, la taille de grains retenue était inférieure à 1 μm (1

micron).

Ensuite, on a soumis l'ensemble aube/premier revêtement/deuxième revêtement/poudre réfractaire à un frittage flash. Le frittage flash permet de densifier le deuxième revêtement en céramique et de joindre les premier et
5 deuxième revêtements entre eux et le premier revêtement au substrat, en une unique opération.

Dans l'exemple, on a utilisé un appareil de frittage flash ayant les références suivantes : Modèle Dr Sinter SPS-2080 SPS Syntex INC Japan. Cet
10 appareil de frittage flash a été programmé afin d'avoir dans l'enceinte de compression une montée en température durant 10 min à la vitesse de 100°C/min, puis un maintien à 950°C pendant 1 min. En ce qui concerne la compression uniaxiale exercée sur le contenu de l'enceinte de compression 8, une force de 0,1 kN a été appliquée par le piston 3B sur la poudre 20, durant 2 min, puis une force de 7,8 kN a été appliquée durant 10 min.

15 Plus généralement, la compression uniaxiale exercée est de préférence comprise entre quelques centaines de N/m² et 10 000 N/m², la température de frittage est de préférence comprise entre 500°C et 1200°C, et la durée du frittage est de préférence comprise entre 1 minute et 1 heure. Le frittage est de préférence réalisé sous vide et sous atmosphère réductrice (H₂, Ar... en
20 présence du C des outillages).

Dans les plages de températures et de compression précitées, la poudre 20 de h-BN ne fritte pas et reste fluide, de sorte qu'elle transmet la pression P exercée par le piston 3B et la contre-pression P exercée par le piston 3A à l'aube revêtue, de manière quasi-isostatique. Ainsi, même les
25 zones de l'aube 10 qui ne sont pas perpendiculaires à l'axe A (i.e. qui ne sont pas horizontales dans l'exemple) sont soumises à des pressions. Ces pressions sont représentées schématiquement par les flèches P' sur la figure 2. Sous l'effet de la pression, de la chaleur et du courant, les revêtements utilisés adhèrent à la surface de l'aube 10 tout en se transformant pour former la
30 couche de protection souhaitée. Au final, on obtient une aube 10 ayant ses faces d'intrados 11 et d'extrados 12, et ses bords d'attaque 13 et de fuite 14, recouverts par ladite couche de protection. Pour récupérer cette aube, la poudre réfractaire 20 est évacuée et/ou l'aube 10 est sortie de la poudre, ce qui ne pose pas de difficulté puisque la poudre réfractaire 20 est restée fluide.

REVENDEICATIONS

1. Procédé de dépôt d'une couche de protection sur une pièce (10), dans lequel:
 - 5 - on utilise un appareil de frittage flash, cet appareil ayant une enceinte de compression (8) traversée par un courant électrique lors du frittage flash, et une poudre réfractaire (20) restant fluide dans la gamme de températures utilisée pour le frittage flash;
 - on dépose sur la pièce (10) au moins un revêtement précurseur de ladite
10 couche de protection, de sorte qu'on obtient une pièce revêtue;
 - on dispose la poudre réfractaire et la pièce revêtue dans l'enceinte de compression (8), en faisant en sorte de noyer la pièce revêtue dans la poudre réfractaire (20);
 - on soumet la pièce revêtue noyée dans la poudre réfractaire (20) à un
15 frittage flash, de manière à obtenir une cohésion entre la pièce (10) et son revêtement et la transformation de ce revêtement en couche de protection.

2. Procédé selon la revendication 1, dans lequel on dispose d'abord au
20 fond de l'enceinte de compression (8) une première couche de poudre réfractaire puis on dispose la pièce revêtue sur cette première couche et, enfin, on recouvre la pièce revêtue et la première couche d'une deuxième couche de poudre réfractaire.

3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, dans lequel ledit revêtement se
25 présente sous la forme d'une feuille ou de plusieurs feuilles superposées.

4. Procédé selon la revendication 1 ou 2, dans lequel ledit revêtement se présente sous la forme d'une poudre en suspension dans un liquide ou un gel.

- 30 5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, dans lequel ladite poudre réfractaire (20) est une poudre de nitrure de bore, une poudre d'alumine, une poudre de graphite, ou un mélange de celles-ci.

- 35 6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, dans lequel on soumet, après l'étape de frittage flash, la pièce et la couche de protection

à un traitement thermique afin d'obtenir une microstructure particulière dans la couche de protection.

- 5 7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, dans lequel ladite pièce est métallique et ladite couche de protection comprend au moins une sous-couche métallique recouvrant la pièce et une couche de céramique recouvrant la sous-couche, et dans lequel:
- on dépose sur la pièce un premier revêtement métallique précurseur de ladite sous-couche métallique, et
 - 10 - on dépose sur le premier revêtement, un deuxième revêtement en céramique, précurseur de ladite couche de céramique.
- 15 8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, dans lequel ladite pièce appartient à une turbine.
9. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, dans lequel ladite pièce est une aube.

1/2

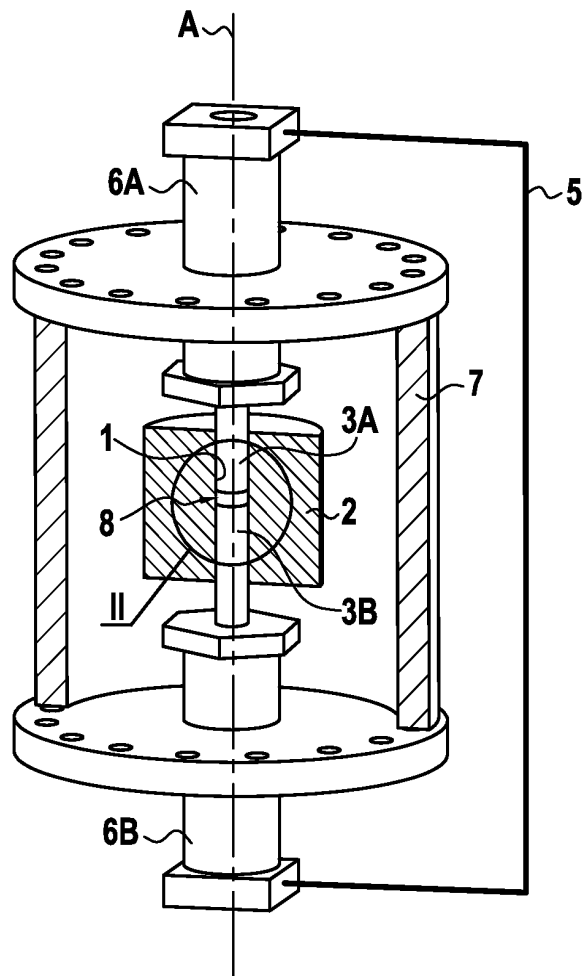


FIG. 1

2/2

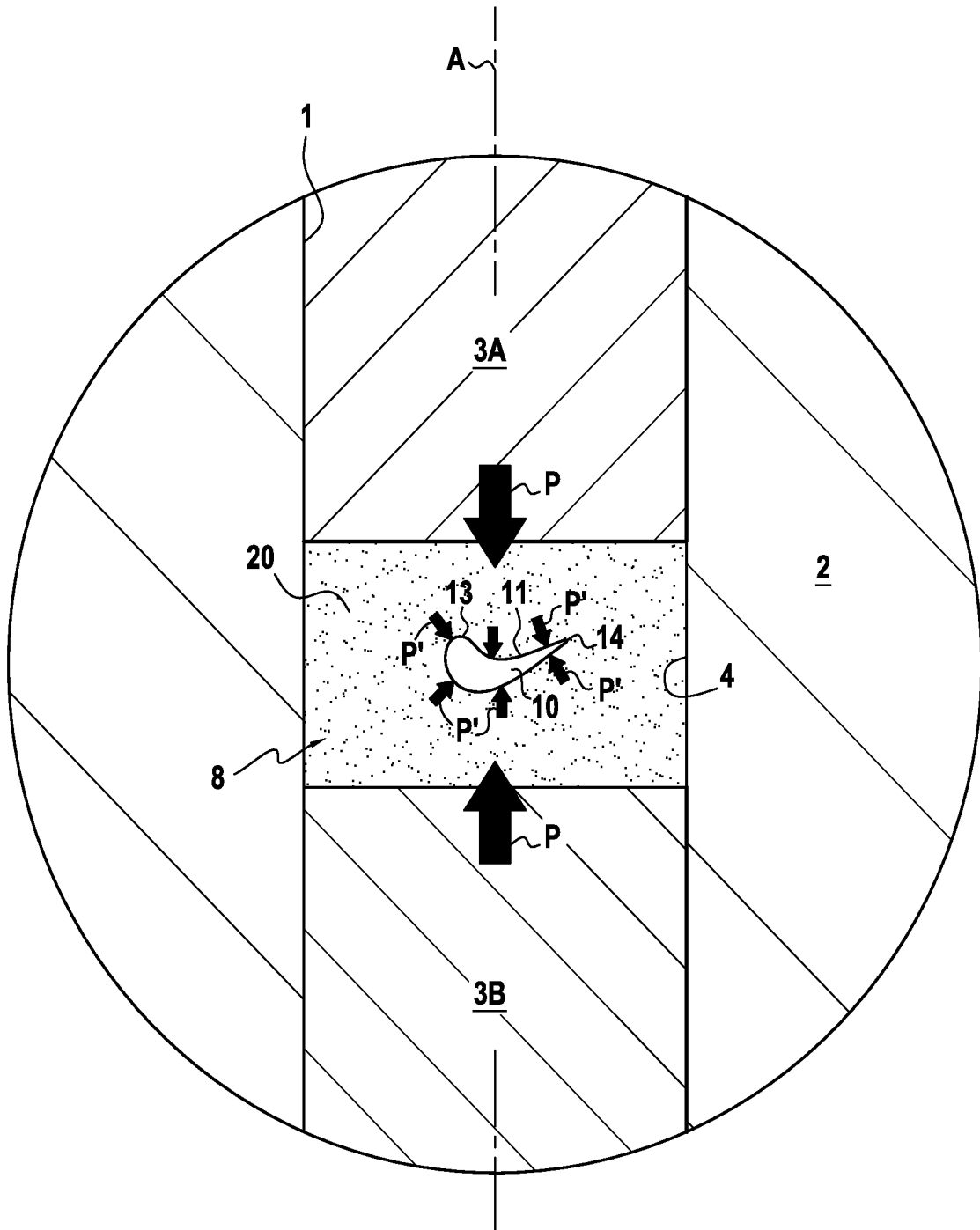


FIG. 2



**RAPPORT DE RECHERCHE
PRÉLIMINAIRE**

N° d'enregistrement
national

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

FA 719363
FR 0950814

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 2006/172073 A1 (GROZA JOANNA R [US] ET AL) 3 août 2006 (2006-08-03) * alinéas [0021], [0032], [0035] - [0038]; revendications 1,16,19,21 *	1-9	C23C28/00 C23C24/08 B32B15/04
X	DE 10 2006 018690 A1 (FRAUNHOFER GES FORSCHUNG [DE]) 18 octobre 2007 (2007-10-18) * alinéa [0039]; revendications 1-4; figure 1 *	1,5	
X	YU L G ET AL: "Restoring WC in plasma sprayed WC-Co coatings through spark plasma sintering (SPS)" SURFACE AND COATINGS TECHNOLOGY, vol. 182, no. 2-3, 22 avril 2004 (2004-04-22), pages 308-317, XP002537648 ELSEVIER, NL * le document en entier *	1	
D,A	OQUAB D ET AL: "Oxidation resistant aluminized MCrAlY coating prepared by Spark Plasma Sintering (SPS)" ADVANCED ENGINEERING MATERIALS, vol. 9, no. 5, mai 2007 (2007-05), pages 413-417, XP002537649 WILEY-VCH VERLAG, DE * le document en entier *	1-9	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC) C04B C23C
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
17 juillet 2009		Oliveras, Mariana	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS		T : théorie ou principe à la base de l'invention	
X : particulièrement pertinent à lui seul		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.	
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie		D : cité dans la demande	
A : arrière-plan technologique		L : cité pour d'autres raisons	
O : divulgation non-écrite		
P : document intercalaire		& : membre de la même famille, document correspondant	

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 0950814 FA 719363**

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 **17-07-2009**

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 2006172073 A1	03-08-2006	WO 2006083603 A2	10-08-2006
-----	-----	-----	-----
DE 102006018690 A1	18-10-2007	AUCUN	
-----	-----	-----	-----