

①⑨ RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
—
**INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE**
—
COURBEVOIE
—

①① **N° de publication :** **3 066 933**
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)
②① **N° d'enregistrement national :** **18 53418**
⑤① Int Cl⁸ : **B 22 F 3/24 (2018.01), B 23 K 31/12, C 04 B 35/622**

①②

BREVET D'INVENTION

B1

⑤④ **PROCEDE DE FABRICATION AMELIORE D'UNE PIECE A MICROSTRUCTURE DUALE.**

②② **Date de dépôt :** 18.04.18.

③③ **Priorité :** 01.06.17 FR 1754877.

④③ **Date de mise à la disposition du public
de la demande :** 07.12.18 Bulletin 18/49.

④⑤ **Date de la mise à disposition du public du
brevet d'invention :** 10.05.19 Bulletin 19/19.

⑤⑥ **Liste des documents cités dans le rapport de
recherche :**

Se reporter à la fin du présent fascicule

⑥⑥ **Références à d'autres documents nationaux
apparentés :**

○ **Demande(s) d'extension :**

⑦① **Demandeur(s) :** *SAFRAN Société anonyme* — FR.

⑦② **Inventeur(s) :** RICHARD SEBASTIEN, JEAN.

⑦③ **Titulaire(s) :** *SAFRAN Société anonyme.*

⑦④ **Mandataire(s) :** *GEVERS & ORES Société
anonyme.*

FR 3 066 933 - B1



PROCÉDÉ DE FABRICATION AMÉLIORÉ D'UNE PIÈCE A MICROSTRUCTURE DUALE

DOMAINE TECHNIQUE

5 **[0001]** La présente invention concerne le domaine de la réalisation de pièces métalliques ou céramiques par un procédé de « mise en forme puis déliantage », par exemple un procédé PIM (*Powder Injection Molding*, moulage par injection de poudres), et en particulier, un procédé de soudage par cofrittage.

10

ÉTAT DE L'ART

[0002] De manière classique et connue en soi, la réalisation de pièces par un procédé de type « mise en forme puis déliantage », en particulier un procédé PIM, comporte quatre étapes :

- 15 - l'élaboration d'un feedstock, ou matériau « vert »,
 - la mise en forme (obtention d'une pièce « verte »),
 - le déliantage, et
 - le frittage (obtention d'une pièce dense).

[0003] La mise en forme peut par exemple être obtenue par
20 impression 3D ou, dans le cas spécifique du procédé PIM, par moulage. L'étape d'élaboration du feedstock (matériau vert) consiste principalement à mélanger une poudre d'un ou plusieurs matériau(x) métallique(s) et/ou céramique(s) constituant(s) de la pièce à fabriquer à un (ou plusieurs) liant(s) thermoplastique(s) à base de polymères. Cette étape est
25 généralement réalisée à l'aide de mélangeurs et/ou d'extrudeuses sous un fort taux de cisaillement afin d'assurer une bonne homogénéité du mélange. Une quantité relativement importante de poudre doit être incorporée au(x) liant(s) pour assurer la cohésion de la future pièce. Si le mélange comporte trop de poudre, il en résulte une viscosité trop élevée
30 qui rend l'étape de moulage difficile et favorise l'apparition de fissures. Si,

au contraire, le mélange comporte trop de liant(s), le risque d'effondrement de la pièce à fabriquer pendant l'étape de déliantage augmente.

[0004] Dans le cas d'un procédé PIM, l'étape de moulage consiste à placer le feedstock (classiquement sous forme de granules) dans une presse à injecter semblable à celle de l'industrie plastique. Dans le cas
5 d'autres procédés de type « mise en forme puis déliantage », il peut notamment s'agir d'une impression 3D. On obtient alors une pièce dite pièce verte qui est déjà sensiblement de la forme voulue pour la pièce dense (finale).

[0005] L'étape de déliantage consiste à éliminer le(s) liant(s) thermoplastique(s) par un procédé adapté à sa (leur) nature(s). Si cette
10 étape est mal maîtrisée, elle peut être source d'endommagements de la pièce en fabrication par l'apparition de défauts, par exemple des fissurations ou des pollutions chimiques. A la fin de l'étape de déliantage, la
15 pièce est poreuse.

[0006] L'étape de frittage consiste à consolider et densifier la pièce verte déliantée afin d'obtenir la pièce finale. La pièce est ainsi chauffée, et cette consolidation et densification s'accompagnent d'un retrait volumique qui est fonction de la composition initiale du feedstock. Cette étape
20 s'effectue à une température élevée, mais toutefois telle que le matériau de la pièce verte déliantée ne soit pas totalement fondu : sous l'effet de la chaleur, les grains de matériau se soudent entre eux. On distingue le frittage en phase solide (l'intégralité du matériau de la pièce est sous forme solide), et le frittage en phase liquide (une partie du matériau de la pièce a
25 atteint son point de fusion). A l'issue de l'étape de frittage, on obtient une pièce dense, la pièce finale.

[0007] Par ailleurs et de manière indépendante, l'industrie aéronautique a fait, ces dernières années, de nombreux progrès permettant
30 d'augmenter la capacité en température des matériaux qui constituent les pièces des moteurs d'avions ou turbines d'hélicoptères, par exemple. Cependant les gains en température obtenus restent limités et il commence

à être admis qu'une composition chimique et une microstructure d'un matériau donné ne peuvent pas, à elles seules, permettre de remplir les objectifs fixés par les cahiers des charges et les besoins techniques.

5 **[0008]** En effet, les performances d'une pièce (constituée d'un matériau donné) résident dans sa capacité à réaliser, pour une microstructure homogène optimisée, le meilleur compromis entre les différentes propriétés mécaniques requises. Ces propriétés sont d'ailleurs souvent contradictoires.

10 **[0009]** Un moyen de repousser les limites des matériaux actuels est d'adapter la microstructure de la pièce de moteur aux sollicitations locales de l'environnement de ladite pièce sur celle-ci.

15 **[0010]** Ceci revient à réaliser, sur une même pièce, une microstructure duale (de composition chimique ou de taille de grain différente d'une partie à l'autre de la pièce) ou à gradient (de taille de grain ou de composition chimique variant progressivement le long de la pièce). Par exemple, pour un disque de turbine, qui est une des pièces les plus sollicitées thermo-mécaniquement dans un turboréacteur, il est nécessaire d'avoir une structure dite « grains fins » en alésage de disque pour ses caractéristiques de traction et fatigue à température moyenne et une structure dite « gros grains » dans la jante du même disque afin d'avoir de
20 meilleures propriétés en fluage et fissuration à haute température.

25 **[0011]** Actuellement, le moyen le plus connu pour réaliser une pièce à gradient de structure (ou duale) est un traitement thermique, comme illustré dans le document EP 3037194 A1, par exemple. Ce traitement thermique peut toutefois manquer de précision quant aux localisations précises des zones de la pièce dont il faut modifier la microstructure par rapport à celles où il ne faut pas modifier la microstructure. Par ailleurs, en cas d'erreur, toute la pièce est à mettre au rebut, ce qui peut engendrer des pertes au prix élevés.

30 **[0012]** Par ailleurs, les techniques de surmoulage (pour créer une pièce finale à microstructure duale) utilisées en PIM sont très limitées car

les pressions mises en jeu lors de l'étape d'injection sont telles qu'il est pratiquement impossible de ne pas casser la pièce verte que l'on souhaite surmouler. De manière plus générale, il est difficile, peu importe le procédé de « mise en forme puis déliantage » considéré, d'assembler des sous-ensembles structurels de grande taille une fois que les différentes pièces du sous-ensemble structurel considéré sont finalisées.

[0013] Un des avantages du procédé PIM (ou de tout autre procédé de type « mise en forme puis déliantage » est la possibilité de co-friter différentes pièces, c'est-à-dire de les assembler en amont de l'étape de frittage et ainsi de réaliser, en parallèle du frittage, le soudage des différentes pièces entre elles. Ceci permet, par exemple, de fabriquer des pièces dont la géométrie serait trop complexe pour une mise en forme directe : on peut ainsi décomposer ces pièces trop complexes en sous-ensembles de pièces unitaires faciles à mettre en forme qui sont ensuite soudées entre elles lors de l'étape de frittage.

[0014] Ainsi, le problème technique que cherche à résoudre la présente invention est de réaliser des pièces de moteur répondant aux nécessités d'adapter leurs microstructures localement au moyen d'un procédé de type « mise en forme puis déliantage », en particulier le procédé PIM.

EXPOSÉ DE L'INVENTION

[0015] L'invention propose à cet effet un procédé de soudage d'au moins deux pièces de matériau vert, dites pièces vertes, comportant les étapes suivantes :

- assemblage des au moins deux pièces vertes au niveau d'une zone de jonction de ces pièces de manière à former un ensemble monobloc vert,
- déliantage de l'ensemble monobloc vert, et
- frittage de l'ensemble monobloc de manière à obtenir un ensemble monobloc dense formant pièce finale,

caractérisé en ce que les deux pièces vertes présentent chacune une composition de poudre différente de manière à donner une pièce finale comportant au-moins deux parties à taille de grain différente. Ce procédé permet ainsi de tirer parti de l'utilisation du cofrittage de deux pièces vertes
5 mises en forme à partir de feedstocks de même taux de charge, contenant des poudres de granulométries ou de chimies différentes, permettant après co-frittage d'obtenir une pièce unique à microstructure duale.

[0016] On rappelle ici que l'on parle de « granulométrie » pour désigner taille des particules de poudre qui se trouvent dans le feedstock et
10 de « taille de grain » pour désigner un élément caractéristique d'une microstructure. Ces deux grandeurs n'ont, a priori, pas de liens entre elles.

[0017] Un autre avantage du procédé revendiqué est que le contrôle de la santé de l'assemblage issu des différentes pièces à souder ensemble peut être réalisé en amont de l'étape de déliantage (et donc de frittage).
15 Ainsi, en cas de rebut, la perte occasionnée est moins importante, en effet l'étape d'assemblage est une étape après laquelle la valeur ajoutée de la pièce en production est faible, contrairement à une pièce verte déjà déliantée ou même déjà frittée. Un défaut détecté après déliantage ou frittage mène à jeter une pièce à forte valeur ajoutée, ce qui est
20 économiquement préjudiciable.

[0018] Le procédé de soudage selon l'invention peut comprendre une ou plusieurs des caractéristiques ou étapes ci-dessous, prises isolément les unes des autres ou en combinaison les unes avec les autres :

- les au moins deux pièces vertes présentent des compositions de poudre
25 à granulométries différentes,
- les au-moins deux pièces vertes comportent des poudres présentant une D_{90} inférieure à $16\mu\text{m}$, $25\mu\text{m}$ ou $45\mu\text{m}$,
- les au moins deux pièces vertes présentent des compositions chimiques de poudre différentes.

30 **[0019]** L'invention porte également sur un ensemble monobloc dense formant pièce finale, comportant au moins deux pièces assemblées par le

procédé décrit ci-dessus, caractérisé en ce que les deux pièces vertes présentent une composition de poudre différente, de manière à ce que la pièce finale présente au moins deux parties avec une taille de grain différente.

5 **[0020]** La pièce finale selon l'invention peut également comprendre des pièces vertes qui présentent une composition chimique de poudre différentes ou une composition de poudre à granulométries différentes.

10 **[0021]** La pièce frittée peut ensuite suivre un traitement thermique standard et homogène, simple à mettre en œuvre, car la microstructure duale est déjà générée.

DESCRIPTION DES FIGURES

15 **[0022]** L'invention sera mieux comprise et d'autres détails, caractéristiques et avantages de l'invention apparaîtront plus clairement à la lecture de la description suivante faite à titre d'exemple non limitatif et en référence aux dessins annexés dans lesquels :

- la figure 1 est une vue en perspectives d'une pièce présentant deux parties dont la microstructure doit être différenciée,
- la figure 2 a est une vue en perspective schématique de deux pièces vertes a microstructures différentes destinées à être assemblées par le procédé selon l'invention,
- 20 - la figure 2b est une vue en perspective schématique d'un ensemble monobloc vert destiné à former une pièce de type de celle de la figure 1 selon le procédé selon l'invention,
- 25 - la figure 3 est une vue en perspective de la pièce de la figure 2b dont la microstructure différenciée a été représentée de manière schématique, grossie artificiellement.

DESCRIPTION DÉTAILLÉE

30 **[0023]** Dans la présente demande, on entend par « feedstock » ou « matériau vert », un mélange suivant :

- au moins un matériau métallique et/ou céramique constituant d'une pièce à fabriquer, et
- un (ou plusieurs) liant(s) thermoplastique(s) à base de polymère(s).

Ce mélange se présente classiquement sous forme de granules.

5 **[0024]** Par ailleurs, dans la présente demande, on entend par « pièce verte », une pièce en cours de fabrication qui a déjà été mise en forme mais qui n'a pas encore été déliantée. Cette pièce verte présente donc la forme générale de la pièce dense finale mais comme elle n'a pas encore subi l'étape de frittage, elle n'a pas encore ses dimensions finales. En effet,
10 l'étape de frittage implique un phénomène dit de retrait volumique, qui est un phénomène de contraction dimensionnelle impliquant une diminution des dimensions de la pièce. Ce retrait volumique est fonction de la composition initiale du feedstock et en particulier du taux de charge dudit feedstock. Dans une formulation, une charge est une substance solide non
15 miscible dispersée dans une matrice par un moyen mécanique. Ainsi, le taux de charge correspond au volume de poudre dans le feedstock.

[0025] Comme visible sur la figure 1, un utilisateur désire réaliser une pièce finale 1 comportant deux parties (ou pièces 11, 12) de microstructures différentes.

20 **[0026]** Par exemple, l'utilisateur souhaite avoir une pièce finale 1 présentant de petits grains en surface (pour retarder un amorçage en fatigue par exemple), et dans le reste de la pièce des grains plus gros (pour avoir de la résistance en fluage par exemple).

[0027] La technique de réalisation selon le procédé présenté ici
25 consiste à mettre en forme la première pièce verte 11 à l'aide d'un feedstock comportant une grosse granulométrie de poudre, et la deuxième pièce verte 12 à l'aide d'un feedstock comportant une granulométrie plus fine (voir figure 2a). Les deux pièces 11, 12 sont réalisées au moyen d'un procédé PIM, (ou tout autre procédé de mise en forme de pièces vertes de
30 type impressions 3D par exemple) s'arrêtant à l'étape de moulage (ou de mise en forme) présentée ci-dessus.

[0028] Les deux pièces vertes 10, 12 sont donc assemblées, au niveau d'une zone de jonction 14 de ces pièces vertes 10, 12 de manière à former un ensemble monobloc vert 10. Cet assemblage à l'état vert peut notamment être fait par l'ajout d'un cordon de soudure en matériau vert,
5 comme explicité dans la demande de brevet française n° 1754877.

[0029] Les deux pièces 11, 12 formant l'ensemble monobloc 10 sont alors déliantée et frittées (co-frittées), telle une pièce classique obtenue par procédé PIM (ou tout autre procédé de mise en forme de pièces vertes) pour obtenir la pièce finale 1.

10 **[0030]** Au frittage, la partie de l'ensemble monobloc 10 comportant des poudres de granulométrie plus fine, correspondant à la première pièce verte 11, présente des grains plus fins, tandis que la partie de la pièce finale 1 comportant des poudres de granulométrie supérieure, correspondant à la deuxième pièce verte 12, présente des grains plus gros
15 (voir figure 3).

[0031] Les deux pièces vertes 11, 12 étant déjà de granulométrie différentes, l'ensemble monobloc 10 fritté peut alors suivre un traitement thermique standard et homogène : en effet, la microstructure duale est réalisée à l'étape de frittage.

20 **[0032]** Le même type de résultat peut être obtenu en faisant varier la composition chimique des poudres de chacune des pièces vertes 11, 12 plutôt que leur granulométrie, par exemple en utilisant un superalliage à base de nickel avec un taux de carbone variable. Dans ce type de superalliages, le carbone précipite sous forme de carbure et cette teneur de
25 carbone précipité s'oppose plus ou moins au grossissement du grain lors du frittage.

[0033] En particulier, en utilisant un premier feedstock (une première pièce 11) comportant une poudre de chimie n°1 et un deuxième feedstock (une deuxième pièce 12) comportant une poudre de chimie n°2. Il peut, par
30 exemple, s'agir d'un un alliage de *René 77*[®] avec un fort taux de carbone en guise de poudre de chimie n°1 et un alliage de *René 77*[®] avec un faible

taux de carbone en guise de poudre de chimie n°2. On obtient ainsi une l'ensemble monobloc 10 fritté ayant une structure duale, grâce au fait que le taux de carbone a, sur le *René 77[®]*, une influence sur le grossissement du grain au cours du frittage.

5 **[0034]** Divers exemples de réalisations permettent l'obtention de pièces finales 10 présentant des granulométries différentes. Par exemple avec des poudres d'*Inconel 718[®]* présentant une D_{90} inférieure à 16 μm , 25 μm ou 45 μm . On peut aussi envisager un cas dans lequel les deux poudres présentant une composition chimique différente en prenant, par
10 exemple, du *René 77[®]* contenant 660ppm de carbone ou 160ppm de carbone. Ces valeurs de D_{90} mesurées se rapportent à la granulométrie des poudres utilisées dans le feedstock constitutif de chaque pièce prise séparément.

15 **[0035]** Le paramètre D_{90} , représente un point sur la courbe de distribution des tailles de particules composant une pièce. Ce point particulier indique de quelle taille sont 90% des particules du volume total de la pièce considérée. Par exemple, si la D_{90} est de 844nm, alors 90% des particules de la pièce considérée ont un diamètre égal ou inférieur à 844nm et 10% ont donc une taille supérieure. Cette mesure peut notamment être
20 obtenue par diffraction laser. Classiquement, pour caractériser la granulométrie d'une pièce, on mesure D_{10} , D_{50} et D_{90} . D_{10} est toujours plus petit que D_{50} qui est plus petit que D_{90} . Plus leurs valeurs sont proches, plus la taille des particules de poudre est homogène.

25 **[0036]** Le verrou technique réside dans la mise en forme dès l'état vert, d'une pièce finale 1 à l'aide de deux feedstocks (pièces vertes 11, 12) différents. En effet, il est important que les deux feedstocks présentent un taux de charge (proportion poudres/liants) similaire, ce qui garantit un retrait volumique identique ou sensiblement identique de chacune des pièces vertes 11, 12 au frittage.

30 **[0037]** Il faut également que les domaines de frittage des pièces vertes 11, 12 soient compatibles entre eux.

[0038] Il faut également veiller à ce que la mise en forme des pièces vertes 11 et 12 permette l'obtention d'une interface 14 saine à la jonction entre les deux pièces vertes 11, 12.

[0039] Une illustration du procédé complet de production de pièces
5 assemblées au vert tel que décrit dans la présente demande est, par exemple, réalisé avec des pièces en *Inconel 718*[®] :

- injection des pièces à assembler, par exemple deux pièces distinctes 11, 12 dont l'une serait de granulométrie A et l'autre de granulométrie B;
- 10 - assemblage des pièces 11, 12 par le procédé revendiqué dans la présente demande ;
- éventuelle reprise d'usinage dans la zone de jonction 14 si besoin ;
- déliantage selon un protocole classique défini sur *Inconel 718*[®] ;
- frittage selon un protocole classique défini sur *Inconel 718*[®].

15

REVENDEICATIONS

1. Procédé de soudage d'au moins deux pièces de matériau vert (11, 12), dites pièces vertes, comportant les étapes suivantes :
 - 5 - assemblage des au moins deux pièces vertes (11, 12) au niveau d'une zone de jonction (14) de ces pièces de manière à former un ensemble monobloc vert (10),
 - déliantage de l'ensemble monobloc vert (10), et
 - frittage de l'ensemble monobloc (10) de manière à obtenir un ensemble
10 monobloc dense formant pièce finale (1),
caractérisé en ce que les deux pièces vertes (11, 12) présentent chacune une composition de poudre différente, de manière à donner une pièce finale (1) comportant au-moins deux parties à taille de grain différentes.

- 15 2. Procédé selon la revendication précédente, dans lequel au moins deux pièces vertes (11, 12) présentent des compositions de poudre à granulométries différentes.

3. Procédé selon la revendication précédente, dans lequel les pièces
20 vertes (11, 12) comportent des poudres présentant une D_{90} inférieure à $16\mu\text{m}$, $25\mu\text{m}$ ou $45\mu\text{m}$.

4. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel au moins deux pièces vertes (11, 12) présentent des
25 compositions chimiques de poudre différentes.

5. Ensemble monobloc (10) dense formant pièce finale (1), comportant au moins deux pièces vertes (11, 12) assemblées par le procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que les au-
30 moins deux pièces vertes (11, 12) présentent une composition différente,

de manière à ce que la pièce finale (1) présente au-moins deux parties avec une taille de grain différente.

5 6. Ensemble selon la revendication précédente, dans lequel les au-moins deux pièces vertes (11, 12) présentent une composition de poudre à granulométrie différente.

10 7. Ensemble selon la revendication 5 ou 6, dans lequel les au-moins deux pièces vertes (11, 12) présentent une composition chimique de poudre différente.

1/1

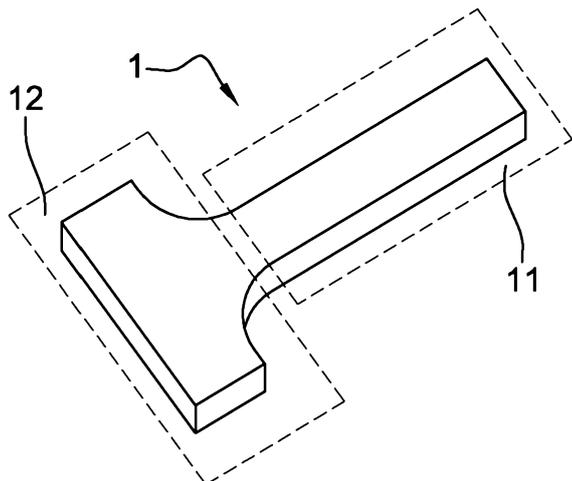


Fig. 1

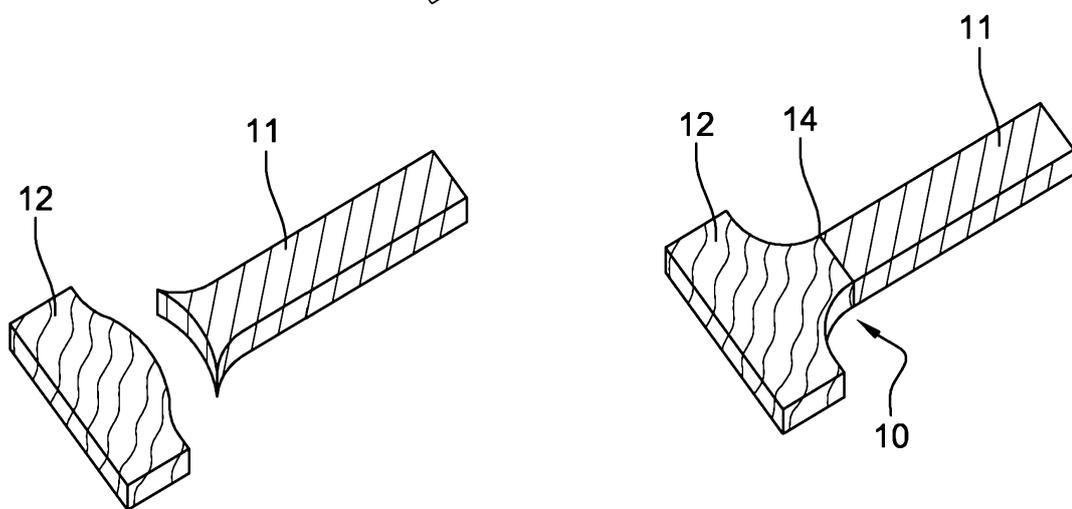


Fig. 2a

Fig. 2b

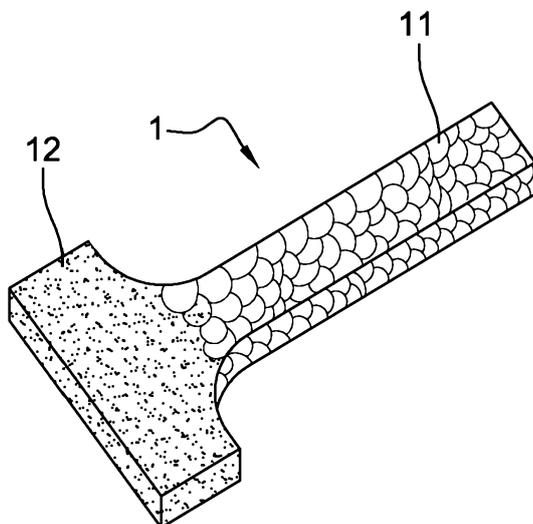


Fig. 3

RAPPORT DE RECHERCHE

articles L.612-14, L.612-53 à 69 du code de la propriété intellectuelle

OBJET DU RAPPORT DE RECHERCHE

L'I.N.P.I. annexe à chaque brevet un "RAPPORT DE RECHERCHE" citant les éléments de l'état de la technique qui peuvent être pris en considération pour apprécier la brevetabilité de l'invention, au sens des articles L. 611-11 (nouveau) et L. 611-14 (activité inventive) du code de la propriété intellectuelle. Ce rapport porte sur les revendications du brevet qui définissent l'objet de l'invention et délimitent l'étendue de la protection.

Après délivrance, l'I.N.P.I. peut, à la requête de toute personne intéressée, formuler un "AVIS DOCUMENTAIRE" sur la base des documents cités dans ce rapport de recherche et de tout autre document que le requérant souhaite voir prendre en considération.

CONDITIONS D'ETABLISSEMENT DU PRESENT RAPPORT DE RECHERCHE

Le demandeur a présenté des observations en réponse au rapport de recherche préliminaire.

Le demandeur a maintenu les revendications.

Le demandeur a modifié les revendications.

Le demandeur a modifié la description pour en éliminer les éléments qui n'étaient plus en concordance avec les nouvelles revendications.

Les tiers ont présenté des observations après publication du rapport de recherche préliminaire.

Un rapport de recherche préliminaire complémentaire a été établi.

DOCUMENTS CITES DANS LE PRESENT RAPPORT DE RECHERCHE

La répartition des documents entre les rubriques 1, 2 et 3 tient compte, le cas échéant, des revendications déposées en dernier lieu et/ou des observations présentées.

Les documents énumérés à la rubrique 1 ci-après sont susceptibles d'être pris en considération pour apprécier la brevetabilité de l'invention.

Les documents énumérés à la rubrique 2 ci-après illustrent l'arrière-plan technologique général.

Les documents énumérés à la rubrique 3 ci-après ont été cités en cours de procédure, mais leur pertinence dépend de la validité des priorités revendiquées.

Aucun document n'a été cité en cours de procédure.

1. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE SUSCEPTIBLES D'ETRE PRIS EN CONSIDERATION POUR APPRECIER LA BREVETABILITE DE L'INVENTION

US 3 717 442 A (KNOPP W) 20 février 1973 (1973-02-20)

EP 2 233 232 A1 (PRATT & WHITNEY CANADA [CA]) 29 septembre 2010 (2010-09-29)

Jing Zheng: "Green state joining of silicon carbide using polymer precursors", , 1 janvier 2000 (2000-01-01), XP055450267, ISBN: 978-0-493-12384-4 Extrait de l'Internet:
URL: <https://lib.dr.iastate.edu/cgi/viewcontent.cgi?referer=https://www.google.de/&httpsredir=1&article=1468&context=rtd>

EP 3 059 033 A1 (IHI CORP [JP]) 24 août 2016 (2016-08-24)

2. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE ILLUSTRANT L'ARRIERE-PLAN TECHNOLOGIQUE GENERAL

NEANT

3. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE DONT LA PERTINENCE DEPEND DE LA VALIDITE DES PRIORITES

NEANT