

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4351060号
(P4351060)

(45) 発行日 平成21年10月28日(2009.10.28)

(24) 登録日 平成21年7月31日(2009.7.31)

(51) Int.Cl.	F 1
C 2 3 C 16/52 (2006.01)	C 2 3 C 16/52
G O 1 N 5/02 (2006.01)	G O 1 N 5/02 Z

請求項の数 14 (全 10 頁)

(21) 出願番号	特願2003-554945 (P2003-554945)	(73) 特許権者	502202281
(86) (22) 出願日	平成14年12月20日(2002.12.20)		スネクマ・プロピュルシオン・ソリド
(65) 公表番号	特表2005-513267 (P2005-513267A)		SNECMA PROPULSION S
(43) 公表日	平成17年5月12日(2005.5.12)		OLIDE
(86) 国際出願番号	PCT/FR2002/004492		フランス国、33187 ル・アヤン・セ
(87) 国際公開番号	W02003/054246		デックス、レ・サンク・シュマン
(87) 国際公開日	平成15年7月3日(2003.7.3)	(74) 代理人	100058479
審査請求日	平成17年8月4日(2005.8.4)		弁理士 鈴江 武彦
(31) 優先権主張番号	01/16518	(74) 代理人	100091351
(32) 優先日	平成13年12月20日(2001.12.20)		弁理士 河野 哲
(33) 優先権主張国	フランス (FR)	(74) 代理人	100088683
			弁理士 中村 誠
		(74) 代理人	100108855
			弁理士 蔵田 昌俊

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 1 種または複数種の炭化水素を含む反応性ガスを用いるプロセスの推移をモニターするための方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

オープン中で実施されるプロセスの進行をモニターし、少なくとも 1 種のガス状炭化水素を含む試薬ガスを用いる方法にして、前記プロセスがオープンの操作パラメーターを設定すること、オープン中に少なくとも 1 種のガス状炭化水素を含む試薬ガスを導入すること、試薬ガスの反応副生成物を含む流出ガスをオープンから取り出すことを含む方法であって、前記流出ガスを前記流出ガス中に含まれるタールを吸収する油による洗浄に供し、前記プロセスの進行についての情報を、前記油により吸収されたタールの量を測定することにより得ることを特徴とする方法。

【請求項 2】

前記プロセスの進行に関する情報を、前記油により吸収されたタールの量の時間に対する変化を表す大きさから得ることを特徴とする請求項 1 記載の方法。

【請求項 3】

前記油を、閉じた回路の周りを循環させ、油の体積の増加を測定することを特徴とする請求項 1 または 2 記載の方法。

【請求項 4】

前記油を、流出ガスの流れに注入されるようにタンクから連続的に取り出し、タールを含む油をタンクに戻し、前記プロセスの進行についての前記情報を、前記タンクの中の油のレベルの変化を測定することにより得ることを特徴とする請求項 3 記載の方法。

【請求項 5】

10

20

前記油を、閉じた回路の中を循環させ、前記油の重量の増加を測定する請求項 1 または 2 記載の方法。

【請求項 6】

前記油をスプレー塔の中を流れる流出ガスの流れに注入することを特徴とする請求項 1 ないし 5 のいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 7】

前記流出ガスをベンチュリ塔を通して流すことを特徴とする請求項 6 記載の方法。

【請求項 8】

前記油が前記流出ガス中に含まれる多環式芳香族炭化水素を吸収することが可能な油であることを特徴とする請求項 1 ないし 7 のいずれか 1 項記載の方法。

10

【請求項 9】

前記油が芳香族鉱油から選択されることを特徴とする請求項 8 記載の方法。

【請求項 10】

前記プロセスの進行について得られる情報を、前記プロセスの終了を決定するために用いることを特徴とする請求項 1 ないし 9 のいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 11】

前記プロセスの進行について得られる情報を、前記プロセスの進行について得られる情報の関数として、オープン操作に関する以下のパラメーター：オープン温度；オープン内部の圧力；オープンを通る薬剤ガスの流量；および薬剤ガスの組成、の少なくとも 1 つを変化させることによりプロセスを制御するために用いることを特徴とする請求項 1 ないし 10 のいずれか 1 項記載の方法。

20

【請求項 12】

化学気相浸透により形成される熱分解炭素マトリックスにより多孔性基材を緻密化させる方法をモニターするための請求項 1 ないし 10 のいずれか 1 項記載の方法の使用。

【請求項 13】

化学気相成長により基材上に熱分解炭素コーティングを形成するプロセスをモニターするための請求項 1 ないし 11 のいずれか 1 項記載の方法の使用。

【請求項 14】

部品を浸炭するプロセスをモニターするための請求項 1 ないし 11 のいずれか 1 項記載の方法の使用。

30

【発明の詳細な説明】

【発明の開示】

【0001】

発明の背景

本発明は、1 以上のガス状炭化水素を含む薬剤ガスを使用するプロセスに関し、特に、部品の浸炭のための、化学気相成長 (CVD) により基材上に熱分解炭素のコーティングを形成するための、または化学気相浸透 (chemical vapor infiltration; CVI) により形成される熱分解炭素マトリックスによって多孔性基材を緻密化するためのプロセスに関する。

【0002】

40

限定するわけではないが、本発明の用途の、1 つの特別の分野は、繊維強化基材を含む複合材料部品または熱分解炭素のマトリックスにより緻密化されている「プリフォーム」、特に炭素／炭素 (C/C) 複合材料部品を作ることである。

【0003】

緻密化のための基材は、1 以上の前駆体を含む薬剤ガスが低圧で導入されるオープン内に配置される。前駆体は、1 以上のガス状炭化水素、典型的にはメタン、プロパンまたはそれらの混合物により構成される。オープンの操作パラメーターは、基材と接触する前駆体ガスを分解する (クラッキングする) ことにより熱分解炭素マトリックスを作り出すように調節される。反応副生成物を含む流出ガスがポンピングによりオープンから取り出される。

50

【0004】

通常、オーブンの操作パラメーター、特にオーブンの温度、オーブン内部の圧力、オーブンを通る薬剤ガスの流量、および薬剤ガスの組成は、緻密化プロセスを通して一定である。不運なことに、プロセスが進行すると、浸透状態は変化する。と言うのは、基材内の初期の細孔は、漸進的に充填されていくようになるからである。このように、選択されたパラメーターは、緻密化の始まりについて適切である最適と緻密化の終わりで適切である最適との間の最良の妥協を求めた結果であるが、しかし、基材の細孔サイズの変化、すなわち、細孔の幾何学的特性の変化のために、堆積したマトリックス材料の微小構造に対する変性というリスクが存在する。緻密化プロセスの進行に対してオーブンの操作パラメーターを適合させることは、プロセスを全体的に最適化することを可能とし、それにより、
10 所望のレベルの緻密化を獲得するために必要とされる時間を減少させ、マトリックス材料が所望の微小構造をもって形成されることを保証する。

【0005】

したがって、特許文献1において、本出願人は、マトリックス材料の微小構造を制御しながら緻密化プロセスを最適化するようにオーブンの操作パラメーターを変更させることを提案した。にもかかわらず、その変更はまだ確立されていないモデルでの適用で企てられ、プロセスの実際の進行を考慮していない。

【0006】

また、特許文献2においては、緻密化プロセスの進行をモニターするように連続的に基材重量の変化を測定するという提案がなされている。測定された変化の関数として、様々なパラメーター、特にオーブンの側壁を規定するサセプターと結合することによりオーブンを加熱する役割をする誘導コイルに供給される電力に作用することが可能である。基材の重量の変化をモニターすることは、緻密化プロセスが終了するときを検知することもまた可能とする。しかしながら、これは、オーブンが、オーブン中で存在する高温においてさえ、連続的に基材重量を測定することを可能とするように特別に配置されることを必要とする。そのような配置はまた、オーブンの内部有効体積 (inside working volume) 内に基板を装填する能力について不利にもなり得る。
20

【特許文献1】WO 96/31447

【特許文献2】US 5348774

【0007】

発明の目的と概要

本発明の目的は、浸透オーブンの内部でいずれの特別な配置も必要なく、熱分解炭素マトリックスにより基材を緻密化するプロセスを連続的にモニターすることを可能とする方法を提供することである。

【0008】

より一般的には、本発明の目的は、比較的高い温度でガス状炭化水素を含む薬剤ガスを用い、オーブンから取り出される流出ガス中にタールの存在をもたらしオーブン中で実施されるプロセスを連続的にモニターする方法を提案することである。

【0009】

この目的は、本発明によれば、オーブンから取り出される流出ガスを流出ガス中に含まれるタールを吸収する油による洗浄に供し、プロセスの進行についての情報を、有利には油により吸収されるタールの量の時間に対する変化をあらわす大きさ (magnitude) を用いて、油により吸収されるタールの量を測定することにより得る方法により達成される。
40

【0010】

この目的のために、油を、閉じた回路を巡って循環させることができ、油の体積または重量の増加が測定される。したがって、本発明の実施において、油は流出ガスの流れに注入されるためにタンクから連続的に取り出され、タールで満たされた油はタンクに戻され、プロセスの進行に関する情報は、タンクの中の油のレベルの変化を測定することにより得られる。油は、スプレー塔、例えばベンチュリ塔の中を流れる流出ガスの流れに注入さ
50

れ得る。

【0011】

油は、好ましくは、流出ガス中に含まれる多環式芳香族炭化水素を吸収することが可能な芳香族油である。油は、特に、例えば、キシレンに基づく油のような芳香族鉱油から選択され得る。

【0012】

プロセスの進行について得られる情報は、いつプロセスが終了したかを決定するために用いることができる。

【0013】

適切であれば、オープン以下の操作パラメーター：オープン温度、オープン内部の圧力、オープンを通る薬剤ガスの流量、薬剤ガスの組成、の少なくとも1つを変化させるためにプロセスの進行に関して得られる情報に応答することによりプロセスを制御することもまた可能である。

【0014】

本発明の方法は、特に、浸炭、化学気相成長、または化学気相浸透による緻密化のプロセスをモニターするために用いられ得る。

【0015】

オープンまたは反応器からの流出物中の反応副生成物を分析することにより化学的または物理化学のプロセスをモニターすることは周知の技術である。メタンおよび／またはプロパンのようなガス状炭化水素を含む薬剤ガスを用いる化学気相浸透の特別の場合には、例えば、どのようにプロセスが進行しているかの良好な指標であるベンゼンのような生成するいくつかの特定の反応副生成物の量を測定するために、オープンから取り出される流出ガスが分析され得るであろうことが考えられ得る。にもかかわらず、そのような測定は実施するのが困難である。と言うのは、流出ガスは、測定の配管および測定装置を急速に詰まらせる傾向がある比較的多量のタールを含む極めて多くの軽質および重質炭化水素を含むからである。

【0016】

本出願人は、単に流出ガスを洗浄するために用いられる油により吸収されるタールの量をモニターすることが、複雑な装置に頼る必要なく、かつ流出ガスを処理するための設備の一体化についてまったく適切でありながら、プロセスの進行に関する信頼できる指標を提供することを発見した。配管のつまりを回避するために、および環境上の要求を満足させるために、タールを除去するように流出ガスを処理することは極めて望ましい。油の中での洗浄によりタールを除去することは、有効である処理方法である。本発明は、単純で廉価である方式でプロセスを連続的にモニターする目的のためのそのような処理方法の使用を利用し得る。

【0017】

本発明は、本発明の方法を実施することを可能とする化学気相浸透のための工業的設備を示す添付の図面の図1を参照してなされる示唆的ではあるが限定的ではない以下の記載を読むことにより、よりよく理解されるであろう。

【0018】

本発明の実施の詳細な説明

図1は、極めて模式的な方式で、熱分解炭素マトリックスにより多孔性基材を緻密化するための化学気相浸透設備を示す。化学気相浸透プロセスは、等温等圧タイプ、すなわち、基材にわたって温度勾配または圧力勾配を用いることのないものであり得るか、またはそれは、温度勾配タイプ、すなわち、基材が不均一に加熱されるものであり得るか、またはそれは、圧力勾配タイプ、すなわち、基材の反対面に対して異なる圧力を有するものであり得る。

【0019】

ケーシング12のなかに収容されているオープン10は、緻密化のための多孔性基材14、例えば、炭素マトリックス複合材料で作ろうとする部品のための繊維プリフォームを

10

20

30

40

50

受容している。繊維プリフォームの例は、ロケットエンジンノズルの末広部分または末広部分要素のためのプリフォームまたはC/C複合材料ブレーキディスクのためのプリフォームである。オープン10は、黒鉛で作られている底部18および覆い20とともに例えば黒鉛で作られているサスセプター形成側壁16により規定されている。サスセプターは、それを取り囲んでいる誘導コイル22と結合している。オープンは、本質的に、誘導コイルと誘導的に結合することにより加熱されるサスセプターからの照射により加熱される。

【0020】

薬剤ガスは、オープンの底部18に形成されている入口19を通して通過する管24を介して導入される。薬剤ガスは、可能であればドーパントとともに1以上の炭素前駆体成分を含む。示される例においては、薬剤ガスは、弁26aおよび26bを介して、そして流量を測定するための装置27を介して管24に接続される供給源25aおよび25bから到来する2つの成分で作られている。流出ガスは、薬剤ガスをオープンを通して流れさせ、オープンの内側で所望の低圧を維持するポンプ装置60に接続した覆い20に形成された出口21および管28を介してオープンから取り出される。

10

【0021】

熱分解炭素のガス状前駆体は、緻密化される基材と接触して分解（クラッキング）により炭素を生成する、特にアルカン、アルキル、およびアルケン、典型的にはメタン、プロパン、またはそれらの混合物により構成される。「ドーパント」という用語は、本明細書では、選ばれた操作条件の下で前駆体からの熱分解炭素の堆積を活性化する機能を果たす薬剤ガスの任意成分を意味するために用いられる。ドーパントはまた、前駆体を構成し得る。したがって、供給源28aおよび28bから到来するメタンおよびプロパン（ともに前駆体）の混合物を含む薬剤ガスにおいて、プロパンは、ある条件の温度と圧力のもとでドーパントとしてもまた作用し得る。

20

【0022】

基材の最終的な緻密化の程度および熱分解炭素の微小構造は、特にオープンの操作パラメーターにより決定され、操作パラメーターは以下のとおりである：

- ・オープン温度；
- ・オープン内部の圧力；
- ・オープンを通る薬剤ガスの流量；および
- ・薬剤ガスの組成、すなわち、特に、薬剤ガス中の前駆体含有量および、あるとすれば、ドーパント含有量。

30

【0023】

流出ガスは、反応しなかった前駆体とともに、熱分解炭素前駆体の（分解）反応の副生成物および前駆体の分解に由来する水素ガス（ H_2 ）を含む。反応副生成物には、不飽和炭化水素、軽質芳香族炭化水素（ベンゼン、単環式炭化水素）、および特にタールの形態で凝縮するナフタレン、ピレン、アントラセンおよびアセナフチレンのような多環式芳香族炭化水素（PAH）が含まれる。

【0024】

本発明によれば、基材緻密化プロセスの進行は、流出ガスをタールを吸収する油での洗浄に供することにより、および油により吸収されたタールの量を表す大きさを誘導することにより、モニターされる。

40

【0025】

この油の中での洗浄はまた、存在すればオープンからの出口配管を詰まらせ、例えば、真空ポンプの油の中にかまたは水蒸気エジェクターからの凝縮物の中で用いられるポンプ装置に達し得るかもしれないタールを除去することも可能とする。

【0026】

オープン10からの流出ガスのための出口とポンプ装置60との間に介在する油洗浄装置30の態様が添付の図1に示されている。そのような装置はまた、本出願と同じ日に出版され、「プロセデ・エ・インスタレーション・プールの・トレートマン・ド・ガズ・エ

50

フリュアン・コントナン・デ・ヒドロカルビュール（炭化水素を含む流出ガスを処理するための方法および設備）」という表題のフランス特許出願にも記載されている。

【0027】

好ましくは、油洗浄装置は、タールの蓄積が流出ガスの冷却により促進される、オープン出口を洗浄装置に接続する管の中で形成するタール蓄積を回避するように、オープン10からの出口に近接して配置される。

【0028】

油洗浄装置30は、頂部で管26に接続されるスプレー塔32を含む。例として、塔32は、ガスのための流れセクションにおける絞りにより形成されるベンチュリ塔34である。底部末端で、塔32は、油再循環タンク40の一方の末端の近辺において、そのタンク10の頂部壁を通して形成されるガス入り口42と連通する。ガス出口44はまた、タンク40の頂部壁を通過し、管42を介してポンプ装置60と連通する。

10

【0029】

油の出口は、タンク40の底部を通して形成され、塔32の中で実質的に軸方向に配置され、熱交換器52を介して通過するノズル36、38に供給するためにタンク40から油を取り出すポンプ50に接続されている。追加のノズル46aおよび46bを、タンク40の中に配置することができ、ノズル46aおよび46bは、ノズル36、38と並行して熱交換器52から下流に油を供給される。熱交換器52は、タンク40から到来する油を冷却する目的のために熱交換器を通過する冷却流体、例えば冷水を有する。冷却水もまた、熱交換器52と直列に接続され、タンク40の中に配置されている、例えばプレート20の形態の熱交換器54を通過する。

20

【0030】

熱交換器54およびまたノズル46aおよび46bは、油のレベルの上のガス入口42とガス出口44との間のタンクの内側に収容されている。液滴除去装置48は、タンク40からのガス出口44に設置され得る。

【0031】

油洗浄装置30は、以下のように稼動する。ノズル36および38に供給される油は、塔32に沿って動く流出ガスの流れ中にスプレーされ、そのようなスプレー操作は、ベンチュリの存在によるガスの速度の増加により促進される。ノズル36の1つは、塔32の頂部末端で、ベンチュリ34から上流に設けることができ、一方、他のノズル38は、ベンチュリのスロートに設けられる。1つのノズル36または38のみを使用することもまた可能である。

30

【0032】

スプレーされた油は、流出ガスにより運ばれたタール、特に多環式芳香族炭化水素（PAH）の大部分を吸収し、タールは、タンク40に収容される油の浴に連行される。

【0033】

用いられる油は、油の蒸気を流出ガスが持ち込むことを回避するように、オープン10からの出口に存在する圧力で気化することを回避するのに十分に低い蒸気圧を示すものでなければならない。指標として、熱分解炭素マトリックスにより多孔性基材を緻密化する通常のプロセスの間のオープン10内部の圧力は、一般的に、10.1キロパスカル（kPa）未満である。また油は、循環することが可能であり、ノズルからの出口でミストを形成するように十分に低い粘度を示すものでなければならない。

40

【0034】

それが、0℃で100パスカル（Pa）未満の蒸気圧を有する芳香族鉱油を用いることが好ましい理由である。

【0035】

有利には、85重量%モノキシリルキシレンおよび15重量%ジキシリルキシレンにより構成される、フランスの供給者エルフ・アトケムにより名称「ジャリテム（Jaritem）AX320」の下で販売される合成油のようなキシレン系の油が用いられる。この油は、0℃で60センチポイズの粘度および0℃で100Pa未満の蒸気圧を有す

50

る。

【0036】

熱交換器52および58は、ノズル36および38により注入される油およびまたタンク40のガス入口とガス出口の間の経路上にノズル46aおよび46bを介して注入される油を可能な限り冷却するために0℃近くの温度の冷水を供給される。

【0037】

熱交換器54は、流出ガス中になお存在するタールが塔32からの出口で凝縮するのを促進することに寄与する。

【0038】

例えばバフルタイプの液滴除去装置48は、液滴を分離して取り出し、液滴が油の浴中に集められるように液滴を融合させるようにタンク40からの出口に存在するミストを「消散する」のに寄与する。

【0039】

油洗浄装置30により行われる捕捉は、PAHのようなタールの最大量を除去することを可能とする。最も軽質の芳香族炭化水素（ベンゼン、単環式炭化水素）のみが洗浄された流出ガス中に残り得るが、しかしながら、それは、その高い蒸気圧のために管の詰まりについてまったくリスクが存在しない。

【0040】

例として、ポンピング装置60は、エジェクターコンデンサー64または直列に接続された複数の同様のエジェクターコンデンサー（1つのみが図には示されている）を含み、例えばロータリーポンプのような他のポンプ装置もまた用いられ得るであろうことが理解される。

【0041】

エジェクターコンデンサー64は、ボイラー80により水蒸気を供給されるエジェクター部分66およびエジェクターから下流に位置するコンデンサー部分68を含む。コンデンサー68は間接コンデンサーであり、エジェクターから到来するガスは、冷却流体、例えば冷水を運ぶ管との接触にもたらされる。

【0042】

コンデンサー68を通過した後、水は、冷却塔70に取り込まれ、そこで、水は、水がポンプ74によりコンデンサー68に戻されるタンク72の中に集められ得る。

【0043】

コンデンサーから出口管76の中に取り出される凝縮物は、ベンゼン、トルエン、キシレンのような炭化水素、およびまた、エジェクター66由来の水蒸気の凝縮に由来する水中に溶解したPAH残渣を含む。凝縮物は、活性炭上での吸着により処理され得る。

【0044】

コンデンサーからの出口で、流出ガスはポンプ78を通過する。処理設備から取り出されたガスが実際上周圍温度にあるように、熱交換器により冷却された水レベルポンプを使用することが可能である。

【0045】

取り出されたガスは、本質的には不飽和炭化水素と、薬剤ガスおよびオープン10に由来する水素ガス H_2 の残留物を含む。それは管79を介してトーチに取り込まれうるし、少なくとも部分的には、ボイラー80のための燃料ガスとして用いられ得る。そのような環境のもとで、それは、ボイラー80の中のバーナー86に供給する目的のためにガス状燃料、例えば天然ガスとバッファーバルーン82の中で混合される。

【0046】

示される例においては、洗浄油により吸収されるタールの量は、タンク40中の油のレベルを測定することにより評価される。センサー58は、緻密化プロセスをモニターするために使用可能である情報Iを発生させる目的のために油のレベルを表す信号をプロセッサ回路90に提供する。センサー58は、いずれか公知のタイプ、例えば振動ブレードタイプまたはレーダータイプのものであり得、その場合には、センサーは、検出器が収納

10

20

30

40

50

されているタンクの頂部壁と油の表面との間の距離を測定する。

【0047】

情報 I は、例えば、流出ガス中に存在するタールの量が時間とともに変化する仕方を表すように、油のレベルを表す信号の時間に関する導関数を表す。

【0048】

第 1 の可能性は、緻密化プロセスの終わりを検出するように情報 I をモニターすることからなる。緻密化プロセスは、一旦油のレベルの変化、すなわち流出ガス中に存在するタールの量の変化が所定のしきい値を超えて増加する、例えば、所定の観察期間にわたって 2 % を超えるまで増加すると完了すると仮定することができる。これは 1 時間から数時間であろう。と言うのは、緻密化サイクルの持続時間は通常極めて長いからである。

10

【0049】

第 1 の可能性に加えて用いられ得るもう 1 つの可能性は、情報 I の値の関数としてオーブンの操作特性を制御することからなる。したがって：

- ・ 所定の観察期間にわたって測定された油のレベルの変化の速度がしきい値 S_1 、例えば約 0.1 % を下回って低下するとき、緻密化を増幅するように緻密化パラメーター（例えば、温度、薬剤ガス組成）に対して働きかけることが可能である；および

- ・ 油のレベルの変化がしきい値 S_2 、例えば約 1 % を超えるまで増加するとき、緻密化を減速するように緻密化パラメーターに働きかけることが可能である。

【0050】

一例として、オーブンに流入した薬剤ガス（メタンとプロパンの混合物）の分当り 500 リットル (L/min) の公称流量について、しきい値 S_1 は、時間当り 0.5 グラム (g/h) から 2 g/h までの範囲にある量によるタール重量変化の減少に対応し得るし、しきい値 S_2 は、5 g/h から 8 g/h までの範囲にあるタール重量の変化の増加に対応し得る。

20

【0051】

プロセスの終わりに、タンク 40 は、熱交換器 52 にポンプ 50 を接続する管に設置された弁 51 を閉じることにより、および廃油出口 56 にポンプ 50 の出口を接続する管に設置された弁 53 を開くことによりポンプ 50 の出口から少なくとも部分的に空にし得る。回収された廃油は、焼却されることにより破壊することができ、清浄な油は、タンク 40 に加えられる。

30

【0052】

当然に、再循環タンクの中のレベルまたは体積の増加を測定すること以外の手段、例えば、油の重量の増加を測定するための手段が、洗浄油により吸収されるタールの量をモニターするために用いられ得るであろう。

【0053】

タンク 40 の中の油のレベルまたは重量の変化が、緻密化プロセスの進行を表す大きさ、例えば、流出ガスに含まれるベンゼンの等価の量 (*equivalent quantity*) に変換され得ることにもまた注意すべきである。

【0054】

すでに言及したように、本発明による方法は、プロセスが比較的高い温度でガス状炭化水素、特にメタンおよび／またはプロパンを含む薬剤ガスを使用するオーブン中で実施され、タールが流出ガス中で生成するならば、化学気相浸透による緻密化以外のプロセスの進行をモニターするために実施され得る。それらの他のプロセスには、特に、プロセスが通常約 1000 °C 以上の温度で実施される、基材上での熱分解炭素のコーティングを形成するための化学気相成長および約 900 °C の温度でのメタンとプロパンの混合物を使用し得るオーブン中での部品の浸炭が含まれる。

40

【図面の簡単な説明】

【0055】

【図 1】本発明の方法の実施を可能とする化学気相浸透のための工業的設備を示す。

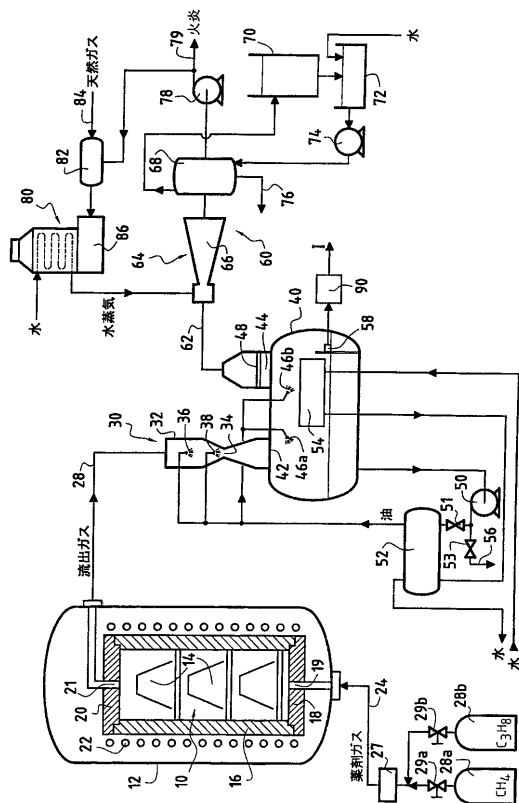
【符号の説明】

50

【0056】

10…オープン、12…ケーシング、14…基材、22…誘導コイル、30…油洗浄装置、32…スプレー塔、40…再循環タンク、48…液滴除去装置、50、74、78…ポンプ、52、54…熱交換器、58…センサー、60…ポンプ装置、64…エジェクターコンデンサー、70…冷却塔、80…ボイラー、82…バッファバルーン、86…バーナー、90…プロセッサ回路

【図1】



フロントページの続き

(74)代理人 100075672

弁理士 峰 隆司

(74)代理人 100109830

弁理士 福原 淑弘

(74)代理人 100084618

弁理士 村松 貞男

(74)代理人 100092196

弁理士 橋本 良郎

(72)発明者 デルペリエール、ベルナール

フランス国、エフー 3 3 1 2 7 マルティナ・スュール・ジャレ、リュ・パストゥール 6

(72)発明者 ティボードー、エリク

フランス国、エフー 3 3 5 2 0 ブルージュ、リュ・ピエール・アンドロン 1 6

審査官 田中 則充

(56)参考文献 特表 2 0 0 5 - 5 1 1 2 7 0 (J P, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., D B名)

C23C16/00-16/56

G01N 5/02