

(19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

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

2 535 344

(21) N° d'enregistrement national :

82 18246

(51) Int Cl³ : C 23 F 17/00; H 01 J 35/10 // C 23 F 1/02;
C 25 D 5/22, 5/24, 5/54.

(12)

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

(22) Date de dépôt : 29 octobre 1982.

(30) Priorité

(71) Demandeur(s) : THOMSON-CSF, Société anonyme. — FR.

(72) Inventeur(s) : Jean-Marie Penato.

(43) Date de la mise à disposition du public de la demande : BOPI « Brevets » n° 18 du 4 mai 1984.

(60) Références à d'autres documents nationaux apparentés :

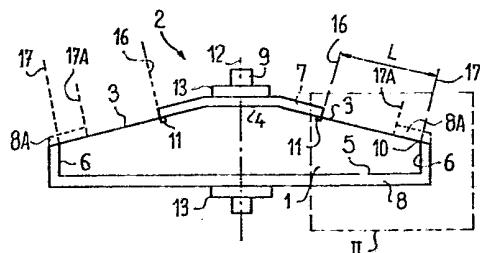
(73) Titulaire(s) :

(74) Mandataire(s) : Ph. Guilguet.

(54) Procédé de dépôt sélectif d'une couche de métal réfractaire sur une pièce en graphite.

(57) L'invention concerne un procédé de dépôt sélectif d'une couche de métal réfractaire sur une pièce en graphite, applicable notamment à la fabrication d'anode pour tube à rayons X.

Un procédé selon l'invention utilise des caches 7, 8 simples et peu coûteux, pendant une opération de dépôt d'une couche intermédiaire 15 sur une pièce 1 en graphite. Ceci permet, après un dépôt d'une couche de métal réfractaire, d'obtenir des premières surfaces 3 où ce métal réfractaire est conservé, et de secondes surfaces 4, 5, 6 où le métal réfractaire est éliminé.



**PROCEDE DE DEPOT SELECTIF D'UNE COUCHE DE METAL
REFRACTAIRE SUR UNE PIECE EN GRAPHITE**

La présente invention concerne un procédé de dépôt sélectif d'une couche de métal réfractaire sur une pièce en graphite, applicable dans des cas où ce métal doit être déposé sur une surface limitée de cette pièce ; de tels cas étant rencontrés, par exemple, 5 dans la fabrication d'anode pour tube à rayons X.

En prenant pour exemple des tubes à rayons X à anode tournante, ceux-ci sont couramment amenés à supporter des puissances électriques importantes, durant des temps de fonctionnement variables, constituant des applications de charge. La puissance 10 appliquée durant cette charge est destinée à engendrer un flux d'électrons, focalisé sur une petite surface de l'anode appelée foyer, cette surface devenant la source de rayons X. La rotation de l'anode détermine une couronne focale formée par la surface du foyer en rotation.

15 La surface de cette couronne focale est généralement constituée par un métal ou un composé métallique, de préférence réfractaire et de numéro atomique élevé, comme du tungstène ou du tantale, par exemple.

Une faible part de l'énergie reçue par le tube à rayons X 20 durant l'application d'une charge, est transformée en rayons X, le reste est dissipé en chaleur dont l'évacuation par l'anode ne peut se faire que par rayonnement. C'est pourquoi il est du plus grand intérêt, sur une anode formée d'un disque en graphite, par exemple, de limiter la surface de métal réfractaire à la surface de la 25 couronne focale ; ceci permettant d'obtenir une plus grande surface de graphite, lequel est capable d'un meilleur rayonnement thermique que le métal réfractaire.

La surface de métal réfractaire constituant la couronne focale, peut être obtenue par un dépôt d'une couche de ce métal sur le

- 2 -

disque en graphite ; pour cela il est généralement nécessaire de procéder au dépôt préalable d'une couche dite intermédiaire, sur toute les surface du disque, qui permet notamment d'obtenir une adhérence suffisante de ce métal sur le graphite. Le dépôt de la 5 couche de métal réfractaire peut ensuite être réalisé grâce à diverses méthodes, telles que : dépôt chimique en phase gazeuse, électrolyse ignée, plasma, dépôt sous vide, etc ...

Jusqu'à présent, une délimitation de la surface du dépôt de métal réfractaire est obtenu grâce à l'utilisation de caches ; ces 10 caches étant disposés pendant les opérations de dépôt de la couche de métal réfractaire sur les surfaces où ce métal est indésirable.

Cette méthode de délimitation des surfaces de métal réfractaire présente de nombreux inconvénients suivants :

- compte tenu de l'agressivité de l'environnement dans lequel sont 15 plongés les caches, durant les opérations de dépôt de la couche de métal réfractaire, ces caches sont constitués en matériau coûteux, tel que le graphite par exemple ;
- ces caches exigent un usinage complexe permettant de leur donner par exemple la forme de demi-coquilles, devant être assemblées 20 pour protéger du métal réfractaire des surfaces périphériques du disque ;
- il se produit par l'adjonction de ces caches une augmentation du volume total du disque à traiter, qui peut conduire à des modifications des conditions opératoires durant le dépôt de la couche de 25 métal réfractaire ;
- il se produit un dépôt de métal réfractaire sur les caches eux-mêmes qui conduit d'une part, à une augmentation de ce métal consommé et, d'autre part à une variation de dimension des caches, nuisible à leur réutilisation, les limites des zones protégées étant 30 modifiées après chaque utilisation.

La présente invention concerne un procédé permettant d'obtenir sur une pièce en graphite, des premières surfaces de métal réfractaire et des secondes surfaces exemptes de ce métal, sans exiger l'utilisation de caches complexes et onéreux tels que cités

précédemment. Une telle amélioration est due notamment à ce que la sélection de ces premières et secondes surfaces, intervient dans le procédé selon l'invention, dans une phase différente de celle où elle est accomplie dans des procédés selon l'art antérieur.

5 Selon l'invention, un procédé de dépôt sélectif d'une couche de métal réfractaire sur une pièce en graphite, ce métal réfractaire étant constitué par du tungstène ou du tantale, comportant un dépôt préalable d'une couche intermédiaire, est caractérisé en ce qu'il consiste à ne déposer ou laisser subsister cette couche intermédiaire
10 que sur des premières surfaces sélectionnées, afin de faciliter sur de secondes surfaces, après le dépôt de la couche de métal réfractaire sur l'ensemble de la pièce, un décollement de cette couche de métal réfractaire.

Ainsi un procédé selon l'invention permet d'opérer une sélection entre ces premières et secondes surfaces, dès le dépôt de la couche intermédiaire ; Il est ainsi obtenu avant le dépôt de la couche de métal réfractaire, des premières surfaces de graphite sur lesquelles l'adhérence de ce métal sera satisfaisante et de secondes surfaces sur lesquelles cette adhérence sera presque nulle.

20 L'invention sera mieux comprise à la lecture de la description qui suit, et à l'examen des trois figures annexées, parmi lesquelles :
- la figure 1 représente selon une coupe transversale, une pièce en graphite destinée à recevoir, selon le procédé conformé à l'invention, une couche intermédiaire avant un dépôt d'une couche de métal réfractaire.
25 - la figure 2 montre la pièce en graphite après un dépôt d'une couche intermédiaire,
- la figure 3 montre la pièce en graphite après le dépôt de la couche de métal réfractaire.

30 La figure 1 représente une pièce 1 en graphite constituée dans l'exemple non limitatif de la description, par un disque d'anode d'un tube à rayons X (non représenté) ; cette pièce ou disque 1, permettant d'illustrer une phase d'une première version du procédé conforme à l'invention.

Le disque 1 comporte une face supérieure 2 sur laquelle, une première surface 3 de révolution est destinée à former une couronne focale, et devra recevoir une couche de métal réfractaire (non représentée sur la figure 1) ; ce métal pouvant être constitué par du tantale ou, ainsi que dans l'exemple non limitatif de la description, par du tungstène. La première surface 3 est centrée autour d'un axe 12 de rotation du disque 1, entre une limite intérieure 16 et une limite extérieure 17 (représentées en traits pointillés) qui lui déterminent une largeur L. Dans l'exemple non limitatif de la description, le disque 1 comporte une rainure 11 pratiquée dans la face supérieure 2, cette rainure 11 coïncidant avec la limite intérieure 16 ; la limite extérieure 17 étant formée par une arête 10, située à la périphérie de la face supérieure 2.

Le disque 1 comporte également de secondes surfaces 4, 5, 6 supérieure, inférieure et périphérique, qui, ainsi qu'il a été précédemment expliqué, devront être exemptes de tungstène afin de favoriser un rayonnement thermique.

Dans cette première version de l'invention il est procédé, avant d'effectuer un dépôt d'une couche intermédiaire (non représentée sur la figure 1) sur le disque 1, à un masquage des secondes surfaces 4, 5, 6. Pour cela, dans l'exemple non limitatif décrit, il est disposé :

- sur la face supérieure 2, un cache 7 masquant la seconde surface supérieure 4 ;
- un second cache 8 masquant la seconde surface inférieure 5 et la surface périphérique 6 du disque 1.

Ces caches 7, 8 sont rendus solidaires du disque 1 par des moyens de fixation classiques, tels que par exemple une vis 9 et des écrous 13 ainsi qu'il est montré sur la figure 1 ; la vis 9 passant par un trou (non représenté) disposé selon l'axe de rotation 12 du disque 1.

Ceci constitue un exemple non limitatif de positions et de formes des caches 7, 8, pouvant être modifiées, par exemple en fonction de la largeur L et d'une disposition désirées de la couronne

- 5 -

focale représentée par la première surface 3. Ainsi, par exemple, le second cache 8 peut comporter une partie supérieure 8A, représentée en traits pointillés sur la figure 1, recouvrant la face supérieure 2 à sa périphérie, et déterminant une seconde limite 5 extérieure 17A à la première surface 3 ; cette partie supérieure 8A pouvant dans ce cas être constituée dans un matériau souple, tel que du caoutchouc, par exemple, afin de faciliter la pose du second cache 8.

Il est ensuite procédé au dépôt de la couche intermédiaire, 10 selon une méthode conventionnelle, telle que l'électrolyse aqueuse par exemple. Ceci amène à préciser que les caches 7, 8 doivent être constitués dans un matériau isolant électrique, inerte par rapport au bain aqueux, tels que par exemple en caoutchouc, ou en résine époxy, ou même en polytétrafluoroéthylène ; de tels matériaux 15 étant simples à mouler ou usiner.

Le dessin de la figure 1 comporte un encadré II en traits pointillés, montrant partiellement le disque 1 et les caches 7, 8 ; cet encadré II étant destiné à constituer les figures 2, 3 suivantes, pour une meilleure clarté de ces figures.

20 La figure 2 montre dans l'encadré II, le disque 1 et les caches 7, 8 après le dépôt de la couche intermédiaire 15, précédemment citée.

Cette couche intermédiaire 15, dont la composition est classique, peut être constituée par du rhénium par exemple, et a une 25 faible épaisseur E d'environ 0,01 millimètre ; elle est déposée uniquement sur la première surface 3, laquelle dans l'exemple décrit est la seule à n'être pas masquée par les caches 7, 8.

Il est à remarquer, en effet, que ces caches étant constitués 30 en un matériau isolant, ils ne sont pas couverts par la couche intermédiaire 15 ; de ce fait leurs dimensions sont conservées, ce qui permet leur réutilisation et diminue ainsi considérablement leur coût.

En supposant réalisée une opération suivante qui consiste à 35 ôter les caches 7, 8, on obtient un disque 1 sur lequel, ainsi que

précédemment mentionné, la couche intermédiaire 15 existe uniquement sur la première surface 3.

Il est à remarquer également, que les limites 16, 17 de la surface 3 sur laquelle est déposée la couche intermédiaire 15, coïncident l'une avec l'arête 10, formée par la jonction de la première surface 3 et de la seconde surface périphérique 6, et l'autre avec la rainure 11 ; ceci permettant, ainsi qu'il sera expliqué par la suite, un meilleur décrochement du tungstène.

Après avoir réalisé ce dépôt de la couche intermédiaire 15 et ôté les caches 7, 8, il est procédé au dépôt d'une couche de tungstène (non représentée sur la figure 2) sur le disque 1.

Dans l'exemple non limitatif décrit, ce dépôt de tungstène est effectuée selon une méthode conventionnelle, telle que par dépôt sous vide ou par électrolyse ignée par exemple.

La figure 3 montre dans l'encadré II le disque 1 recouvert d'une couche de tungstène 22 sur l'ensemble de sa surface ; l'ensemble de sa surface étant constitué d'une part, par les secondes surfaces 4, 5, 6 et d'autre part, par la première surface 3, sur laquelle la couche de tungstène 22 adhère par l'intermédiaire de la couche intermédiaire 15.

L'opération suivante consiste à éliminer le tungstène déposé sur les secondes surfaces 4, 5, 6, de manière à ne conserver la couche de tungstène 22 qu'entre les limites intérieure et extérieure 16, 17, de la première surface 3. Ces secondes surfaces 4, 5, 6 n'étant pas recouvertes de la couche intermédiaire 15, lors du dépôt de la couche de tungstène 22, l'adhérence du tungstène sur ces secondes surfaces est considérablement diminuée ce qui rend facile sur ces surfaces, son élimination.

Cette élimination est opérée par des moyens mécaniques visant à décrocher le tungstène, tels que des chocs par exemple.

On peut au besoin encore augmenter le décollement du tungstène sur ces secondes surfaces 4, 5, 6, en chauffant le disque 1 au-dessus de 1000°C ; ce chauffage étant effectué sous atmosphère protectrice, telle que sous argon, par exemple, ou sous vide.

Un usinage permet également d'éliminer le tungstène de ces secondes surfaces, sans occasionner comme c'est le cas dans l'art antérieur, une détérioration de la couche de tungstène à conserver ; en effet l'élimination, par un usinage, de tungstène parfaitement adhérent, provoquerait des contraintes mécaniques susceptibles de provoquer des fissures dans la couche de tungstène à conserver.

Un tel usinage est possible dans le procédé selon l'invention, grâce d'une part à la différence d'adhérence du tungstène entre la première et les secondes surfaces 3, et 4, 5, 6 et d'autre part, grâce à une fragilisation de la couche de tungstène 22 aux limites 16, 17 où celle-ci doit être éliminée.

Cette fragilisation de la couche de tungstène 22 est obtenue dans le procédé selon l'invention, par des discontinuités géométriques du disque 1 ; ces discontinuités géométriques coïncidant avec les limites 16, 17 entre la première surface 3, où le tungstène est à conserver, et les secondes surfaces 4, 5, 6 où le tungstène est à éliminer. De telles discontinuités géométriques peuvent être constituées, ainsi que dans l'exemple non limitatif décrit, par l'arête 10 et la rainure 11 ; en supposant que la rainure 11 soit remplacée par une discontinuité saillante (non représentée) la fragilisation recherchée de la couche de tungstène 22 serait obtenue d'une même manière. Dans le cas cité précédemment et illustré par la figure 1, dans lequel le second cache 8 comporte une partie supérieure 8A : la face supérieure 2 peut comporter en coïncidence avec la seconde limite extérieure 17A, une seconde rainure par exemple (non représentée) telle que la rainure 11, permettant d'assurer cette fragilisation de la couche de tungstène 22.

Une autre version du procédé selon l'invention, consiste à déposer une couche intermédiaire 15 sur l'ensemble de la surface du disque 1. La faible épaisseur de cette couche intermédiaire (environ 0,01 millimètre) permet de l'éliminer aisément des secondes surfaces, 4, 5, 6 ; cette élimination pouvant être effectuée par des procédés soit chimiques, soit mécaniques tels que par exemple, grattage ou usinage.

- 8 -

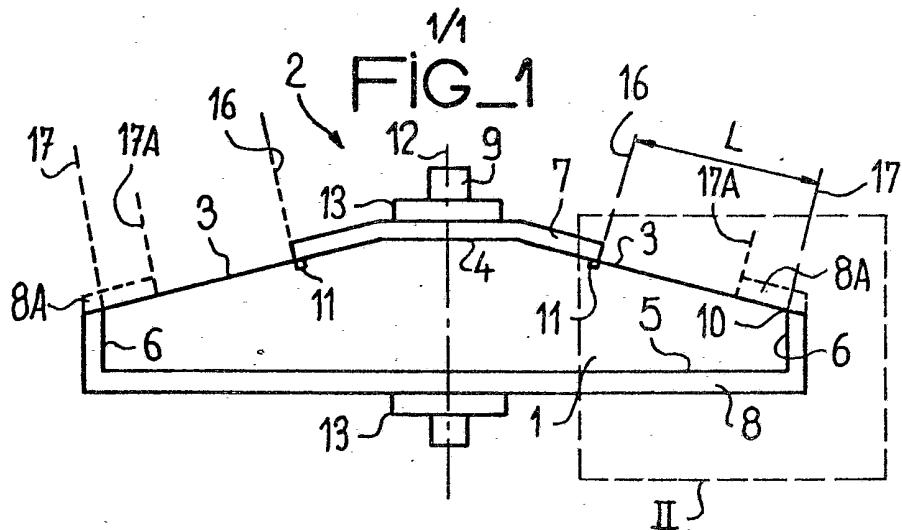
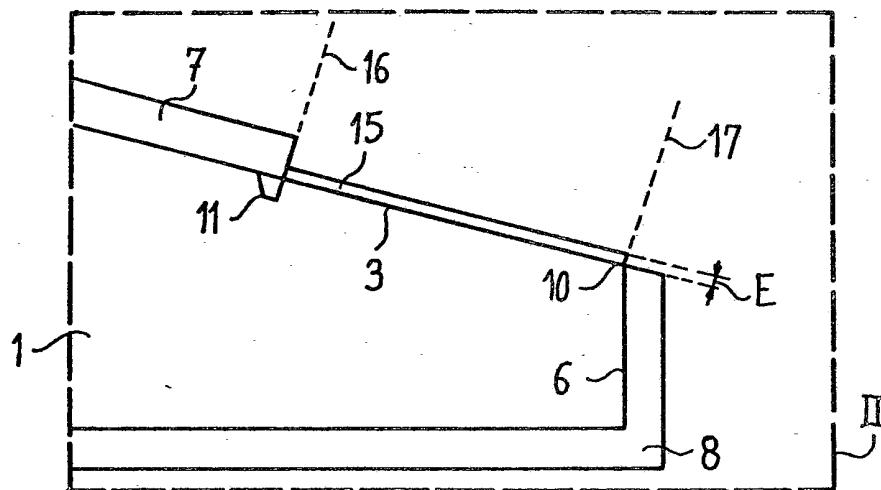
Un procédé conforme à l'invention est applicable dans tous les cas où une pièce en graphite doit être recouverte de métal réfractaire tel que du tantal ou du tungstène, sur une ou des parties de sa surface.

REVENTICATIONS

1. Procédé de dépôt sélectif d'une couche de métal réfractaire sur une pièce en graphite, ce métal réfractaire étant constitué par du tungstène ou du tantal, comportant un dépôt préalable d'une couche intermédiaire (15), caractérisé en ce qu'il consiste à ne déposer ou laisser subsister cette couche intermédiaire que sur des premières surfaces (3) sélectionnées, afin de faciliter sur de secondes surfaces (4, 5, 6), après le dépôt d'une couche de métal réfractaire (22) sur l'ensemble de la pièce (1), un décollement de cette couche de métal réfractaire.
5
- 10 2. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce qu'il consiste à disposer des caches (7, 8) sur les secondes surfaces (4, 5, 6) de manière à éviter sur celles-ci un dépôt de la couche intermédiaire (15).
- 15 3. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce qu'il consiste à éliminer la couche intermédiaire (15) déposée sur ces secondes surfaces (4, 5, 6).
- 20 4. Procédé selon l'une des revendications précédentes caractérisé en ce qu'il consiste en outre, à chauffer la pièce (1) sous atmosphère protectrice après le dépôt de la couche de métal réfractaire (22), afin de favoriser sur les secondes surfaces (4, 5, 6), le décollement de cette couche de métal réfractaire.
- 25 5. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que la couche de métal réfractaire (22) déposée sur les secondes surfaces (4, 5, 6) est éliminée par des moyens mécaniques.
- 30 6. Procédé selon la revendication 5 caractérisé en ce que l'élimination de la couche de métal réfractaire (22), sur les secondes surfaces (4, 5, 6) est obtenue par des chocs effectués sur la pièce (1).
7. Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce que l'élimination de la couche de métal réfractaire (22) sur les secondes surfaces (4, 5, 6) est obtenue par un usinage de la pièce (1).

- 10 -

8. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on ne laisse subsister la couche intermédiaire (15), qu'entre des discontinuités géométriques (10, 11) de la pièce (1).

**FIG_2****FIG_3**