



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

⑪ Numéro de publication:

0 062 550
B1

⑫

FASCICULE DE BREVET EUROPEEN

- ⑯ Date de publication du fascicule du brevet: **12.10.88** ⑯ Int. Cl.⁴: **C 23 C 14/00, C 23 C 14/30**
⑯ Numéro de dépôt: **82400407.1**
⑯ Date de dépôt: **09.03.82**

④ Procédé de traitements thermochimiques de métaux par bombardement ionique.

③ Priorité: **13.03.81 FR 8105107**

④ Date de publication de la demande:
13.10.82 Bulletin 82/41

④ Mention de la délivrance du brevet:
12.10.88 Bulletin 88/41

④ Etats contractants désignés:
AT BE CH DE GB IT LI LU NL SE

④ Documents cités:
FR-A-1 053 916
FR-A-2 003 632
FR-A-2 332 336
FR-A-2 332 337
FR-A-2 379 615
US-A-3 108 900

⑦ Titulaire: **INNOVATIQUE S.A.**
Place Charles Andrieu
F-60530 Neuilly en Thelle (FR)

⑦ Inventeur: **Speri, Roger**
14 bis rue Colas Fedron
F-78700 Conflans Sainte Honorine (FR)

⑦ Mandataire: **de Saint-Palais, Arnaud Marie**
CABINET MOUTARD 35, Avenue Victor Hugo
F-78960 Voisins le Bretonneux (FR)

EP 0 062 550 B1

Il est rappelé que: Dans un délai de neuf mois à compter de la date de publication de la mention de la délivrance du brevet européen toute personne peut faire opposition au brevet européen délivré, auprès de l'Office européen des brevets. L'opposition doit être formée par écrit et motivée. Elle n'est réputée formée qu'après paiement de la taxe d'opposition. (Art. 99(1) Convention sur le brevet européen).

Description

La présent invention concerne un procédé de traitement thermochimiques de métaux tels que la nitruration, la carbonitruration, la cémentation, les dépôts métalliques sous vide, etc... par bombardement ionique.

D'une manière générale, on sait que ces traitements font intervenir deux facteurs principaux, à savoir le milieu de traitement et la température de traitement.

Ainsi, par exemple, dans le cas d'un traitement classique de nitruration, le milieu de traitement peut être obtenu en faisant passer sur les pièces un courant de gaz amoniac, qui, en se décomposant, libère des atomes d'azote actifs. La température de traitement qui est de l'ordre de 570°C est alors obtenue en disposant les pièces dans un four électrique.

Dans le cas d'un traitement de nitruration par bombardement ionique, les pièces à traiter sont disposées dans une enceinte contenant un gaz (NH₃, azote moléculaire, H₂CH₄) à basse pression (0,1 à 10 torrs). Cette enceinte est équipée d'une anode et d'une cathode, reliées à un générateur de courant électrique à haute tension (entre 300 et 1500 V). La cathode est conçue de manière à supporter les pièces à traiter qui se trouvent, par conséquent, portées au cathodique.

Le traitement d'obtient en créant, entre la cathode et l'anode, une décharge luminescente que l'on entretient à la limite du régime d'arc.

Au cours de ce traitement, il se crée, autour de la pièce à traiter, un plasma composé d'ions azote qui constitue en fait le milieu de traitement.

La température de traitement est alors obtenue par la dissipation calorifique engendrée par le bombardement des ions sur la pièces (énergie cinétique).

les avantages des procédés de traitement thermochimique par bombardement ionique par rapport aux autres procédés classiques sont bien connus.

Par contre, cette technique se heurte à de nombreuses difficultés parmi lesquelles on mentionnera:

L'impossibilité d'obtenir une bonne homogénéité de la température des pièces à traiter du fait que l'on utilise le plasma comme moyen de chauffage:

la difficulté de réaliser des systèmes de rupture d'arc dans le cas de générateurs de haute puissance;

la difficulté de contrôler la température des pièces en raison du fait que c'est le plasma lui-même qui effectue le chauffage des pièces;

la nécessité de ne nitrurer simultanément que des pièces de géométrie très voisines, la température n'étant pas homogène dans le cas de pièces de formes différentes.

Pour supprimer tous ces inconvénients, de nombreuses solutions ont été étudiées.

Ainsi, pour tenter de résoudre ces problèmes, on a proposé, par exemple dans le brevet FR A 2 332 336, d'inclure dans l'enceinte du

four un dispositif de chauffage destiné à préchauffer la pièce ou pour fournir un apport calorifique au cours du traitement.

Une autre solution envisagée, par exemple dans FR A 2 379 615 et USA 3 108 900, pour obtenir un fonctionnement exempt du risque de formation d'arcs consiste à utiliser, au lieu d'un courant continu, des impulsions de courant à haute tension, mais dont l'énergie total est maintenue à une valeur prédéterminée, de manière à ce qu'il ne soit pas possible d'atteindre, dans la courbe de décharge tension/intensité, la zone correspondant au régime d'arc.

Selon cette technique, pour parvenir à éléver la température des pièces jusqu'à la température de traitement ou même pour assurer le maintien de cette température dans le cas où les pièces ont été préchauffées, il est nécessaire de prévoir des impulsions relativement larges par rapport à la période.

Il s'avère toutefois que cette solution ne permet pas elle non plus d'obtenir une bonne homogénéité de température des pièces.

Dans le but de supprimer tous ces inconvénients l'invention propose de rendre totalement indépendants les 2 paramètres du traitement à savoir la réalisation du milieu de traitement, c'est-à-dire du plasma, et le chauffage à la température de traitement des pièces.

A cet effet, elle utilise les propriétés relatives au temps de génération du plasma et à sa durée de vie (rémanence). On sait qu'un plasma généré par une impulsion de courant à haute tension se maintient pendant un temps relativement long (quelques centaines de microsecondes à quelques millisecondes) par rapport au temps de génération de ce plasma (quelques microsecondes).

En conséquence, en créant une succession d'impulsions à fréquence élevée (la période de ces impulsions pourtant avoisiner la durée de vie du plasma, c'est-à-dire de 100 microsecondes à 10 millisecondes), et de durée très brève, entre 1 à 100 microsecondes (supérieure au temps de création du plasma) on obtient de façon continue un plasma froid, c'est-à-dire un plasma dans lequel l'énergie calorifique dissipée au cours de la dissociation demeure à un niveau très bas et ne peut pas affecter les caractéristiques de température du traitement en cours, dans le cas d'un traitement thermochimique.

D'une façon plus précise, le procédé de traitement thermique selon l'invention fait intervenir un four de structure analogue à celle d'un four classique de traitement thermique ou thermochimique à atmosphère raréfiée équipé de ses propres moyens de chauffage et de contrôle et, éventuellement, de refroidissement, comprenant en outre au moins une anode et une cathode supportant les pièces à traiter et reliées à un générateur conçu pour délivrer des impulsions à haute tension de fréquence et de largeur réglables: aptes à engendrer sur les pièces à traiter un plasma, et est caractérisé en ce qu'il consiste: à émettre sur ladite anode et sur ladite cathode

des impulsions présentant une période voisine de la durée de vie du plasma et comprise entre 100 microsecondes et 100 millisecondes et une durée supérieure à la durée de génération du plasma et comprise entre 1 et 100 microsecondes, les impulsions ayant une durée très brève par rapport à la période, de sorte que cette émission engendre sur les pièces un plasma froid et, simultanément,

à chauffer lesdites pièces à l'aide des susdits moyens de chauffage, pour les porter et les maintenir à la température de traitement.

Ce procédé présente de multiples avantages: du fait que le chauffage des pièces est indépendant de la génération du plasma, il est possible d'utiliser des générateurs d'impulsion de puissance très faible par rapport à celle qui serait autrement nécessaire.

La température de traitement peut être facilement contrôlée et de façon précise, en utilisant les équipements éprouvés des fours de traitement thermique ou thermochimique classiques.

Le contrôle des autres paramètres de traitement est facilité du fait que l'on peut jouer simultanément sur le rapport cyclique, l'amplitude et la fréquence des impulsions; et

le risque de détérioration des pièces par formation d'arc est totalement supprimé du fait que le plasma est généré par des impulsions de courte durée.

Ce procédé permet en outre de supprimer les hétérogénéités de température en fonction des paramètres liés aux pièces tels que la forme, l'état, les phénomènes de cathode creuse pendant la montée en température, les dimensions de pièces différentes, etc...

L'installation pour la mise en oeuvre du procédé fait intervenir un four présentant une structure analogue à celle d'un four classique de traitement thermique ou thermochimique à atmosphère raréfiée, ce four comprenant ses propres moyens de chauffage, par convection, par rayonnement, cohérent ou non, ou par induction, ses propres moyens de régulation, un générateur de gaz de traitement et des passages de courant traversant la paroi du four et connectés aux électrodes (anodes-cathodes) servant à la génération du plasma.

L'alimentation de ces électrodes peut-être assurée à partir du réseau triphasé ou monophasé industriel au moyen d'un générateur comprenant un redresseur contrôlé permettant d'obtenir une tension continue variable entre 0 et la tension du secteur, un onduleur permettant de transformer cette tension continue en tension alternative particulière à amplitude et à rapport cyclique variables, puis redressée pour obtenir des impulsions monopolaires à haute tension de l'ordre de 300 à 1500 V et à fréquence élevée de l'ordre de 100 Hz à 10 K Hertz qui alimentent le four.

On notera que l'adoption d'un générateur de plasma de grande puissance et basé sur un même principe permet d'obtenir un fonctionnement mixte, plasma chaud, plasma froid.

De même, dans ce cas, on peut utiliser indépendamment, alternativement ou même simultanément au cours du traitement, les deux types de chauffage (moyens de chauffage propres au four et fonctionnement en mode plasma chaud).

5

ment au cours du traitement, les deux types de chauffage (moyens de chauffage propres au four et fonctionnement en mode plasma chaud).

Revendication

Procédé de traitement thermochimique de métaux par bombardement ionique faisant intervenir un four de structure analogue à celle d'un four de traitement thermique ou thermochimique à atmosphère raréfiée, équipé de ses propres moyens de chauffage et de contrôle et éventuellement de refroidissement et comprenant en outre au moins une anode et une cathode supportant les pièces à traiter et reliées à un générateur conçu pour délivrer des impulsions à haute tension de fréquence et de largeur réglables, aptes à engendrer sur les pièces à traiter un plasma, caractérisé en ce qu'il consiste:

à émettre sur ladite anode et sur ladite cathode des impulsions présentant une période voisine de la durée de vie du plasma et comprise entre 100 microsecondes et 10 millisecondes et une durée supérieure à la durée de génération du plasma et comprise entre 1 et 100 microsecondes, les impulsions ayant une durée très brève par rapport à la période, de sorte que cette émission engendre sur les pièces un plasma froid et, simultanément,

à chauffer lesdites pièces à l'aide des susdits moyens de chauffage, pour les porter et les maintenir à la température de traitement.

Patentanspruch

Verfahren für die thermochemischen Behandlungen von Metallen durch Ionenbeschuss, mittels eines Ofens, dessen Struktur gleich der eines Ofens zur thermischen oder thermochemischen Behandlung bei verdünnter Atmosphäre ist und der mit einem Erhitzungs-, Steuer- und eventuell Kühlmittel versehen ist und außerdem mindestens eine Anode und eine Kathode enthält, welche die zu behandelnden Teile tragen und mit einem Generator verbunden sind, welcher so ausgelegt ist, dass er Pulse mit hoher Frequenzspannung und steuerbarer Breite abgibt, welche auf dem zu behandelnden Teil ein Plasma entstehen lassen, dadurch gekennzeichnet dass es daran besteht:

auf besagter Anode und besagter Kathode Impulse abzugeben, deren Periode in der Nähe der Lebensdauer des Plasmas und zwischen 100 Mikrosekunden und 10 Millisekunden beträgt und der Dauer die Entstehungsdauer des Plasmas übertrifft und zwischen 1 und 100 Mikrosekunden liegt, wobei die Dauer der Pulse im Verhältnis zur Periode sehr gering ist, sodass besagte Abgabe auf den Teilen ein kaltes Plasma entstehen lässt und gleichzeitig

besagte Teile durch besagte Erhitzungsmittel auf besagte Behandlungstemperatur zu erhitzen und diese beizubehalten.

65

3

Claim

Process for the thermochemical treatments of metals by ion bombardment, involving a furnace having a structure similar to that of a furnace for thermal or thermochemical treatment in a rarified atmosphere equipped with its own heating and control and possibly cooling means, further comprising at least one anode and a cathode supporting the pieces to be treated and connected to a generator adapted for delivering high frequency voltage pulses whose width may be controlled, for generating a plasma on the pieces to be treated, characterized in that it consists:

5

in emitting on said anode and said cathode pulses having a period close to the duration of existence of the plasma and comprised between 100 microseconds and 10 milliseconds and a duration longer than the duration of generation of the plasma and comprised between 1 and 100 microseconds, the pulses having a very short duration with respect to the period, so that the emission generates on the pieces a cold plasma, and, simultaneously in heating said pieces by means of said heating means at a temperature of treatment and to keep them at that temperature.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65