

(12) DEMANDE DE BREVET D'INVENTION BELGE

(41) Date de publication : 09/01/2025

(21) Numéro de demande : BE2023/5468

(22) Date de dépôt : 07/06/2023

(62) Divisée de la demande de base :

(62) Date de dépôt demande de base :

(51) Classification internationale : C23C 14/04, H01J 37/32, C23C 14/00, C23C 14/02, C23C 14/34, C23C 14/56, C23C 14/16

(30) Données de priorité :

(71) Demandeur(s) :

MATERIA NOVA asbl
ASBL
7000, MONS
Belgique

(72) Inventeur(s) :

HEMBERG Axel
7000 MONS
Belgique

KRUMPMANN Arnaud
7000 MONS
Belgique

GODFROID Thomas
7000 MONS
Belgique

(54) REVÊTEMENT UNIFORME D'UN OBJET CREUX ET MÉTHODE POUR CELUI-CI

(57)La courante invention porte sur une méthode de revêtement DPV d'une surface interne d'un objet creux, dans laquelle la surface interne de l'objet creux définit un volume interne, la méthode comprenant les étapes de : fourniture d'une électrode cylindrique ayant une surface externe radiale, ladite électrode cylindrique comprenant un matériau cible, dans laquelle ladite surface externe radiale comprend ledit matériau cible, à l'intérieur du volume interne de l'objet creux, de préférence coaxialement positionnée pour un revêtement uniforme, dans laquelle ladite électrode cylindrique et ladite surface interne de l'objet creux sont séparées d'une distance moyenne De,s d'au moins 0,5 mm et d'au plus 20 mm ; et la génération d'un champ électrique entre l'électrode cylindrique et la surface interne de l'objet creux, dans laquelle un produit d'une pression de travail et de la distance moyenne De,s se trouve entre 0,01 Torr.cm et 10 Torr.cm.

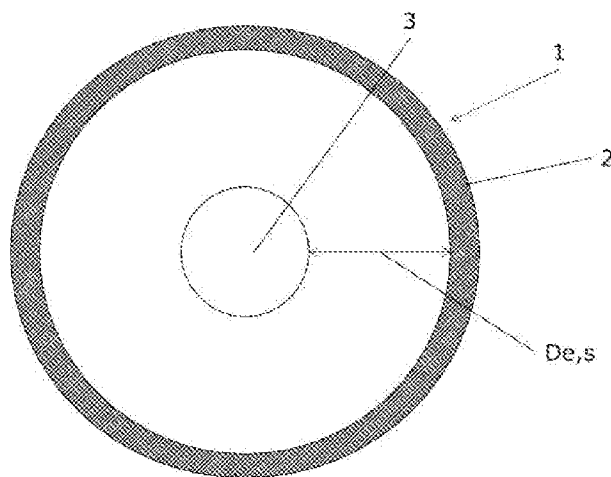


FIG 1.

REVÊTEMENT UNIFORME D'UN OBJET CREUX ET MÉTHODE POUR CELUI-CI

DOMAINE DE L'INVENTION

La présente invention porte sur une méthode de revêtement DPV d'une surface
5 interne d'un objet creux, en particulier d'un tube creux, en utilisant une électrode
cylindrique.

Dans un deuxième aspect, la présente invention porte également sur un objet creux
ayant une surface interne comprenant un revêtement DPV.

ETAT DE LA TECHNIQUE

10 Les objets creux, tels que les tuyaux, les boîtiers et les valves, sont souvent exposés
à des conditions extrêmes, y compris des températures élevées, des contraintes
mécaniques et une exposition à des substances chimiques. Pour prolonger la durée
de vie de ces objets et améliorer leurs propriétés de surface, des revêtements sont
15 couramment appliqués sur leurs surfaces internes. Toutefois, le revêtement des
surfaces internes des objets creux peut être délicat en raison de facteurs tels que
l'accessibilité, la géométrie.

Diverses techniques ont été mises au point pour le revêtement de surfaces avec
différents matériaux. Une méthode couramment utilisée pour revêtir les composants
est le dépôt physique en phase vapeur (DPV), qui implique le dépôt de minces films
20 de matériaux sur diverses surfaces. Les procédés DPV, tels que la pulvérisation,
l'évaporation par arc cathodique, l'évaporation thermique ou l'évaporation par
faisceau électronique, sont souvent réalisés dans des chambres à vide, où des
substrats ou des pièces à travailler sont placés sur un porte-substrat et exposés à
une source de revêtement. Toutefois, l'application de revêtements DPV sur les
25 surfaces internes des objets creux peut être difficile étant donné que ces procédés
sont basés sur une visibilité directe et ne sont pas aptes à déposer des revêtements
à l'intérieur de cavités profondes.

Un exemple est connu dans le WO2022261684A1 et décrit un appareil et une
méthode de revêtement ou de modification de la surface interne d'un article creux
30 en utilisant une source de plasma ayant une forme allongée. La source de plasma
inclut une cathode et une cible de source d'émission d'électrons thermioniques,
connectées d'une manière électriquement conductrice. L'appareil a également un
élément de masquage qui recouvre partiellement la surface externe de la cathode et

de la cible pour empêcher la formation de plasma dans la zone masquée pendant l'opération. La cible a une zone de formation de plasma qui n'est pas couverte par l'élément de masquage. L'invention porte également sur une cible, l'agencement de l'appareil, une méthode et un article creux.

- 5 L'US8110043B2 décrit un appareil et une méthode d'application de revêtements sur les surfaces intérieures de composants, tels que des tuyaux ou des tubes, en utilisant une chambre à vide et une source de produit d'évaporation. Les courants de gaz porteur primaire dévient le flux de vapeur évaporée à partir d'une zone distale et externe au substrat dans la cavité intérieure, revêtant au moins une portion de
10 l'intérieur de la section longitudinale du substrat. La méthode implique l'utilisation d'un faisceau énergétique et de courants de gaz porteur primaire pour diriger le flux de vapeur vers les surfaces intérieures pour le revêtement.

Malgré les avancées des techniques de DPV, aucune des méthodes existantes ne remplit entièrement les exigences du secteur en termes de robustesse, température
15 de procédé, polyvalence, propriétés de revêtement et dimensions des pièces à travailler. De plus, les risques pour la santé et l'environnement associés à certaines des techniques existantes peuvent limiter leur adéquation pour certaines applications.

La présente invention vise à résoudre au moins certains des problèmes et
20 désavantages mentionnés ci-dessus. Le but de l'invention est de fournir une méthode qui élimine ces désavantages. La présente invention cible la résolution d'au moins l'un des désavantages mentionnés ci-dessus.

RÉSUMÉ DE L'INVENTION

La présente invention et les modes de réalisation de celle-ci servent à fournir une
25 solution à un ou plusieurs des désavantages mentionnés ci-dessus. À cette fin, la présente invention porte sur une méthode de revêtement DPV d'une surface interne d'un objet creux selon la revendication 1. Les modes de réalisation préférés de la méthode sont montrés dans l'une quelconque des revendications 2 à 12.

La présente invention introduit une méthode de revêtement uniforme de la surface
30 intérieure d'objets creux, spécifiquement de tubes de petit diamètre, en utilisant un DPV. Cette méthode offre des avantages distincts par rapport aux autres techniques de revêtement. L'un des avantages de cette méthode est l'aptitude à atteindre une épaisseur de revêtement uniforme à travers la surface interne entière de l'objet

creux. Par pulvérisation isotrope du matériau cible d'une manière radialement homogène, le revêtement présente une épaisseur et une qualité constante, assurant une performance fiable et constante dans diverses applications. De plus, cette méthode permet d'obtenir un contrôle précis de l'épaisseur du revêtement. En
5 sélectionnant soigneusement la pression de travail et la distance entre l'électrode et la surface interne, l'épaisseur du revêtement peut être contrôlée avec exactitude, le rendant idéal pour les applications où une épaisseur de revêtement précise est cruciale.

Un autre avantage important est que cette méthode est particulièrement bien
10 adaptée au revêtement des tubes de petit diamètre. Le revêtement des tubes de petit diamètre en utilisant des méthodes conventionnelles peut être délicat, mais cette méthode surmonte ces limitations, la rendant hautement avantageuse pour les applications de tubulures de petit diamètre.

En outre, cette méthode est apte à revêtir de longs objets creux. Ceci fait qu'elle est
15 appropriée pour revêtir des longueurs continues de tubulures ou autres longs objets creux, permettant d'obtenir une opération efficace et continue dans diverses applications industrielles. De plus, la méthode offre une polyvalence dans la sélection des matériaux, puisqu'elle permet d'obtenir l'utilisation d'une variété de matériaux cibles. Ceci permet une personnalisation des revêtements ayant des caractéristiques
20 spécifiques, telles qu'un faible frottement, une dureté élevée et une résistance aux contraintes mécaniques, thermiques et chimiques, la rendant adaptable à diverses applications.

De plus, la méthode peut accueillir de multiples sous-électrodes dans l'électrode
cylindrique, permettant d'obtenir le dépôt de revêtements multicouche. Cette
25 capacité fournit une polyvalence supplémentaire dans l'élaboration de revêtements ayant des compositions ou des propriétés complexes, élargissant ses applications potentielles.

Enfin, la méthode peut être combinée à des étapes de prétraitement additionnelles
pour améliorer davantage les propriétés du revêtement. Cette flexibilité permet
30 d'obtenir une personnalisation et une optimisation additionnelles des propriétés de revêtement pour des applications spécifiques, en faisant une méthode de revêtement polyvalente et adaptable.

La méthode permet ainsi d'obtenir le dépôt de revêtements ayant une épaisseur contrôlée, une excellente adhérence, et des caractéristiques spécifiques, telles qu'un

faible frottement, une dureté élevée, une résistance aux contraintes mécaniques et thermiques, et une résistance aux contraintes chimiques.

5 Dans un deuxième aspect, la présente invention porte sur un objet creux ayant une surface interne comprenant un revêtement DPV selon la revendication 13. Un mode de réalisation préféré de la méthode est montré dans la revendication 14.

10 Avoir un objet creux ayant une surface interne qui est revêtue d'un revêtement obtenu par dépôt physique en phase vapeur (DPV) peut offrir plusieurs avantages importants dans diverses applications. L'un des bénéfices clés est la performance améliorée que les revêtements DPV fournissent. Ces revêtements sont connus pour leurs propriétés mécaniques et physiques exceptionnelles, y compris une dureté élevée, un faible coefficient de frottement, une résistance à l'usure et une résistance à la corrosion. Lorsqu'ils sont appliqués sur la surface interne d'un objet creux, les revêtements DPV peuvent significativement améliorer sa performance et sa durabilité. Ceci est particulièrement bénéfique dans les secteurs tels que

15 l'automobile, l'aérospatial et l'énergie, où les composants sont souvent confrontés à des conditions difficiles telles que des températures élevées, une usure abrasive, ou une exposition à des substances chimiques. Le revêtement DPV agit comme une barrière de protection, prolongeant la durée de vie du composant et assurant sa performance optimale.

20 Le revêtement DPV peut être élaboré avec précision pour répondre aux exigences de performance spécifiques, telles que l'optimisation des propriétés de frottement ou l'amélioration de la résistance à l'usure, sans altérer les dimensions externes ou la forme de l'objet. Ceci permet d'obtenir une plus grande liberté dans la conception de formes complexes ou de structures légères, ce qui peut être avantageux dans les secteurs où la réduction du poids et l'optimisation de la performance sont des facteurs critiques. La compatibilité avec différents matériaux rend les objets creux revêtus par DPV polyvalents et adaptables à diverses applications dans différents secteurs. De plus, l'épaisseur précise du revêtement atteinte par le procédé de revêtement DPV assure une qualité de revêtement constante et

25 uniforme, résultant en une performance et une fonctionnalité fiables dans diverses applications.

30

Dans un troisième aspect la présente invention porte sur une utilisation selon la revendication 15. L'utilisation telle que décrite ici fournit un effet avantageux en termes de barrière de perméation gazeuse améliorée, protection anticorrosion sans

solvant, modification de l'énergie de surface, et résistance à l'érosion dans diverses applications.

FIGURES

5 La description suivante des figures de modes de réalisation spécifiques de l'invention est simplement de nature illustrative et n'est pas destinée à limiter les présents enseignements, leur application ou leurs utilisations. Tout au long des dessins, les numéros de référence correspondants indiquent des pièces et des particularités semblables ou correspondantes.

10 La **Figure 1** montre une représentation schématique d'une vue en coupe transversale d'un objet creux avec sa surface interne visible, soulignant le positionnement coaxial d'une électrode cylindrique selon un mode de réalisation de l'invention.

15 La **Figure 2** montre une représentation schématique d'une section longitudinale d'une chambre de réaction avec un objet creux devant être revêtu, où l'électrode cylindrique est positionnée coaxialement à l'intérieur de l'objet creux selon un mode de réalisation de la présente invention.

20 La **Figure 3** montre une représentation schématique d'une section longitudinale d'une chambre de réaction, d'un objet creux et d'une électrode cylindrique positionnée coaxialement avec un seul type de matériau cible, dans laquelle l'électrode cylindrique est plus courte que l'objet creux selon un mode de réalisation de l'invention.

25 La **Figure 4** montre une représentation schématique d'une section longitudinale d'une chambre de réaction illustrant une électrode cylindrique avec trois sous-électrodes positionnées coaxialement avec un objet creux selon un mode de réalisation de l'invention.

30 La **Figure 5** montre une représentation schématique d'une section longitudinale d'un objet creux revêtu ayant de multiples couches de différents matériaux de revêtement formant une structure à multiples revêtements sur sa surface interne selon un mode de réalisation de l'invention.

La **Figure 6** montre un exemple d'une section longitudinale d'une surface d'un objet creux revêtu selon un mode de réalisation de l'invention.

DESCRIPTION DÉTAILLÉE DE L'INVENTION

La présente invention concerne une méthode de revêtement DPV d'une surface interne d'un objet creux, en particulier d'un tube creux, en utilisant une électrode cylindrique.

5 Sauf indication contraire, tous les termes utilisés dans la divulgation de l'invention, y compris les termes techniques et scientifiques, ont la signification généralement admise par l'homme du métier auquel appartient cette invention. Des définitions des termes sont incluses à titre indicatif pour mieux apprécier l'enseignement de la présente invention.

10 « Un », « une », « le » et « la » tels qu'utilisés ici désignent à la fois le singulier et le pluriel, à moins que le contexte n'indique clairement le contraire. À titre d'exemple, « un compartiment » désigne un ou plusieurs compartiments.

« Environ » tel qu'utilisé ici en référence à une valeur mesurable telle qu'un paramètre, une quantité, une durée temporelle et autres, est destiné à englober les variations de +/-20 % ou moins, de préférence de +/-10 % ou moins, de manière davantage préférée de +/-5 % ou moins, de manière encore davantage préférée de +/-1 % ou moins, et de manière encore davantage préférée de +/-0,1 % ou moins de la valeur spécifiée et par rapport à celle-ci, dans la mesure où de telles variations sont appropriées à l'invention divulguée. Toutefois, il est entendu que la valeur à laquelle le modificateur « environ » fait référence est elle-même également spécifiquement divulguée.

20 « Comprendre », « comprenant », et « comprend » et « composé de », tels qu'ils sont utilisés ici, sont synonymes de « inclure », « incluant », « inclut » ou « contenir », « contenant », « contient » et sont des termes inclusifs ou ouverts qui spécifient la présence de ce qui suit, par exemple un composant, et n'excluent ni n'empêchent la présence de composants, points caractéristiques, éléments, membres, étapes non cités additionnels, connus dans l'art ou divulgués ici.

Par ailleurs, les termes premier, deuxième, troisième et autres dans la description et dans les revendications, sont utilisés pour faire la distinction entre éléments similaires et pas nécessairement pour décrire un ordre séquentiel ou chronologique, 30 sauf si cela est spécifié. Il est entendu que les termes ainsi utilisés sont interchangeables dans des circonstances appropriées et que les modes de réalisation de l'invention décrite ici peuvent fonctionner dans d'autres séquences que celles décrites ou illustrées ici.

La citation des plages numériques par les bornes inclut tous les nombres et fractions subsumés à l'intérieur de cette plage, ainsi que les bornes citées.

5 L'expression « % en poids » ou « pour cent en poids », ici et tout au long de la description, sauf définition contraire, fait référence au poids relatif du composant respectif sur la base du poids global de la formulation.

10 Tandis que les termes « un ou plusieurs » ou « au moins un », tels qu'un ou plusieurs ou au moins un membre(s) d'un groupe de membres, est clair *per se*, à titre d'exemplification supplémentaire, le terme englobe entre autres une référence à l'un quelconque desdits membres, ou à deux quelconques ou plus desdits membres, tels que, par ex., tout nombre ≥ 3 , ≥ 4 , ≥ 5 , ≥ 6 ou ≥ 7 etc. desdits membres, et jusqu'à la totalité desdits membres.

15 Sauf définition contraire, tous les termes utilisés dans la divulgation de l'invention, y compris les termes techniques et scientifiques, ont la signification généralement admise par l'homme du métier auquel appartient cette divulgation. Des définitions des termes utilisés dans la description sont incluses à titre indicatif pour mieux apprécier l'enseignement de la présente divulgation. Les termes ou définitions utilisés ici sont fournis uniquement pour faciliter la compréhension de la divulgation.

20 La référence tout au long du présent mémoire descriptif à « un mode de réalisation » signifie qu'un point caractéristique, une structure ou une caractéristique particulier (particulière) décrit(e) en lien avec le mode de réalisation est inclus(e) dans au moins un mode de réalisation de la présente invention. Ainsi, l'apparition de l'expression « dans un mode de réalisation » à divers endroits tout au long du présent mémoire descriptif ne fait pas nécessairement toujours référence au même mode de réalisation, mais le peut. De plus, les points caractéristiques, structures ou caractéristiques particuliers peuvent être combinés de toute manière adaptée, comme cela apparaîtrait évident à l'homme du métier d'après cette divulgation, dans un ou plusieurs modes de réalisation. De plus, alors que certains modes de réalisation décrits ici incluent certains mais pas d'autres points caractéristiques inclus dans d'autres modes de réalisation, les combinaisons de points caractéristiques de différents modes de réalisation sont destinées à être dans la portée de l'invention, et à former différents modes de réalisation, comme le comprendrait l'homme du métier. Par exemple, dans les revendications suivantes, des quelconques des modes de réalisation revendiqués peuvent être utilisés en toute combinaison.

25

30

Dans un premier aspect, l'invention fournit une méthode de revêtement DPV d'une surface interne d'un objet creux, dans laquelle la surface interne de l'objet creux définit un volume interne.

5 Selon l'invention, le terme « objet creux » fait référence à tout objet qui comprend une surface interne. Des exemples non limitants d'objets creux sont les tubes, les tuyaux, les arbres creux, ou autres.

10 Selon l'invention, le terme « surface interne » fait référence à une surface d'une ouverture qui s'étend dans l'objet creux. Des exemples non limitants de surfaces internes sont les surfaces internes de trous de forage, ou les surfaces s'étendant le long des surfaces de diamètre interne de tuyaux, tubes, arbres creux, ou autres.

15 Selon l'invention, le terme « DPV » fait référence à un procédé utilisé pour déposer des films minces de matériau sur une surface. Dans un procédé DPV, un matériau est tout d'abord évaporé à partir d'une source solide, typiquement en utilisant une source à énergie élevée. Ceci crée une vapeur du matériau, qui se condense alors sur un substrat, formant un film mince. Le procédé a lieu dans une chambre à vide, ce qui est important puisque l'absence d'air et d'autres gaz empêche la contamination du film et assure que le matériau puisse être déposé uniformément. Dans ce contexte, le type de technique DPV est appelé pulvérisation. Dans la pulvérisation, les atomes sont éjectés à partir d'un matériau cible en le bombardant avec des ions à énergie élevée ou un plasma. Les atomes éjectés se condensent alors sur le substrat et forment un revêtement en film mince.

20

Dans un mode de réalisation préféré de l'invention, la méthode comprend la fourniture d'une électrode cylindrique ayant une surface externe radiale, ladite électrode cylindrique comprenant un matériau cible, dans laquelle ladite surface externe radiale comprend ledit matériau cible, à l'intérieur du volume interne de l'objet creux. Ceci permet d'obtenir une pulvérisation isotrope, ce qui signifie que le matériau cible est pulvérisé de manière radialement homogène de sorte que toutes les zones de la surface interne sont couvertes par le matériau cible. Ceci conduit à une épaisseur de revêtement plus uniforme et constante sur la surface interne de l'objet creux. Dans un mode de réalisation préféré supplémentaire de l'invention, l'électrode cylindrique est positionnée coaxialement pour un revêtement uniforme. Dans ce contexte, « positionnée coaxialement » signifie que l'électrode cylindrique est placée au centre de l'objet creux devant être revêtu, de telle manière que l'axe longitudinal de l'électrode est aligné avec l'axe longitudinal de l'objet. Ceci assure que le revêtement est déposé uniformément et régulièrement sur la surface interne

25

30

35

entière de la pièce creuse. Autrement dit, la distance entre la surface interne et l'électrode cylindrique est sensiblement homogène au niveau de chaque position. Le positionnement coaxial de l'électrode cylindrique assure que la distance entre la surface interne de l'objet creux et l'électrode est sensiblement homogène au niveau de chaque position. Ceci signifie que le revêtement est déposé de manière constante à la même distance de la surface interne tout au long de l'intérieur entier de l'objet creux, résultant en une épaisseur de revêtement uniforme et constante.

Dans un mode de réalisation préféré supplémentaire, l'électrode cylindrique et la surface interne de l'objet creux sont séparées d'une distance moyenne $D_{e,s}$ d'au moins 0,5 mm, de manière davantage préférée d'au moins 1,5 mm, de manière davantage préférée d'au moins 2,0 mm, de manière davantage préférée d'au moins 2,5 mm, de manière davantage préférée d'au moins 3,0 mm, de manière davantage préférée d'au moins 3,5 mm, de manière davantage préférée d'au moins 4,0 mm, de manière davantage préférée d'au moins 4,5 mm, de manière davantage préférée d'au moins 5 mm, de manière davantage préférée d'au moins 5,5 mm, de manière davantage préférée d'au moins 6,0 mm, de manière davantage préférée d'au moins 6,5 mm, de manière davantage préférée d'au moins 7,0 mm, de manière davantage préférée d'au moins 7,5 mm, de manière davantage préférée d'au moins 8,0 mm, de manière davantage préférée d'au moins 8,5 mm, de manière davantage préférée d'au moins 9,0 mm, de manière davantage préférée d'au moins 10,0 mm.

Dans un mode de réalisation préféré supplémentaire, l'électrode cylindrique et la surface interne de l'objet creux sont séparées d'une distance moyenne $D_{e,s}$ d'au plus 25,0 mm, de manière davantage préférée d'au plus 20,0 mm, de manière davantage préférée d'au plus 19,5 mm, de manière davantage préférée d'au plus 19,0 mm, de manière davantage préférée d'au plus 18,5 mm, de manière davantage préférée d'au plus 18,0 mm, de manière davantage préférée d'au plus 17,5 mm, de manière davantage préférée d'au plus 17,0 mm, de manière davantage préférée d'au plus 16,5 mm, de manière davantage préférée d'au plus 16,0 mm, de manière davantage préférée d'au plus 15,5 mm, de manière davantage préférée d'au plus 15,0 mm, de manière davantage préférée d'au plus 14,5 mm, de manière davantage préférée d'au plus 14,0 mm, de manière davantage préférée d'au plus 13,5 mm, de manière davantage préférée d'au plus 13,0 mm, de manière davantage préférée d'au plus 12,5 mm, de manière davantage préférée d'au plus 12,0 mm, de manière davantage préférée d'au plus 11,5 mm, de manière davantage préférée d'au plus 11,0 mm, de manière davantage préférée d'au plus 10,5 mm.

Selon l'invention, le terme « distance moyenne », désigné par $D_{e,s}$, représente l'espace type entre l'électrode cylindrique et la surface interne de l'objet creux. Il est important de noter que le terme « distance moyenne » implique qu'il peut exister de légères variations ou fluctuations dans la séparation ou l'espace réel(le) entre l'électrode et la surface interne, mais la valeur moyenne ou type doit tomber à l'intérieur de la plage spécifiée.

La distance entre l'électrode cylindrique et la surface interne de l'objet creux peut être contrôlée avec précision, ce qui permet un réglage fin des paramètres du procédé de revêtement tels que le taux de dépôt, la tension et le courant, conduisant à une qualité et une reproductibilité améliorées du revêtement. En plaçant l'électrode cylindrique au centre de l'objet creux, la distance maximale possible entre la surface interne et l'électrode cylindrique peut être atteinte, sans que l'électrode cylindrique ne vienne en contact avec la surface interne. Ceci permet d'obtenir un procédé de revêtement efficient et efficace, étant donné que le revêtement peut être déposé régulièrement à travers la surface interne entière de l'objet creux sans aucune zone n'étant omise. Un tel positionnement de l'électrode cylindrique assure que le revêtement est déposé uniformément et régulièrement sur la surface interne entière de l'objet creux. Ceci aide à atteindre une épaisseur constante du revêtement déposé dans tout l'intérieur de l'objet creux, résultant en un revêtement uniforme et de haute qualité. Le revêtement uniforme atteint par un tel positionnement de l'électrode cylindrique aide à améliorer la qualité globale du revêtement. Il réduit au maximum le risque d'épaisseur de revêtement irrégulière, de couverture irrégulière, ou d'omission de points, ce qui peut résulter en une qualité médiocre du revêtement et en une performance réduite de l'objet revêtu. Il est en outre entendu que la distance maximale possible dépend du diamètre interne de l'objet creux.

Dans un mode de réalisation préféré de l'invention, la forme de l'électrode cylindrique peut être adaptée au diamètre et à la taille de la surface interne de l'objet creux à traiter. Pour l'insertion dans l'objet creux, le diamètre externe de l'électrode cylindrique doit être inférieur au diamètre interne de l'objet creux à traiter. La longueur de l'électrode cylindrique peut être aussi longue que nécessaire pour que la surface interne soit traitée complètement.

Dans un mode de réalisation préféré de l'invention, l'électrode cylindrique et l'objet creux sont configurés pour se déplacer l'un par rapport à l'autre, pour permettre d'obtenir le revêtement de tubes ou une opération continue, dans lequel le mouvement est parallèle pour maintenir le positionnement coaxial de l'électrode cylindrique à l'intérieur du volume interne de l'objet creux.

Dans un mode de réalisation préféré de l'invention, le matériau cible forme une surface externe radiale continue et uniforme de l'électrode cylindrique. Ceci signifie que l'électrode cylindrique utilisée pour le revêtement a une surface externe radiale continue et uniforme qui est faite du même matériau que le matériau cible.

5 Autrement dit, la surface externe entière de l'électrode cylindrique est constituée du même matériau que celui qui doit être déposé sur la surface de l'objet creux étant revêtu. Ceci aide à assurer que le matériau de revêtement soit déposé régulièrement et uniformément sur la surface de l'objet, résultant en un revêtement de haute qualité.

10 Dans un mode de réalisation préféré de l'invention, l'électrode cylindrique comprend une pluralité de sous-électrodes agencées en série pour atteindre un revêtement multicouche, dans lequel chaque sous-électrode comprend le matériau cible. Le matériau cible d'au moins deux de la pluralité de sous-électrodes peut être identique ou peut être différent. Les sous-électrodes peuvent être séquentiellement activées
15 et désactivées pour déposer différentes couches de matériau sur la surface interne de la pièce creuse.

Dans un mode de réalisation préféré de l'invention, les matériaux cibles de l'électrode cylindrique et/ou des sous-électrodes sont choisis dans un groupe comprenant un métal, un alliage de métaux, un matériau céramique et des combinaisons de ceux-
20 ci. En variante ou de plus, le métal est du chrome. En variante ou de plus, le matériau cible comprend un matériau céramique. De manière davantage préférée, la cible peut comprendre un ou plusieurs matériaux/éléments choisis dans un groupe comprenant : l'aluminium, le bore, le carbone, le chrome, le cobalt, le cuivre, l'or, l'holmium, le fer, le lanthane, le lithium, le magnésium, le manganèse, le molybdène,
25 le nickel, le silicium, l'argent, l'étain, le titane, le vanadium, l'ytterbium, l'yttrium, le zinc, le zirconium, l'hafnium, le tantale, les alliages de ceux-ci. Ces matériaux cibles permettent d'obtenir une personnalisation des propriétés de revêtement sur la base des exigences spécifiques de l'objet creux étant revêtu. Les matériaux cibles spécifiés sont connus pour leurs propriétés souhaitables, telles qu'une conductivité
30 thermique et électrique élevée, une excellente résistance à la corrosion, une bonne résistance mécanique, et autres caractéristiques fonctionnelles. Revêtir la surface interne de l'objet creux avec ces matériaux peut conférer ces propriétés à l'objet revêtu, améliorant sa performance et sa durabilité globales. Le procédé de revêtement peut être optimisé pour différentes applications, tels que l'automobile,
35 l'aérospatial, l'électronique, l'énergie, la médecine, et autres.

Dans un mode de réalisation préféré de l'invention, l'objet creux devant être revêtu est fourni, à savoir agencé ou positionné ou placé, dans une chambre de réaction. L'objet creux peut être fourni dans une position verticale par rapport à la surface de la Terre, dans une position horizontale, ou au niveau d'une position inclinée selon un angle entre 0° et 180° par rapport à la surface de la Terre.

Dans un mode de réalisation préféré de l'invention, une fois que l'électrode cylindrique est agencée coaxialement avec l'objet creux, la chambre de réaction est fermée et évacuée pour réduire la pression de travail à l'intérieur de la chambre jusqu'à ce qu'une valeur prédéterminée soit atteinte. Ceci permet d'extraire tout contaminant de la chambre de réaction, tel que l'humidité.

Dans un mode de réalisation préféré supplémentaire, un gaz est passé à travers la chambre de réaction. En conséquence, le gaz est fourni dans le volume interne de l'objet creux comprenant l'électrode cylindrique. La pression de travail est choisie de sorte que le produit de la pression de travail et de la distance moyenne $D_{e,s}$ est entre 0,01 Torr.cm et 10 Torr.cm, de manière davantage préférée entre 0,02 Torr.cm et 9 Torr.cm, de manière davantage préférée entre 0,03 Torr.cm et 8 Torr.cm, de manière davantage préférée entre 0,04 Torr.cm et 7 Torr.cm, de manière davantage préférée entre 0,05 Torr.cm et 6 Torr.cm, de manière davantage préférée entre 0,06 Torr.cm et 5 Torr.cm, de manière davantage préférée entre 0,07 Torr.cm et 4 Torr.cm, de manière davantage préférée entre 0,08 Torr.cm et 3 Torr.cm, de manière davantage préférée entre 0,09 Torr.cm et 2 Torr.cm, de manière davantage préférée entre 0,1 Torr.cm et 1 Torr.cm, de manière davantage préférée entre 10^{-5} Torr.cm et 45 Torr.cm, de manière davantage préférée entre 10^{-4} Torr.cm et 40 Torr.cm, de manière davantage préférée entre 10^{-3} Torr.cm et 35 Torr.cm, de manière davantage préférée entre 0,01 Torr.cm et 30 Torr.cm, de manière davantage préférée entre 0,1 Torr.cm et 25 Torr.cm, de manière davantage préférée entre 1 Torr.cm et 20 Torr.cm. Il s'agit de l'un des paramètres clés puisqu'il affecte un grand nombre des caractéristiques du plasma et ceci n'est rendu possible que parce que la distance entre les électrodes est petite, en raison du diamètre limité de l'objet creux à revêtir. La raison pour spécifier cette plage de pression de travail est qu'il a été déterminé qu'elle était optimale pour le procédé de revêtement. À l'intérieur de cette plage, le champ électrique généré entre l'électrode cylindrique (cathode) et la surface interne de l'objet creux (anode) est suffisant pour faciliter le procédé de revêtement et assurer un dépôt uniforme du matériau de revêtement. La plage de pression de travail est soigneusement sélectionnée pour créer un environnement approprié pour le procédé de revêtement, permettant d'obtenir une

ionisation efficace du matériau cible, un transport des ions, et un dépôt sur la surface interne de l'objet creux. Cette plage s'est avérée être efficace pour atteindre la qualité, l'épaisseur et l'uniformité souhaitées du revêtement pour l'application spécifique de l'invention. La plage de pression de travail spécifiée peut également être influencée par d'autres facteurs tels que les propriétés du matériau cible, le type de procédé de revêtement étant utilisé, la géométrie et la taille de l'objet creux, et d'autres paramètres de procédé. Par conséquent, il est important de contrôler et de maintenir soigneusement la pression de travail à l'intérieur de la plage spécifiée pour optimiser le procédé de revêtement et atteindre les résultats de revêtement souhaités.

Selon l'invention, le terme « pression de travail » fait référence à la pression absolue locale où le plasma est formé. La pression de travail est mesurée près ou au niveau de la surface de la cible. Elle représente ainsi la pression absolue au niveau ou près de la surface de la cible où le plasma est formé. La pression de travail porte sur la pression à l'équilibre qui est atteinte en injectant un gaz et en pompant simultanément dans un système de plasma. Elle est typiquement exprimée comme un produit de la pression et de la distance, qui fournit une description plus exacte du type de régime de plasma qui est présent. Dans les cas où un mélange gazeux est injecté, la pression de travail est la somme des pressions des gaz injectés individuels. Lorsqu'aucun gaz n'est injecté, la pression résultante est appelée pression de base, qui est significativement inférieure, approximativement un million de fois, comparativement à la pression de travail.

Dans un mode de réalisation préféré de l'invention, le gaz fourni dans le volume interne peut comprendre un seul gaz ou un mélange de deux gaz ou plus. De préférence, le gaz comprend un gaz inerte, un gaz réactif ou une combinaison de ceux-ci. De manière davantage préférée, le gaz inerte est choisi dans un groupe comprenant l'hélium, le néon, l'argon, le krypton. De manière davantage préférée le gaz réactif est choisi dans un groupe comprenant l'azote, l'oxygène, le méthane, l'ammoniac, l'acétylène ou un gaz fluoré.

Dans un mode de réalisation préféré supplémentaire de l'invention, la méthode comprend en outre la génération d'un champ électrique entre l'électrode cylindrique et la surface interne de l'objet creux, avec l'électrode cylindrique servant de cathode et l'objet creux servant d'anode. Le champ électrique appliqué sur l'électrode est utilisé pour activer le gaz en un gaz de plasma et pour extraire au moins une portion du matériau cible de la cathode, qui est alors déposé sur la surface interne de la pièce creuse ou du tube.

Lorsqu'un champ électrique est appliqué sur une électrode cylindrique, il active ou décharge le gaz l'entourant, le convertissant en un gaz de plasma ou une décharge de plasma, à savoir, le champ électrique allume un plasma comprenant le gaz activé. Ce gaz de plasma, également appelé gaz activé, est alors utilisé pour extraire au moins une portion du matériau cible de la cathode, en particulier par l'interaction des ions dans le gaz de plasma avec la cathode. Le matériau cible extrait est alors déposé sur la surface interne de l'objet creux, connu comme étant l'anode, résultant en la création d'un objet creux traité. Plus spécifiquement, pour la formation d'un revêtement. Cette méthode de dépôt est couramment connue sous le nom de pulvérisation. Par conséquent, l'électrode cylindrique fonctionne comme une source de plasma dans cette méthode spécifique. L'utilisation d'une électrode cylindrique dans ce procédé conduit à une pulvérisation isotrope, où le matériau cible est pulvérisé uniformément d'une manière radialement homogène, assurant que toutes les zones de la surface interne de l'objet creux sont régulièrement revêtues du matériau cible.

Dans un mode de réalisation préféré de l'invention, la décharge de gaz a lieu en régime Townsend. Le régime Townsend est un concept en physique des plasmas qui fait référence à une plage spécifique d'intensités de champ électrique dans laquelle une décharge de plasma se produit. En régime Townsend, le champ électrique est suffisamment fort pour ioniser les particules de gaz, créant un plasma, mais pas suffisamment fort pour provoquer une multiplication électronique importante par émission d'électrons secondaires. En régime Townsend, l'intensité du champ électrique est typiquement modérée, permettant d'obtenir une décharge de plasma stable et autonome. Le comportement du plasma en régime Townsend est caractérisé par une relation linéaire entre le champ électrique et le taux d'ionisation, connue comme étant la loi de décharge de Townsend. Ce régime est couramment observé dans de nombreuses applications pratiques de plasma, telles que dans les décharges de gaz utilisées dans les lumières fluorescentes, les écrans à plasma, et certains types de techniques de traitement par plasma. Comprendre le régime de Townsend est important pour contrôler et optimiser les procédés au plasma dans diverses applications technologiques. Ceci résulte en une décharge homogène d'un grand rayon, et contribue à l'homogénéité et à l'uniformité du revêtement obtenu.

Dans un mode de réalisation préféré de l'invention, le type de champ électrique appliqué sur l'électrode cylindrique pour le procédé d'activation et de pulvérisation de gaz de plasma peut varier. Un CA (courant alternatif) et un CC (courant continu) peuvent potentiellement être utilisés à cette fin, tant que le champ électrique est

appliqué pendant une durée suffisamment longue pour former une couche de matériau cible sur la surface interne.

Dans certains cas, une alimentation CC est couramment utilisée pour la pulvérisation, où une tension ou un courant constant est appliqué sur l'électrode pour générer le gaz de plasma et faciliter l'extraction et le dépôt de matériau cible. La pulvérisation CC est connue pour sa simplicité et sa facilité de contrôle, en faisant un choix populaire pour de nombreuses applications. D'autre part, une alimentation CC peut également être utilisée pour la pulvérisation, où la polarité du champ électrique alterne périodiquement. La pulvérisation CA inclut des techniques telles que la pulvérisation RF et l'HiPIMS (pulvérisation magnétron à impulsions haute puissance). Ces méthodes offrent des avantages spécifiques dans certaines situations. La pulvérisation CA est connue pour fournir certains avantages dans certaines situations, tels qu'une uniformité améliorée du revêtement déposé et une formation d'arc réduite. Le choix entre l'alimentation CA et CC pour la pulvérisation dépend de divers facteurs, y compris du matériau spécifique étant déposé, des propriétés de revêtement souhaitées, et de l'installation de l'équipement.

Dans un mode de réalisation préféré de l'invention, une densité de puissance appliquée à la cathode est de préférence entre 0,01 W/cm² et 50 W/cm², de préférence entre 0,01 W/cm² et 40 W/cm², de préférence entre 0,05 W/cm² et 30 W/cm², de préférence entre 0,1 W/cm² et 35 W/cm², de préférence entre 0,03 W/cm² et 25 W/cm², de préférence entre 0,01 W/cm² et 5 W/cm², de préférence entre 0,05 W/cm² et 2 W/cm², de préférence entre 0,1 W/cm² et 2 W/cm², de préférence entre 0,1 W/cm² et 8 W/cm², de préférence entre 0,1 W/cm² et 25 W/cm², de préférence entre 0,2 W/cm² et 5 W/cm², de préférence entre 0,5 W/cm² et 10 W/cm², de préférence entre 0,5 W/cm² et 15 W/cm², de préférence entre 1 W/cm² et 10 W/cm², de préférence entre 1 W/cm² et 20 W/cm², de préférence entre 0,05 W/cm² et 25 W/cm², de préférence entre 0,2 W/cm² et 10 W/cm², de préférence entre 0,2 W/cm² et 15 W/cm², de préférence entre 0,01 W/cm² et 20 W/cm², de préférence entre 0,05 W/cm² et 10 W/cm². La densité de puissance fait référence à la quantité de puissance appliquée par unité d'aire de la surface de la cathode. Les densités proposées peuvent résulter en une énergie de bombardement ionique accrue, ce qui peut affecter les propriétés de revêtement telles que l'adhérence du revêtement, la microstructure, et le contrôle de l'épaisseur. Des densités de puissance supérieures peuvent également conduire à des taux de dépôt supérieurs, ce qui peut affecter l'efficacité et la productivité du procédé global.

Dans un mode de réalisation préféré de l'invention, une densité moyenne de courant appliquée à la cathode est de préférence entre 0,001 A/cm² et 10 A/cm², de préférence entre 0,002 A/cm² et 9 A/cm², de préférence entre 0,003 A/cm² et 8 A/cm², de préférence entre 0,004 A/cm² et 7 A/cm², de préférence entre 5 0,005 A/cm² et 6 A/cm², de préférence entre 0,001 A/cm² et 0,5 A/cm², de préférence entre 0,001 A/cm² et 1 A/cm², de préférence entre 0,001 A/cm² et 5 A/cm², de préférence entre 0,001 A/cm² et 10 A/cm², de préférence entre 0,005 A/cm² et 0,5 A/cm², de préférence entre 0,005 A/cm² et 1 A/cm², de préférence entre 0,005 A/cm² et 5 A/cm², de préférence entre 0,01 A/cm² et 10 0,5 A/cm², de préférence entre 0,01 A/cm² et 1 A/cm², de préférence entre 0,01 A/cm² et 5 A/cm², de préférence entre 0,01 A/cm² et 10 A/cm². La densité moyenne de courant fait référence à la quantité de courant électrique passant à travers la cathode par unité d'aire. La densité moyenne de courant affecte l'ionisation du gaz de procédé et la génération de plasma, qui à son tour influence l'énergie de 15 bombardement ionique et les caractéristiques de revêtement résultantes. Pour les films très minces, de faibles courants tels que de 0,001 A/cm² peuvent être particulièrement utiles. Des densités de courant moyennes supérieures peuvent résulter en des densités de plasma supérieures et en une énergie de bombardement ionique accrue, ce qui peut affecter les propriétés de revêtement telles que 20 l'adhérence du revêtement, la densité et la microstructure.

Optimiser la densité de puissance et la densité moyenne de courant à l'intérieur des plages préférées peut aider à atteindre les résultats souhaités dans le procédé de revêtement. Toutefois, les effets spécifiques de la densité de puissance et de la densité moyenne de courant sur le procédé de revêtement dépendent de divers 25 facteurs tels que le matériau étant traité, la configuration de l'électrode, le gaz de procédé, et autres paramètres de procédé. Par conséquent, une considération et un ajustement soigneux de ces paramètres sur la base des exigences et des conditions de procédé du revêtement spécifique sont nécessaires pour atteindre les propriétés de revêtement et la performance souhaitées.

30 Dans un mode de réalisation préféré de l'invention, la méthode comprend une étape de prétraitement de la surface interne de l'objet creux avant le dépôt du matériau cible sur la surface interne, à savoir, avant le revêtement de la surface interne. De préférence, le prétraitement est effectué avant de placer l'objet creux dans la chambre de réaction. Idéalement, le prétraitement est accompli dans la même 35 chambre de réaction que celle utilisée pour le procédé de dépôt de revêtement, offrant commodité et efficacité. Pour le prétraitement, une approche assistée par

plasma est préférée. Ce prétraitement peut être accompli exclusivement ou principalement à l'intérieur de la chambre de réaction elle-même. Le prétraitement assisté par plasma se produit après avoir atteint la valeur de pression de travail prédéterminée mais avant d'introduire le gaz utilisé pour extraire le matériau cible de l'électrode. Cette séquence assure un moment optimal pour l'étape de prétraitement en relation avec le procédé global. Il est important de noter que les spécificités du prétraitement peuvent varier. Le prétraitement peut être effectué à la même pression que le procédé de pulvérisation ou à une pression différente. De même, le prétraitement peut utiliser le même gaz que le procédé de pulvérisation ou un gaz différent. Toutefois, dans l'étape de prétraitement, la polarité est inversée pour assurer que c'est l'objet creux lui-même qui subit le procédé de « pulvérisation », en nettoyant et en préparant efficacement sa surface interne. Dans un mode de réalisation préféré de l'invention, le prétraitement comprend une étape de nettoyage et/ou de gravure, par exemple un nettoyage par ultrasons ou un sablage. Selon la présente divulgation, le terme « nettoyage » fait référence au procédé d'extraction des contaminants, en particulier des contaminants organiques, d'une surface. Autrement dit, un « nettoyage » fait référence à l'extraction basique des contaminants. D'autre part, dans le contexte de la présente invention, une « gravure » fait référence à un procédé qui implique à la fois l'extraction des contaminants et la fixation de groupes fonctionnels spécifiques à la surface interne d'un objet creux. Ces groupes fonctionnels sont destinés à améliorer l'adhérence d'un revêtement de matériau cible à la surface. Autrement dit, une « gravure » englobe un procédé plus complet qui non seulement extrait les contaminants mais modifie également la surface par ajout de groupes fonctionnels qui facilitent la liaison d'un matériau de revêtement.

Dans un mode de réalisation préféré supplémentaire de l'invention, le prétraitement comprend une étape de gravure. De préférence, la gravure au plasma est effectuée dans la chambre de réaction lorsqu'est atteinte la pression de travail prédéterminée et avant le passage du gaz à travers la chambre de réaction. La gravure au plasma comprend le passage d'un gaz de gravure à travers la chambre de réaction, fournissant ainsi le gaz de gravure dans le volume interne de l'objet creux. Ensuite, un deuxième champ électrique est appliqué sur l'objet creux, avec l'électrode cylindrique servant d'anode et l'objet creux servant de cathode. Le deuxième champ électrique active avantageusement le gaz de gravure, en obtenant ainsi un plasma de gravure. Les ions du plasma de gravure dissocient les contaminants organiques au niveau de la surface de la surface interne de l'objet creux, résultant en l'extraction des composants volatils par le gaz de gravure. Les ions du plasma de gravure se

fixent également à la surface interne, dotant ainsi la surface interne de groupes fonctionnels.

5 Dans un mode de réalisation préféré supplémentaire de l'invention, le gaz de gravure est choisi dans un groupe comprenant l'argon, l'hélium, l'azote, l'oxygène, le méthane, l'éthylène, le dioxyde d'azote, l'oxyde nitreux ou le fluor.

Dans un deuxième aspect, l'invention fournit un objet creux ayant une surface interne comprenant un revêtement DPV.

10 Dans un mode de réalisation particulièrement préféré, l'objet creux a un diamètre interne inférieur à 5 cm, le revêtement a une épaisseur entre 0,01 μm et 50 μm , et un écart relatif de l'épaisseur du revêtement est d'au plus 20 %.

15 Dans un mode de réalisation préféré de l'invention, un rapport d'une longueur de l'objet creux à son diamètre interne est d'au moins 10, de préférence d'au moins 15, de manière davantage préférée d'au moins 20, de manière davantage préférée d'au moins 25, de manière davantage préférée d'au moins 30, de manière davantage préférée d'au moins 40, de manière davantage préférée d'au moins 45, de manière davantage préférée d'au moins 50, de manière davantage préférée d'au moins 50, de manière davantage préférée d'au moins 60, de manière davantage préférée d'au moins 70, de manière davantage préférée d'au moins 80, de manière davantage préférée d'au moins 90, de manière davantage préférée d'au moins 100.

20 Dans un mode de réalisation préféré de l'invention, un rapport d'une longueur de l'objet creux à son diamètre interne est d'au plus 10 000, de manière davantage préférée d'au plus 5 000, de manière davantage préférée d'au plus 4 500, de manière davantage préférée d'au plus 4 000, de manière davantage préférée d'au plus 3 500, de manière davantage préférée d'au plus 3 000, de manière davantage préférée d'au plus 2 500, de manière davantage préférée d'au plus 2 000, de manière davantage préférée d'au plus 1 500, de manière davantage préférée d'au plus 1 000, de manière davantage préférée d'au plus 500, de manière davantage préférée d'au plus 400, de manière davantage préférée d'au plus 300, de manière davantage préférée d'au plus 200.

30 De manière préférée entre toutes, le rapport de la longueur de l'objet creux à son diamètre interne se situe dans une plage entre 10 et 2 000, de préférence entre 15 et 1 500, de manière davantage préférée entre 20 et 1 000, de manière davantage préférée entre 25 et 500, de manière davantage préférée entre 30 et 400, de

manière davantage préférée entre 40 et 300, de manière davantage préférée entre 50 et 200.

De préférence, le diamètre interne de l'objet creux est d'au moins 0,1 mm, de préférence d'au moins 0,5 mm, de manière davantage préférée d'au moins 1,0 mm, de manière davantage préférée d'au moins 2,0 mm, de manière davantage préférée d'au moins 3,0 mm, de manière davantage préférée d'au moins 4,0 mm, de manière davantage préférée d'au moins 5,0 mm, de manière davantage préférée d'au moins 6,0 mm, de manière davantage préférée d'au moins 7,0 mm, de manière davantage préférée d'au moins 8,0 mm, de manière davantage préférée d'au moins 9,0 mm, de manière davantage préférée d'au moins 10,0 mm, de manière davantage préférée d'au moins 15,0 mm, de manière davantage préférée d'au moins 20,0 mm, de manière davantage préférée d'au moins 25,0 mm.

De préférence, le diamètre interne de l'objet creux est d'au plus 50,0 mm, de préférence d'au plus 49,0 mm, de manière davantage préférée d'au plus 48,0 mm, de manière davantage préférée d'au plus 47,0 mm, de manière davantage préférée d'au plus 46,0 mm, de manière davantage préférée d'au plus 45,0 mm, de manière davantage préférée d'au plus 44,0 mm, de manière davantage préférée d'au plus 43,0 mm, de manière davantage préférée d'au plus 42,0 mm, de manière davantage préférée d'au plus 41,0 mm, de manière davantage préférée d'au plus 40,0 mm, de manière davantage préférée d'au plus 39,0 mm, de manière davantage préférée d'au plus 38,0 mm, de manière davantage préférée d'au plus 37,0 mm, de manière davantage préférée d'au plus 36,0 mm, de manière davantage préférée d'au plus 35,0 mm, de manière davantage préférée d'au plus 34,0 mm, de manière davantage préférée d'au plus 33,0 mm, de manière davantage préférée d'au plus 32,0 mm, de manière davantage préférée d'au plus 31,0 mm, de manière davantage préférée d'au plus 30,0 mm.

Dans un mode de réalisation préféré supplémentaire de l'invention, l'objet creux a la forme d'un tube creux ou d'un cylindre. Autrement dit, la surface interne de l'objet creux définit un volume interne. L'objet creux est par exemple fait d'acier et d'alliages à base d'acier.

Dans un mode de réalisation de l'invention, le revêtement formé est un revêtement tribologique. Les revêtements tribologiques sont utilisés dans les applications qui sont exposées à des forces de contact sévères sous l'effet desquelles des revêtements en film mince normaux se fractureraient et perdant leur adhérence, perdant ainsi leur fonction protectrice. Ces revêtements sont conçus pour avoir de

faibles coefficients de frottement, une dureté élevée, et une durabilité accrue pour résister à l'usure causée par différentes formes telles que le soudage par adhérence, le cisaillement, l'abrasion, l'impact de particules à vitesse élevée, l'érosion, la corrosion, et l'interaction chimique induite par des températures élevées. Les
5 exemples d'applications qui bénéficient des revêtements tribologiques incluent les outils de coupe en métal, les surfaces opérant à des températures élevées, les surfaces optiques exposées à des impacts de haute vitesse, et les surfaces exposées à l'abrasion de contact et aux liquides corrosifs.

Les revêtements tribologiques trouvent des applications dans une large plage de
10 secteurs, y compris l'usinage, les implants médicaux, les véhicules militaires aériens et marins, les métaux décoratifs commerciaux, et les surfaces polymères. Un exemple de revêtements tribologiques dans l'utilisation commerciale est l'adaptation de la technologie militaire pour les avions supersoniques, où des revêtements tels que le carbone sous forme de diamant amorphe (DLC), le carbure de germanium
15 (GeC), le nitrure de bore (BN) et autres sont utilisés pour protéger les fenêtres optiques contre l'érosion due au sable, à la poussière et à la pluie. Ces revêtements trouvent également une utilité dans les fenêtres d'imagerie infrarouge (IR) thermique pour les voitures haut de gamme et la protection environnementale dans les opérations militaires dans les environnements difficiles.

20 Des revêtements multicouche sont souvent employés pour les applications tribologiques, puisqu'ils offrent une performance améliorée comparativement aux revêtements monocouche. Typiquement, les revêtements tribologiques ont une épaisseur se situant dans une plage de 5 à 30 μm , et les revêtements multicouche sont constitués de couches alternées de matériaux résistants durs et de matériaux
25 plus mous pour réduire les contraintes internes et augmenter la durabilité. Notre méthode permet d'obtenir le développement commode de revêtements multicouche par simple commutation du gaz utilisé. Les exemples de paires de matériaux hautement intéressantes pour les revêtements tribologiques incluent le Ti/TiC, le Ti/TiN, le TiAl/TiAlN, le Cr/CrN et le Ta/TaN. De plus, les matériaux tels que les
30 nitrures, les carbures, et le carbone sous forme de diamant amorphe (DLC) sont d'excellents candidats pour les revêtements tribologiques en raison de leurs propriétés de résistance à l'usure, qui ne peuvent pas être atteintes par des méthodes d'électrodéposition.

Dans un mode de réalisation de l'invention, le revêtement formé est destiné à
35 permettre une perméation gazeuse. La perméation gazeuse est un procédé à multiples facettes impliquant une absorption, une dissociation, une diffusion, une

recombinaison et une désorption de molécules de gaz, similaire au phénomène de dégazage de matériau. Le revêtement est spécifiquement conçu pour faciliter le mouvement contrôlé de molécules de gaz à travers sa structure, tout en maintenant son intégrité et ses caractéristiques de performance. Cette capacité de perméation gazeuse du revêtement le rend approprié pour les applications où un transport contrôlé des gaz ou des propriétés de barrière sont souhaitées, telles que dans la séparation de gaz, le conditionnement, ou autres environnements spécialisés. Pour les barrières de perméation gazeuse, un revêtement dense est typiquement nécessaire, qui peut être obtenu par pulvérisation. Les matériaux considérés pour les barrières de perméation gazeuse sont principalement les nitrures, comme pour les applications tribologiques. Toutefois, l'épaisseur du revêtement est généralement plus fine, autour de 1 μm . Certains des matériaux les plus prometteurs pour les barrières de perméation à l'hydrogène sont le TiN, le TiAlN, le SiN et le SiC. Pour d'autres gaz, des oxydes tels que l'Al₂O₃ ou le SiO₂ peuvent également être inclus en tant que matériaux de revêtement.

Dans un mode de réalisation de l'invention, le revêtement formé est destiné à fournir une résistance à la corrosion. Ce revêtement peut être appliqué sur des tuyaux ou autres composants qui sont en contact avec des fluides corrosifs, fournissant une barrière de protection pour empêcher la corrosion et prolonger la durée de vie du matériau. Le revêtement est typiquement composé d'oxydes ou de nitrures, avec des épaisseurs se situant dans une plage de 1 à 10 μm . Les matériaux couramment utilisés pour les revêtements résistant à la corrosion incluent le SiO₂, l'Al₂O₃, le ZrO₂, le ZrSiO₄, le TiN et le TiAlN. Ces matériaux sont choisis pour leurs excellentes propriétés de résistance à la corrosion, qui peuvent empêcher ou réduire la dégradation du matériau sous-jacent en raison de réactions chimiques avec les fluides corrosifs. Ce revêtement résistant à la corrosion peut trouver des applications dans divers secteurs où la protection contre les environnements corrosifs est critique, tels que les secteurs du pétrole et du gaz, du traitement chimique, maritime et automobile.

Dans un mode de réalisation de l'invention, le revêtement formé est destiné à fonctionner en tant que catalyseur. Ce revêtement peut être appliqué sur les tubes à l'intérieur de ou après un réacteur chimique, où il peut favoriser ou accélérer des réactions chimiques spécifiques. Le choix du matériau de catalyseur dépendra de la réaction et des conditions d'opération souhaitées, mais généralement, des revêtements métalliques, en particulier des métaux nobles tels que le Pt, le Pd, l'Au ou leurs oxydes, sont couramment utilisés pour la catalyse.

Contrairement aux revêtements à perméation gazeuse ou résistant à corrosion, les revêtements catalytiques sont typiquement bien plus minces, souvent à l'échelle nanométrique, pour augmenter au maximum la surface disponible pour l'activité catalytique. Le revêtement est conçu pour fournir une activité catalytique et une sélectivité élevées, tout en maintenant stabilité et durabilité dans les conditions d'opération de la réaction chimique. Les propriétés du revêtement de catalyseur, telles que sa composition, sa morphologie et son épaisseur, peuvent être adaptées sur la base des exigences spécifiques de la réaction chimique ciblée. Revêtir des objets tubulaires avec des catalyseurs peut significativement améliorer l'efficacité et la performance des procédés chimiques dans les secteurs tels que les produits pétrochimiques, les produits pharmaceutiques et les applications environnementales. L'utilisation de revêtements de catalyseur peut permettre d'obtenir des taux de conversion supérieurs, des températures de réaction inférieures, une consommation d'énergie réduite et une sélectivité améliorée des produits, les rendant utiles pour diverses applications catalytiques dans différents secteurs.

Dans un mode de réalisation de l'invention, le revêtement formé est destiné à être conducteur. Ce revêtement conducteur peut être appliqué à l'intérieur d'un tube, et il peut servir diverses fins en fonction de l'application spécifique. Par exemple, le cuivre (Cu) et l'argent (Ag) sont couramment utilisés en tant que matériaux de revêtement conducteurs lorsque la transparence n'est pas une exigence. Ces revêtements peuvent permettre d'obtenir une conductivité électrique, les rendant appropriés pour les applications où un courant électrique doit circuler à travers la surface revêtue, tel que dans les dispositifs électroniques, les capteurs ou les câblages. Dans certains cas, une transparence peut être souhaitée, tel que dans les tubes de verre ou autres substrats transparents. Dans de tels scénarios, l'oxyde d'indium et d'étain (OIE) peut être utilisé en tant que matériau de revêtement. L'OIE est un matériau conducteur transparent qui peut être déposé en tant que revêtement mince, permettant à la lumière de passer à travers tout en maintenant ses propriétés conductrices. Ceci fait qu'il est approprié pour les applications où une conductivité électrique et une transparence sont toutes deux requises, tel que dans les écrans tactiles, les dispositifs d'affichage ou les capteurs optiques. L'épaisseur et la composition du revêtement conducteur peuvent être optimisées sur la base des exigences spécifiques de l'application, y compris les facteurs tels que la conductivité électrique, la transparence, l'adhérence et la durabilité. Les revêtements conducteurs peuvent fournir une fonctionnalité et une performance améliorées à une

large plage d'applications, les rendant utiles dans divers secteurs, y compris l'électronique, l'optique, l'automobile et l'aérospatial.

5 Dans un troisième aspect, l'invention fournit une utilisation d'une méthode selon le premier aspect de l'invention, et pour obtenir un objet creux ayant une surface interne comprenant un revêtement selon le deuxième aspect de l'invention.

10 Dans un mode de réalisation de l'invention, le revêtement est utilisé en tant que barrière de perméation gazeuse, qui est particulièrement cruciale dans le contexte du développement de technologies à base d'hydrogène. Une application importante est le revêtement de la surface interne d'objets creux utilisés pour la distribution de l'hydrogène pour empêcher la fragilisation de l'objet creux. Ceci est considéré
15 comme un défi important dans le transport et le stockage de l'hydrogène, et le développement de barrières de perméation gazeuse efficaces est très important. Le revêtement formant barrière de perméation gazeuse peut être conçu pour avoir une épaisseur, une composition et une adhérence optimisées pour répondre aux exigences spécifiques de l'application. Il peut fournir une protection fiable contre la perméation gazeuse, réduisant au maximum le risque de fragilisation ou autres
20 effets néfastes sur le tuyau ou le matériau de substrat, et assurant l'intégrité et la performance du composant revêtu. Cette application de barrière de perméation gazeuse a des utilisations potentielles dans divers secteurs, y compris les piles à combustible à hydrogène, le stockage de l'énergie, et les systèmes de distribution de gaz, entre autres.

Dans un mode de réalisation de l'invention, le revêtement sert de solution hautement efficace pour la résistance à la corrosion. Contrairement aux options de revêtement
25 humide traditionnelles, cette méthode innovante offre l'avantage d'être sans solvant, la rendant particulièrement appropriée pour développer des revêtements anticorrosion à l'intérieur d'objets creux. La résistance à la corrosion est une exigence critique dans divers secteurs où par exemple des pipelines sont utilisés pour transporter des fluides ou des gaz. L'approche traditionnelle consistant à utiliser des revêtements humides, qui impliquent l'utilisation de solvants, peut avoir des
30 implications environnementales et de sécurité, étant donné que les solvants peuvent libérer des fumées nocives et contribuer à la pollution de l'air. De plus, les revêtements à base de solvant peuvent nécessiter un temps de séchage et des procédés de durcissement additionnels, conduisant à des cycles de production plus longs et à des coûts accrus. Toutefois, lorsqu'ils sont utilisés en tant que revêtement
35 présentant une résistance à la corrosion, la nécessité de solvants est éliminée, ce qui en fait une option respectueuse de l'environnement qui réduit au maximum les

émissions et réduit le risque de dangers pour la santé. De plus, l'absence de solvants permet d'obtenir un séchage et un durcissement plus rapides, permettant d'obtenir des procédés de production plus efficaces et des délais d'approvisionnement plus courts. Le revêtement anticorrosion sans solvant peut être appliqué sur les surfaces
5 internes d'objets creux, tels que des tuyaux. Le revêtement agit comme une barrière, empêchant les substances corrosives de venir en contact avec la surface des tuyaux, réduisant ainsi significativement le risque de corrosion et prolongeant la durée de vie des tuyaux. En fait, il peut même améliorer les propriétés protectrices du revêtement, étant donné qu'il élimine les problèmes potentiels liés au solvant, tels
10 qu'une couverture irrégulière ou une adhérence médiocre.

Dans un mode de réalisation de l'invention, le revêtement sert de solution hautement efficace pour les modifications de l'énergie de surface. Cette méthode innovante peut être appliquée à diverses applications où l'objectif est d'améliorer l'aptitude de
15 glissement des fluides sur les parois des tuyaux, tel que dans les injecteurs ou dans le secteur alimentaire. Les revêtements présentant des propriétés hautement hydrophiles ou hydrophobes peuvent être avantageusement déposés en utilisant cette méthode. Les modifications de l'énergie de surface sont cruciales dans de nombreux secteurs où l'interaction entre les fluides et les surfaces joue un rôle important. Par exemple, dans les injecteurs, les revêtements ayant des propriétés
20 de surface spécifiques peuvent optimiser l'écoulement des fluides, améliorant leur performance et leur efficacité. De même, dans le secteur alimentaire, les revêtements présentant des caractéristiques d'énergie de surface adaptées peuvent améliorer le traitement et la manipulation des produits alimentaires, assurant des opérations aisées et efficaces. Des revêtements hautement hydrophiles peuvent
25 être déposés pour favoriser le mouillage des fluides sur les parois des tuyaux, réduisant le frottement et améliorant l'écoulement des fluides. D'autre part, des revêtements hautement hydrophobes peuvent être appliqués pour chasser les fluides, réduisant au maximum l'adhérence, et réduisant l'encrassement ou l'accumulation sur les parois des tuyaux. De plus, le revêtement peut être
30 personnalisé pour présenter d'autres propriétés d'énergie de surface souhaitées, telles que des propriétés oléophobes, amphiphiles ou superhydrophobes, en fonction des exigences des applications spécifiques. Cette polyvalence dans les modifications de l'énergie de surface rend le revêtement hautement adaptable à une large plage d'applications industrielles où les interactions des fluides avec les surfaces sont
35 critiques. En outre, le revêtement peut être uniformément appliqué sur les surfaces intérieures d'objets creux, tels que des tuyaux, assurant des modifications constantes et durables de l'énergie de surface. Le procédé de dépôt précis permet

d'obtenir une couverture contrôlée et uniforme, permettant une performance fiable et efficace du revêtement au cours du temps.

Dans un mode de réalisation de l'invention, le revêtement sert de solution hautement efficace pour la résistance à l'érosion. Celui-ci peut être utilisé pour protéger des surfaces de l'érosion provoquée par l'impact de particules solides, qui peut se produire dans diverses applications industrielles, telles que dans les diffuseurs d'aéronef. L'érosion est une préoccupation importante dans de nombreux secteurs où les surfaces sont soumises à des impacts de grande vitesse de particules solides, résultant en une usure et un endommagement progressifs au cours du temps. Par exemple, dans les diffuseurs d'aéronef, qui conduisent l'air dans la chambre de combustion à travers de nombreuses entrées de gaz étroites agencées autour d'un cadre circulaire, l'érosion provoquée par les particules de poussière présentes dans l'air peut résulter en une augmentation du diamètre des entrées de gaz, conduisant à un endommagement potentiel du moteur d'aéronef. Le revêtement présentant une résistance à l'érosion fournit une couche protectrice robuste qui résiste efficacement à l'érosion des impacts de particules solides. La composition du revêtement est destinée à résister aux impacts de haute vitesse et à empêcher l'usure, réduisant l'endommagement potentiel et prolongeant la durée de vie de composants critiques. En outre, le procédé de dépôt précis permet d'obtenir une couverture uniforme du revêtement sur les surfaces, assurant une protection complète contre l'érosion à travers la surface entière. Le revêtement adhère fermement au substrat, maintenant ses propriétés de résistance à l'érosion même dans des conditions délicates. Outre les diffuseurs d'aéronef, ce revêtement présentant une résistance à l'érosion peut également trouver des applications dans d'autres secteurs où les surfaces sont exposées à des impacts de particules solides, tels que dans les turbines à gaz, les pompes, et autres systèmes d'écoulement à haute vitesse. En fournissant une protection fiable contre l'érosion, le revêtement peut aider à réduire les coûts élevés de maintenance, de réparation et de remplacement des composants endommagés, résultant en une efficacité opérationnelle accrue et une immobilisation réduite.

L'invention est en outre décrite par les exemples non limitants suivants qui illustrent davantage l'invention, et ne sont pas destinés à limiter la portée de l'invention, ni ne doivent être interprétés comme tels.

DESCRIPTION DES FIGURES ET EXEMPLES

Avec comme but une meilleure illustration des propriétés de l'invention, ce qui suit présente, à titre d'exemple et ne limitant d'aucune manière d'autres applications

potentielles, une description d'un nombre d'applications préférées de la méthode pour examiner l'état du coulis utilisé dans un raccord mécanique basé sur l'invention.

La numérotation suivante fait référence à :

- 5 1. Objet creux
- 2. Surface interne de l'objet creux
- 3. Électrode cylindrique
- 4. Chambre de réaction
- 5. Matériau cible A
- 10 6. Matériau cible B
- 7. Matériau cible C
- 8. Sous-électrode A
- 9. Sous-électrode B
- 10. Sous-électrode C
- 15 11. Revêtement 1
- 12. Revêtement 2
- 13. Revêtement 3

20 Dans la plupart des cas, les matériaux cibles A 5, B 6 et C 7 utilisés pour le procédé de revêtement correspondent aux mêmes matériaux que l'électrode cylindrique 3. Ceci signifie qu'un fil du matériau cible respectif est utilisé, et différents matériaux sont soudés ensemble pour former un fil avec de multiples cibles. L'utilisation d'un fil constitué de différents matériaux cibles permet d'obtenir un dépôt efficace et commode de divers revêtements. En contrôlant le mouvement relatif entre

25 l'électrode cylindrique 3 et l'objet creux 1, il devient possible de déposer des couches de différents matériaux sur la surface interne. Cette technique permet la création de revêtements multicouche ayant des propriétés et des compositions distinctes. Il convient de noter que cette approche contribue à la polyvalence et à la flexibilité du procédé de revêtement. Elle permet le dépôt de revêtements ayant des compositions

30 de matériau variables, conduisant à une fonctionnalité et à une performance améliorées de l'objet creux 1 revêtu.

Il est en outre important de clarifier que dans certains cas, l'objet creux 1 peut également fonctionner en tant que chambre de réaction. Dans certaines configurations, telles que celles représentées sur les Figures 2 à 4, une chambre de

35 réaction séparée existe le long de l'objet creux 1. Cette chambre de réaction dédiée est conçue pour faciliter le procédé de revêtement en fournissant des conditions contrôlées pour le dépôt du matériau cible sur la surface interne de l'objet creux 2.

L'électrode cylindrique 3 et les matériaux cibles sont positionnés à l'intérieur de cette chambre de réaction, et le procédé de revêtement se produit à l'intérieur de cet espace confiné. Toutefois, il existe des situations où l'objet creux 1 lui-même peut agir en tant que chambre de réaction. Dans de tels cas, le procédé de revêtement a lieu directement à l'intérieur du volume interne de l'objet creux 1, éliminant la nécessité d'une chambre de réaction séparée. Ceci peut simplifier l'installation et potentiellement offrir des avantages en termes d'efficacité et de qualité du revêtement.

Sur la figure 1, l'objet creux 1 est montré avec sa surface interne 2 visible. De plus, une électrode cylindrique 3, fonctionnant comme une cathode, est positionnée coaxialement par rapport à l'objet creux 1, qui sert d'anode. L'électrode cylindrique 3 et la surface interne de l'objet creux 2 sont séparées d'une distance moyenne désignée par $D_{e,s}$. Cette représentation souligne l'alignement coaxial précis de l'électrode cylindrique 3 relativement à l'objet creux 1, en tant qu'aspect notable de l'invention.

La Figure 2 montre une section longitudinale d'une chambre de réaction 4, exposant un mode de réalisation de la présente invention dans lequel un objet creux 1 devant être revêtu est inséré. Notamment, l'objet creux 1 comprend une électrode cylindrique 3 qui fonctionne en tant que cathode, tandis que la surface interne de l'objet creux 2 sert d'anode. L'électrode cylindrique 3 agit comme une cathode sur laquelle le champ électrique est appliqué pour allumer un plasma pour le dépôt du matériau cible de celui-ci sur la surface interne de l'objet creux 2 est fourni. L'électrode cylindrique 3 est positionnée coaxialement à l'intérieur de l'objet creux 1. L'électrode cylindrique 3 a un seul type de matériau cible régulièrement distribué sur la surface externe entière de l'électrode.

L'électrode cylindrique 3 a une longueur qui est égale à la longueur du tube creux. Ceci permet à l'électrode cylindrique 3 d'être fixée ou attachée à des moyens de retenue à l'intérieur de la chambre de réaction 4 pour que l'électrode cylindrique 3 reste en place. La cathode permet la génération du plasma le long de la longueur entière de l'objet creux 1, résultant en le revêtement simultané de la surface interne entière de l'objet creux 2. Bien qu'une installation horizontale soit montrée, l'installation, à savoir, le positionnement de l'objet creux 1 et de l'électrode cylindrique 3 dans la chambre de réaction 4, peut également être verticale ou selon n'importe quel autre angle.

La Figure 3 montre une section longitudinale d'une chambre de réaction 4 et d'un objet creux 1 ayant une surface interne 2 à traiter définissant un volume interne. En outre cette figure montre une électrode cylindrique 3, fonctionnant en tant que cathode, et elle est utilisée pour générer un champ électrique qui allume un plasma pour le dépôt du matériau cible 5 sur la surface interne de l'objet creux 2. L'électrode cylindrique 3 est positionnée coaxialement avec l'objet creux 1 et est revêtue avec un seul type de matériau cible 5 qui est distribué régulièrement sur sa surface externe entière.

La longueur de l'électrode cylindrique 3 est typiquement conçue pour correspondre à la longueur du tube creux étant revêtu ou la dépasser. Pour les tubes ouverts, l'électrode cylindrique 3 est au moins de longueur égale pour assurer une couverture complète. En fait, il est pratique commune pour l'électrode d'être plus longue que le tube lui-même pour garantir un revêtement uniforme sur toute la longueur. Toutefois, la Figure 3 présente un scénario spécifique représentant une électrode cylindrique 3 plus courte. Cet agencement est spécifiquement employé pour les tubes semi-ouverts où le matériau cible ne peut pas passer à travers l'ouverture restreinte. Il est important de noter que ce cas particulier est une exception, et que dans toutes les autres situations, l'électrode cylindrique 3 a la même longueur que le tube creux ou une longueur supérieure à celui-ci pour faciliter un procédé de revêtement complet et uniforme.

Il convient de mentionner que les informations suivantes relatives au mouvement relatif ne sont pas applicables lors de l'utilisation d'une seule cible, comme dans notre cas. Toutefois, elles sont pertinentes pour les installations à cibles multiples, tel que montré sur la figure 4. Pour atteindre un revêtement uniforme sur la surface interne de l'objet creux 2, l'électrode cylindrique 3 et l'objet creux 1 sont agencés pour se déplacer l'un par rapport à l'autre tout en maintenant leur position coaxiale. Ce mouvement relatif peut impliquer l'électrode cylindrique 3 se déplaçant seule, ou l'objet creux 1 se déplaçant seul, ou l'électrode cylindrique 3 et l'objet creux 1 se déplaçant tous deux simultanément.

Pendant le procédé de dépôt, l'électrode cylindrique 3 peut avantageusement se déplacer le long de l'axe central de l'objet creux 1. Si l'électrode cylindrique 3 et l'objet creux 1 sont tous deux déplacés, ils peuvent se déplacer dans la même direction à différentes vitesses, ou dans des directions opposées à la même vitesse ou à différentes vitesses. Ceci permet d'obtenir la création de zones ayant des densités de décharge de plasma variables sur la surface interne de l'objet creux 2. Spécifiquement, la densité de plasma la plus élevée est générée au niveau de la

portion de la surface interne 2 qui est la plus proche, ou à la distance minimale, de l'électrode. D'autre part, des zones de densité de plasma inférieure sont créées au niveau de portions de la surface interne 2 qui sont plus éloignées de l'électrode.

5 Sur la figure 3, il convient de noter que la configuration représentée est spécifiquement conçue pour le revêtement de la partie interne d'un tube semi-ouvert, comme par exemple une clarinette, où l'accès à l'intérieur est limité. Dans ce scénario particulier, l'électrode cylindrique 3 montrée est plus courte que l'objet creux 1 pour accueillir la forme du tube. Toutefois, il est important de souligner que pour toute autre application de revêtement, où l'objet creux 1 est totalement
10 accessible, l'électrode cylindrique 3 doit être au moins aussi longue que la longueur de l'objet pour assurer un revêtement uniforme et efficace sur sa surface entière. Cette considération assure un dépôt de revêtement optimal et maintient une constance à travers les différents procédés de revêtement.

15 La Figure 4 illustre une section longitudinale d'une chambre de réaction 4 et d'un objet creux 1 devant être revêtu. Un objet creux 1 a une surface interne 2 qui nécessite un traitement, et il englobe un volume interne. Une électrode cylindrique 3, servant de cathode où un champ électrique est appliqué pour générer un plasma pour le dépôt du matériau cible 5, est positionnée coaxialement avec l'objet creux 1, alignée avec son axe central.

20 L'électrode cylindrique 3 est composée de trois sous-électrodes 8, 9, 10 qui sont agencées en série, offrant des avantages, en particulier pour atteindre des conceptions de revêtement spécifiques et optimiser l'efficacité. L'un des avantages est l'aptitude à créer une composition chimique présentant un gradient à l'intérieur de l'objet creux 1 lorsque les cibles et l'objet creux 1 restent stationnaires les uns par rapport aux autres. Ceci signifie que différentes sections de l'objet creux 1
25 peuvent être revêtues de différents matériaux, résultant en une composition présentant un gradient. Ce gradient peut améliorer les propriétés et la performance du matériau.

30 Un autre avantage est l'aptitude à concevoir des revêtements multicouche de différents matériaux, tels que A, B et C, tels que représentés sur la figure 5. Ceci est atteint lorsque les cibles et l'objet creux 1 se déplacent les uns par rapport aux autres pendant le procédé de revêtement. Les sous-électrodes, travaillant en série, facilitent le dépôt contrôlé de chaque couche de matériau, permettant d'obtenir la création de revêtements complexes ayant les propriétés souhaitées.

35 En utilisant la configuration d'électrode à composants multiples, le procédé de revêtement devient plus efficace, permettant de gagner du temps comparativement

à la réalisation de trois étapes de dépôt séparées avec différentes électrodes. De plus, le risque de mauvais alignement ou d'erreurs de positionnement est réduit puisque le nombre d'opérations est réduit au maximum.

5 Sur cette figure, les sous-électrodes 8, 9, 10 comprennent un matériau cible différent (matériau cible A 5, matériau cible B 6, matériau cible C 7), permettant le dépôt de revêtements multicouche ayant des compositions variables le long de la surface interne de l'objet creux 2. Il convient de noter qu'elles peuvent également comprendre le même matériau cible.

10 Il convient en outre de souligner que tandis que la Figure 4 illustre une électrode cylindrique 3 qui est de longueur égale à celle de l'objet creux 1, l'électrode cylindrique 3 peut également avoir une longueur plus courte ou plus longue que l'objet creux 1. Lorsque l'électrode cylindrique 3 est plus longue que l'objet creux 1, elle permet l'utilisation de sous-électrodes 8, 9, 10 ayant différents matériaux cibles. Cette configuration facilite le dépôt de revêtements ayant des compositions variables
15 le long de la longueur de l'objet creux 1. De plus, il est important de noter que des fils plus longs d'un seul matériau sont couramment utilisés pour assurer un revêtement uniforme, même sur les bords de l'objet creux 1. Cette approche aide à maintenir la constance et la qualité des revêtements déposés. En outre, avoir la pièce de centrage positionnée à l'extérieur de l'objet creux 1, tel que représenté sur
20 le dessin joint, permet au plasma de rester non perturbé, contribuant à l'efficacité et à l'efficacité du procédé de revêtement.

De plus, la distance moyenne $D_{e,s}$ entre l'électrode cylindrique 3 et la surface interne de l'objet creux 2 est remarquablement visible sur la figure 1 à 4, étant donné qu'il s'agit d'un paramètre crucial dans le procédé de revêtement selon le mode de
25 réalisation de la présente invention. Ceci souligne l'importance de l'alignement précis et de la séparation de l'électrode cylindrique 3 et de la surface interne de l'objet creux 2 pour le procédé de revêtement.

30 Sur la figure 5, un schéma détaillé d'un objet creux 1 revêtu est représenté en section longitudinale. La surface interne de l'objet creux 2 a été revêtue avec de multiples couches de différents matériaux de revêtement, identifiées comme étant les couches 11, 12 et 13. Ces couches forment une structure à multiples revêtements sur la surface interne de l'objet creux 2.

La Figure 6 montre une section longitudinale d'un objet creux 1 revêtu, exposant un mode de réalisation de l'invention. L'objet revêtu est un tube creux ou un cylindre,

et la section traversant le tube révèle sa surface interne, qui a été revêtue d'un seul matériau cible 5. Le revêtement 11 sur la surface interne de l'objet creux 2 apparaît comme une couche uniforme et continue, couvrant la surface interne entière de l'objet creux 1.

- 5 La présente invention va à présent être exemplifiée en référence à l'exemple suivant. La présente invention n'est d'aucune manière limitée à l'exemple donné ou aux modes de réalisation présentés sur les figures.

Exemple 1 : un objet creux revêtu.

- 10 L'objet creux revêtu, tel que montré sur la figure 6, est un tube de petit diamètre ayant un diamètre interne de 2 mm et une longueur de 50 mm. L'objectif du procédé de revêtement était de déposer un revêtement de nitrure de titane (TiN) sur la surface interne, qui est un revêtement tribologique courant connu pour sa dureté élevée et ses propriétés de résistance à l'usure.

- 15 Pour atteindre le revêtement souhaité, une technique de dépôt physique en phase vapeur (DPV) appelée pulvérisation a été employée. La configuration impliquait une électrode cylindrique, agissant en tant que cathode, positionnée à l'intérieur du tube d'une manière coaxiale pour assurer une distribution uniforme de l'épaisseur. Dans ce cas, un matériau cible en titane (Ti) a été utilisé. Pour favoriser la formation du revêtement de TiN, un gaz d'azote pur a été injecté dans la chambre pendant le
- 20 procédé de pulvérisation. L'interaction du plasma d'azote avec les atomes de Ti pulvérisés a résulté en le revêtement de TiN souhaité sur la surface interne du tube. Le tube a été configuré en tant qu'anode, et un champ électrique a été appliqué sur l'électrode cylindrique, agissant en tant que cathode.

- 25 Une pression de travail de 5 Torr a été maintenue dans la chambre de réaction, et la puissance a été réglée à 200 W avec une fréquence de 250 KHz. La durée des impulsions a été réglée à 1 600 ns, assurant une pulvérisation efficace du matériau cible sur la surface interne du tube.

- 30 Après que le procédé de revêtement était achevé, l'objet revêtu a été évalué pour déterminer la qualité et l'homogénéité du revêtement. Des coupes transversales du tube revêtu ont été préparées en utilisant des techniques métallographiques standard. Les coupes transversales ont alors été observées en utilisant une microscopie électronique à balayage (SEM) pour évaluer l'épaisseur du revêtement, la morphologie, et l'adhérence au substrat. Les images MEB montraient un revêtement uniforme et dense ayant une épaisseur d'approximativement 1 µm,

adhérant bien à la surface interne entière du tube. Le revêtement présentait une morphologie lisse et homogène, indiquant un revêtement de haute qualité.

De plus, une microscopie optique (MO) a également été utilisée pour observer l'objet revêtu pour détecter tout défaut visible, tel que des fissures ou des vides. Les images
5 MO montraient un revêtement visuellement uniforme et sans défaut, confirmant la haute qualité et l'uniformité du revêtement obtenu avec les paramètres donnés.

Globalement, l'objet revêtu obtenu avec les paramètres d'une pression de travail de 5 Torr, d'une puissance de 200 W, d'une fréquence de 250 KHz, et d'une durée d'impulsion de 1 600 ns présentait un revêtement uniforme, dense et de haute
10 qualité sur la surface interne entière du tube de petit diamètre, tel qu'évalué par les observations MEB et MO.

La présente invention n'est d'aucune manière limitée aux modes de réalisation décrits dans les exemples et/ou montrés sur les figures. Au contraire, les méthodes selon la présente invention peuvent être réalisées de nombreuses manières
15 différentes sans s'éloigner de la portée de l'invention.

REVENDEICATIONS

1. Méthode de revêtement DPV d'une surface interne d'un objet creux, dans laquelle la surface interne de l'objet creux définit un volume interne, la méthode comprenant les étapes de :
 - 5 a. fourniture d'une électrode cylindrique ayant une surface externe radiale, ladite électrode cylindrique comprenant un matériau cible, dans laquelle ladite surface externe radiale comprend ledit matériau cible, à l'intérieur du volume interne de l'objet creux, de préférence coaxialement positionnée pour un revêtement uniforme, dans laquelle
10 ladite électrode cylindrique et ladite surface interne de l'objet creux sont séparées d'une distance moyenne $D_{e,s}$ d'au moins 0,5 mm et d'au plus 20 mm ; et
 - b. la génération d'un champ électrique entre l'électrode cylindrique et la surface interne de l'objet creux, avec l'électrode cylindrique servant de
15 cathode et l'objet creux servant d'anode, dans laquelle un produit d'une pression de travail et de la distance moyenne $D_{e,s}$ se trouve entre 0,01 Torr.cm et 10 Torr.cm.
2. Méthode selon la revendication 1, **caractérisée en ce que**, le matériau cible forme une surface externe radiale continue et uniforme de l'électrode
20 cylindrique.
3. Méthode selon la revendication 1 ou 2, **caractérisée en ce que**, l'électrode cylindrique et l'objet creux sont configurés pour se déplacer l'un par rapport à l'autre, pour permettre d'obtenir le revêtement de tubes ou une opération continue, dans laquelle le mouvement est parallèle pour maintenir le
25 positionnement coaxial de l'électrode cylindrique à l'intérieur du volume interne de l'objet creux.
4. Méthode selon l'une quelconque des revendications précédentes 1 à 3, **caractérisée en ce que**, dans laquelle l'électrode cylindrique comprend une pluralité de sous-électrodes agencées en série pour atteindre un revêtement
30 multicouche, dans laquelle chaque sous-électrode comprend le matériau cible, de préférence le matériau cible d'au moins deux de la pluralité de sous-électrodes est différent.
5. Méthode selon la revendication 4, **caractérisée en ce que**, les sous-
35 électrodes peuvent être séquentiellement activées et désactivées pour

déposer différentes couches de matériau sur la surface interne de la pièce creuse.

- 5 6. Méthode selon l'une quelconque des revendications précédentes 1 à 5, **caractérisée en ce que**, le matériau cible est choisi dans une liste constituée de: un métal, un alliage de métaux, un matériau céramique, et des combinaisons de ceux-ci.
- 10 7. Méthode selon l'une quelconque des revendications précédentes 1 à 6, **caractérisée en ce que**, une densité de puissance appliquée à la cathode est entre 0,01 W/cm² et 50 W/cm².
- 15 8. Méthode selon l'une quelconque des revendications précédentes 1 à 7, **caractérisée en ce que**, une densité moyenne de courant appliquée à la cathode est entre 0,001 A/cm² et 10 A/cm².
- 20 9. Méthode selon l'une quelconque des revendications précédentes 1 à 8, **caractérisée en ce que**, un gaz, fourni dans le volume interne, comprend un gaz inerte, un gaz réactif ou une combinaison de ceux-ci ; dans laquelle le gaz inerte est choisi dans un groupe comprenant l'hélium, le néon, l'argon, le krypton ; dans laquelle le gaz réactif est choisi dans un groupe comprenant l'azote, l'oxygène, le méthane, l'ammoniac ou l'acétylène.
- 25 10. Méthode selon l'une quelconque des revendications précédentes 1 à 9, **caractérisée en ce que**, la méthode comprend une étape de prétraitement de la surface interne de l'objet creux avant le dépôt du matériau cible sur la surface interne, dans laquelle le prétraitement de la surface interne de l'objet creux comprend une étape de nettoyage et/ou de gravure, de préférence de gravure au plasma.
- 30 11. Méthode selon la revendication 10, **caractérisée en ce que**, la gravure au plasma comprend les étapes de :
- passage d'un gaz de gravure à travers la chambre de réaction, fournissant ainsi le gaz de gravure dans le volume interne de l'objet creux ; et
 - application d'un deuxième champ électrique à l'objet creux, avec l'électrode cylindrique servant d'anode et l'objet creux servant de cathode, pour activer
- 35 le gaz de gravure et générer un plasma de gravure.

12. Méthode selon la revendication 11, **caractérisée en ce que**, le gaz de gravure est choisi dans un groupe comprenant l'argon, l'hélium, l'azote, l'oxygène, le méthane, l'éthylène, le dioxyde d'azote ou l'oxyde nitreux.
- 5 13. Objet creux ayant une surface interne comprenant un revêtement DPV, **caractérisé en ce que**, ledit objet creux a un diamètre interne inférieur à 5 cm, le revêtement a une épaisseur entre 0,01 μm et 50 μm , **et** un écart relatif de l'épaisseur du revêtement est d'au plus 20 %.
- 10 14. Objet creux ayant une surface interne comprenant un revêtement selon la revendication 13, **caractérisé en ce que**, un rapport d'une longueur de l'objet creux à son diamètre interne est d'au moins 10.
- 15 15. Utilisation d'une méthode selon au moins l'une des revendications précédentes 1 à 12, pour obtenir un objet creux ayant une surface interne comprenant un revêtement selon l'une des revendications précédentes 13 à 14.

FIGURES

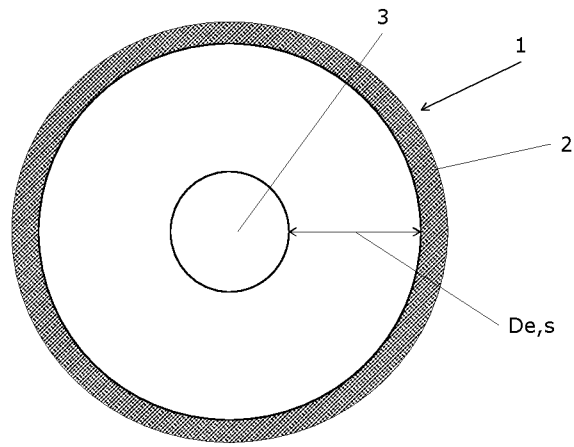


FIG 1.

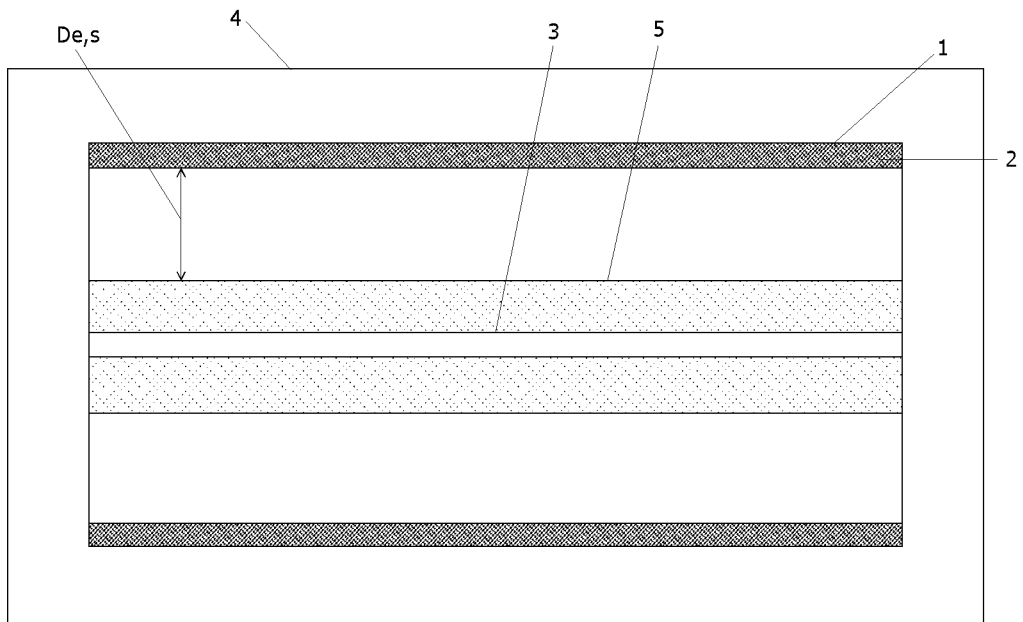


FIG 2.

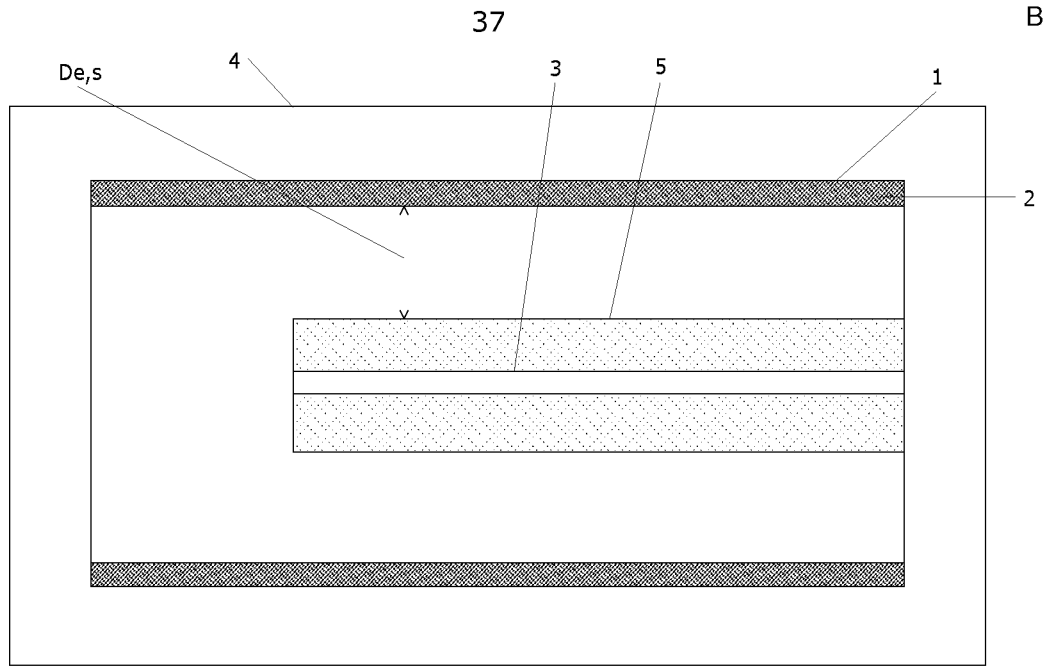


FIG 3.

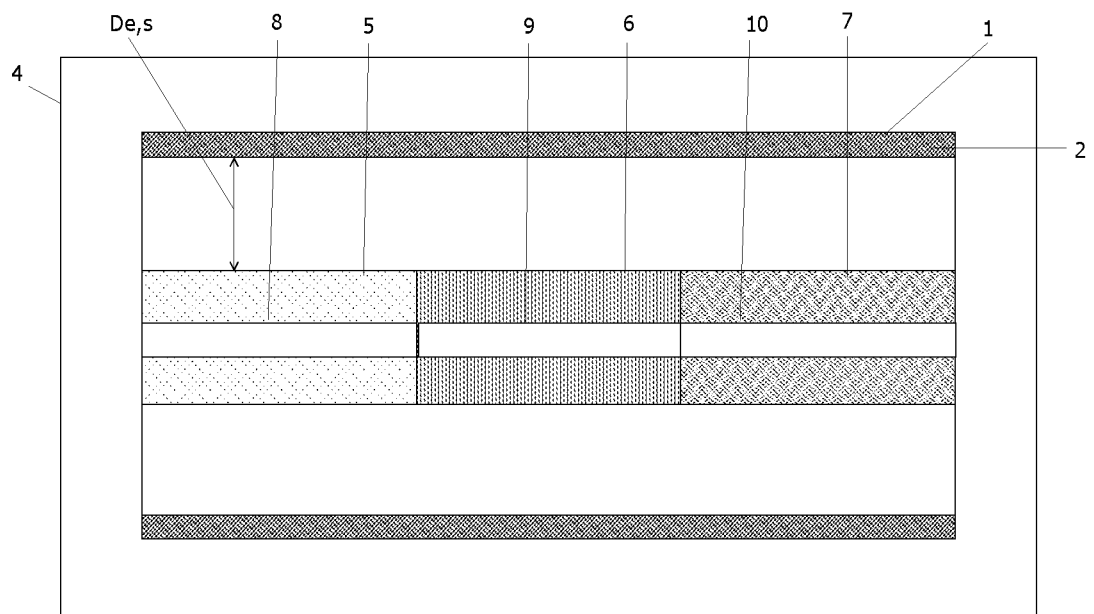


FIG 4.

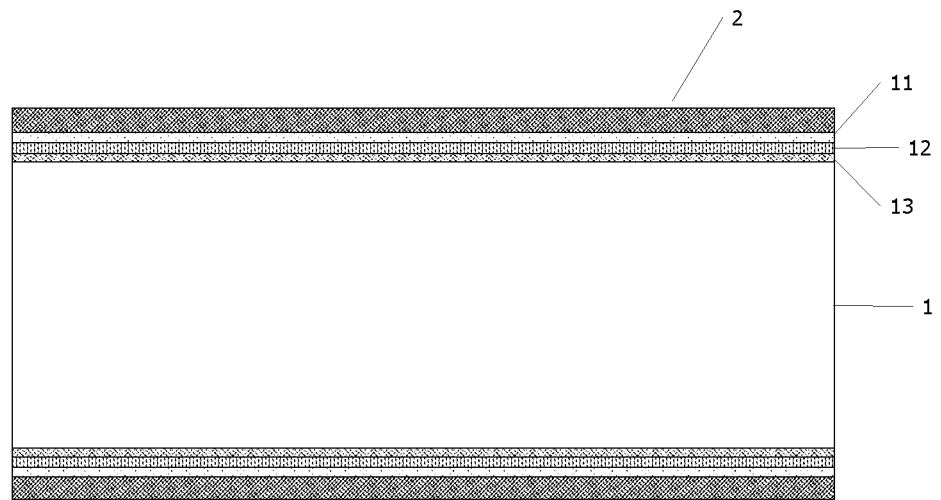


FIG 5.

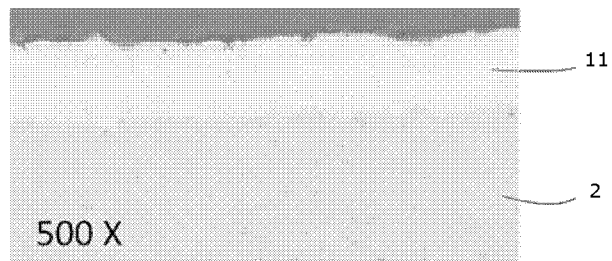


FIG 6.

TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS

RAPPORT DE RECHERCHE DE TYPE INTERNATIONAL ÉTABLI EN VERTU DE L'ARTICLE XI.23., §10 DU CODE DE DROIT ÉCONOMIQUE BELGE

IDENTIFICATION DE LA DEMANDE INTERNATIONALE	REFERENCE DU DEPOSANT OU DU MANDATAIRE MANO-008-BE
Demande nationale belge n° 202305468	Date du dépôt 07-06-2023
	Date de priorité revendiquée
Déposant (Nom) MATERIA NOVA ASBL	
Date de la requête d'une recherche de type international 19-08-2023	Numéro attribué par l'administration chargée de la recherche internationale à la requête d'une recherche de type international SN84486
I. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE (en cas de plusieurs symboles de la classification, les indiquer tous)	
Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB Voir rapport de recherche	
II. DOMAINES RECHERCHES	
Documentation minimale consultée	
Système de classification	Symboles de la classification
IPC	Voir rapport de recherche
Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents font partie des domaines consultés	
III. <input type="checkbox"/> IL A ÉTÉ ESTIMÉ QUE CERTAINES REVENDECTIONS NE POUVAIENT FAIRE L'OBJET D'UNE RECHERCHE (Observations sur la feuille supplémentaire)	
IV. <input type="checkbox"/> ABSENCE D'UNITÉ DE L'INVENTION ET/OU CONSTATATION RELATIVE À L'ÉTENDUE DE LA RECHERCHE (Observations sur la feuille supplémentaire)	

RAPPORT DE RECHERCHE DE TYPE INTERNATIONAL

Demande de recherche No

BE 202305468

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE INV. C23C14/04 H01J37/32 C23C14/00 C23C14/02 C23C14/34 C23C14/56 C23C14/16 ADD. Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB		
B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement) C23C H01J		
Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche		
Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés) EPO-Internal		
C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie °	Documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	US 2017/051393 A1 (HAN SEUNG HEE [KR] ET AL) 23 février 2017 (2017-02-23) * alinéas [0017], [0019], [0022], [0076] – [0078], [0083]; figure 1 * -----	1, 2, 4-7, 9, 13-15
X	US 2006/076231 A1 (WEI RONGHUA [US]) 13 avril 2006 (2006-04-13) * alinéas [0034], [0035], [0037], [0040], [0044], [0046]; revendications 28, 37, 42, 45, 46; figure 1 * -----	1, 2, 6, 8, 9, 13-15
X	WO 2022/261684 A1 (PLASMATERIA GMBH [AT]) 22 décembre 2022 (2022-12-22) * revendications 1, 9, 19, 22; figures 1-3 * -----	1-3, 6, 9-15
<input type="checkbox"/> Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents <input checked="" type="checkbox"/> Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe		
° Catégories spéciales de documents cités:		
"A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent "E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date "L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée) "O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens "P" document publié avant la date de dépôt, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée		"T" document ultérieur publié après la date de dépôt ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention "X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément "Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier "&" document qui fait partie de la même famille de brevets
Date à laquelle la recherche de type international a été effectivement achevée <p style="text-align: center;">21 décembre 2023</p>		Date d'expédition du rapport de recherche de type international
Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016		Fonctionnaire autorisé <p style="text-align: center;">Castagné, Caroline</p>

RAPPORT DE RECHERCHE DE TYPE INTERNATIONAL

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande de recherche n

BE 202305468

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 2017051393	A1	23-02-2017	KR 20170022744 A
			US 2017051393 A1
			02-03-2017
			23-02-2017
US 2006076231	A1	13-04-2006	US 2006076231 A1
			WO 2006044001 A1
			13-04-2006
			27-04-2006
WO 2022261684	A1	22-12-2022	AUCUN



OPINION ÉCRITE

Dossier N° SN84486	Date du dépôt(jour/mois/année) 07.06.2023	Date de priorité (jour/mois/année)	Demande n° BE202305468
Classification internationale des brevets (CIB) INV. C23C14/04 H01J37/32 C23C14/00 C23C14/02 C23C14/34 C23C14/56 C23C14/16			
Déposant MATERIA NOVA ASBL			

La présente opinion contient des indications et les pages correspondantes relatives aux points suivants :

- Cadre n° I Base de l'opinion
- Cadre n° II Priorité
- Cadre n° III Absence de formulation d'opinion quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle
- Cadre n° IV Absence d'unité de l'invention
- Cadre n° V Déclaration motivée quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle; citations et explications à l'appui de cette déclaration
- Cadre n° VI Certains documents cités
- Cadre n° VII Irrégularités dans la demande
- Cadre n° VIII Observations relatives à la demande

Formulaire BE237A (feuille de couverture) (Juillet 2022)	Examineur Castagné, Caroline
--	---------------------------------

Cadre n° I Base de l'opinion

1. Cette opinion a été établie sur la base des revendications déposées avant le commencement de la recherche.
2. En ce qui concerne **la ou les séquences de nucléotides ou d'acides aminés** divulguées dans la demande, la présente opinion a été effectuée sur la base d'un listage des séquences
 - a. faisant partie de la demande telle que déposée.
 - b. remis postérieurement à la date du dépôt aux fins de la recherche,
 - accompagné d'une déclaration selon laquelle le listage des séquences ne va pas au-delà de la divulgation faite dans la demande telle que déposée.
3. En ce qui concerne la ou les séquences de nucléotides ou d'acides aminés divulguées dans la demande, la présente opinion a été effectuée dans la mesure où une opinion valable pouvait être formulée en l'absence d'un listage des séquences conforme à la norme ST.26 de l'OMPI.
4. Commentaires complémentaires :

Cadre n° V Opinion motivée quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle; citations et explications à l'appui de cette déclaration

1. Déclaration

Nouveauté	Oui : Revendications	4, 5, 7
	Non : Revendications	1-3, 6, 8-15
Activité inventive	Oui : Revendications	
	Non : Revendications	1-15
Possibilité d'application industrielle	Oui : Revendications	1-15
	Non : Revendications	

2. Citations et explications

voir feuille séparée

Cadre n° VII Irrégularités dans la demande

Les irrégularités suivantes, concernant la forme ou le contenu de la demande, ont été constatées :

voir feuille séparée

Cadre n° VIII Observations relatives à la demande

voir feuille séparée

1 **Ad point V**

Déclaration motivée quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle ; citations et explications à l'appui de cette déclaration

1.1 Il est fait référence aux documents suivants :

D1 US 2017/051393 A1 (HAN SEUNG HEE [KR] ET AL) 23 février 2017 (2017-02-23)

D2 US 2006/076231 A1 (WEI RONGHUA [US]) 13 avril 2006 (2006-04-13)

D3 WO 2022/261684 A1 (PLASMATERIA GMBH [AT]) 22 décembre 2022 (2022-12-22)

1.2 La présente demande ne remplit pas les conditions de brevetabilité, l'objet de la revendication 1 n'étant pas nouveau.

1.2.1 D1 divulgue [(alinéas [0017],[0019], [0022],[0076] - [0078], [0083]; figure 1)] : une méthode de revêtement DPV d'une surface interne d'un objet creux 1 de diamètre intérieur 22mm, dans laquelle la surface interne de l'objet creux définit un volume interne, la méthode comprenant les étapes de :

a. fourniture d'une électrode cylindrique 2 ayant une surface externe radiale de diamètre externe 10mm , ladite électrode cylindrique comprenant un matériau cible, dans laquelle ladite surface externe radiale comprend ledit matériau cible, à l'intérieur du volume interne de l'objet creux, de préférence coaxialement positionnée pour un revêtement uniforme, dans laquelle ladite électrode cylindrique et ladite surface interne de l'objet creux sont séparées d'une distance moyenne $D_{e,s}$ de $(22-10)/2=6\text{mm}$ donc d'au moins 0,5 mm et d'au plus 20 mm: ; et

b. la génération d'un champ électrique entre l'électrode cylindrique et la surface interne de l'objet creux (pulsed power to sputtering target: [0019] and ground (19) to substrate metal tube), avec l'électrode cylindrique servant de cathode et l'objet creux servant d'anode, dans laquelle un produit d'une pression de travail et de la distance moyenne $D_{e,s}$ est de: $0.15 \times 0.6 = 0.09 \text{Torr.cm}$ donc se trouve entre 0,01 Torr.cm et 10 Torr.cm.

De plus le matériau cible forme la surface extérieure de la cathode (rev.2), est un métal (rev.6), le gas est par exemple de l'argon (rev.9) et l'utilisation (rev.15) de cette méthode est de fait aussi divulguée, ainsi qu'implicitement l'objet revêtu obtenu tel que décrit dans la revendication 13 de la demande (le procédé étant identique à celui décrit dans la revendication 1 qui est censée contenir

l'ensemble des caractéristiques essentielles nécessaires à l'effete technique, donc à l'obtention d'un revêtement uniforme dans un corps creux très allongé et de petit diamètre).

L'objet des revendications 1,2,6,9,13-15 n'est donc pas nouveau par rapport à D1.

1.2.2 La présente demande ne remplit pas les conditions de brevetabilité, l'objet de la revendication1 n'étant pas nouveau.

D2 divulgue [(alinéas [0034], [0035], [0037], [0040], [0044], [0046]; revendications 28,37,42,45,46; figure 1)] :

Une méthode de revêtement DPV de pulvérisation cathodique magnétron d'une surface interne 306a d'un objet creux 306, dans laquelle la surface interne de l'objet creux définit un volume interne310, la méthode comprenant les étapes de :

- a. fourniture d'une électrode cylindrique 302 ayant une surface externe radiale, ladite électrode cylindrique comprenant un matériau cible 304, dans laquelle ladite surface externe radiale comprend ledit matériau cible, à l'intérieur du volume interne de l'objet creux, de préférence coaxialement positionnée pour un revêtement uniforme, dans laquelle ladite électrode cylindrique et ladite surface interne de l'objet creux sont séparées d'une distance moyenne $D_{e,s}$ d'au moins 0,5 mm et d'au plus 20 mm (comme le magnétron est décrit en §[0037] ayant un diamètre de 2 inch donc 50,8 mm et le corps creux de 1 ou 2 inchs maximum donc 25 à 50mm en §[0046]); et
- b. la génération d'un champ électrique entre l'électrode cylindrique et la surface interne de l'objet creux, avec l'électrode cylindrique servant de cathode et l'objet creux servant d'anode, dans laquelle un produit d'une pression de travail (0.1 à 50mTorr) et de la distance moyenne $D_{e,s}$ se trouve bien entre 0,01 Torr.cm et 10 Torr.cm.

Un gas réactif peut être utilisé [0042] pour former du TiN.

Le dépôt obtenu est d'une épaisseur de 0.1 à 200 microns et est uniforme à +-20% (§[0040]).

L'objet des revendications 1-2,6,8,9,13-15 n'est donc pas nouveau par rapport à D2.

- 1.2.3 Il est préalablement important de noter que l'étendue actuelle de la revendication 1 ne se limite pas à un procédé de pulvérisation cathodique (voir clarté), contrairement à ce que laisserait supposer la description, et ne peut donc pas se différencier d'un procédé de dépôt par évaporation par arc cathodique tel que décrit dans D3.

D3 divulgue [(revendications 1,9,19,22; figures 1-3)] :

Une méthode de revêtement DPV, évaporation par arc cathodique, d'une surface interne d'un objet creux 1, dans laquelle la surface interne de l'objet creux, de diamètre interne de 1 cm définit un volume interne, la méthode comprenant les étapes de :

- a. fourniture d'une électrode cylindrique 4 ayant une surface externe radiale, ladite électrode cylindrique, cible de pulvérisation tubulaire 4, comprenant un matériau cible 5, par exemple du chrome, dans laquelle ladite surface externe radiale comprend ledit matériau cible, à l'intérieur du volume interne de l'objet creux, de préférence coaxialement positionnée pour un revêtement uniforme, dans laquelle ladite électrode cylindrique et ladite surface interne de l'objet creux sont séparées d'une distance moyenne $D_{e,s}$ est de $(1-0,6)/2 = 0,2$ cm = 2 mm donc bien d'au moins 0,5 mm et d'au plus 20 mm ; et
- b. la génération d'un champ électrique entre l'électrode cylindrique et la surface interne de l'objet creux, avec l'électrode cylindrique servant de cathode et l'objet creux servant d'anode, dans laquelle un produit d'une pression de travail, réglée pendant le dépôt à 500 Pa (3,75 Torr) ou moins, et de la distance moyenne $D_{e,s}$ est de $D \times P = 0,75$ Torr.cm donc se trouve entre 0,01 Torr.cm et 10 Torr.cm.

Un prétraitement de nettoyage/gravure peut être effectué à l'aide de l'appareil de dépôt en mode inverse (voir page 8, 7ème paragraphe, graphique). Le déplacement coaxial de la cathode est aussi mentionné. Les gaz mentionnés sont tout à fait banaux et implicites.

L'utilisation (rev.15) de cette méthode est de fait aussi divulguée, ainsi qu'implicitement l'objet revêtu obtenu tel que décrit dans la revendication 13 de la demande (le procédé étant identique à celui décrit dans la revendication 1 qui est censée contenir l'ensemble des caractéristiques essentielles nécessaires à l'effete technique, donc à l'obtention d'un revêtement uniforme dans un corps creux très allongé et de petit diamètre).

L'objet des revendications 1-3,6,9-15 n'est donc pas nouveau par rapport à D3.

- 1.3 Les revendications dépendantes 4,5&7 ne contiennent pas de caractéristiques qui satisfassent aux exigences d'activité inventive en étant combinées aux caractéristiques de l'une quelconque des revendications auxquelles lesdites revendications dépendantes sont liées, car elles ne représentent que des options que l'homme du métier sélectionnerait, selon le cas, parmi plusieurs possibilités évidentes, afin de résoudre les problèmes posés, sans faire preuve d'esprit inventif. En effet, les puissances et densités appliquées sont matière à optimisation et ne semblent de toutes manières par départir des gammes habituelles pour ce genre de procédé, et la subdivision d'une électrode en sous-électrodes de matériaux choisis qui peuvent être séquentiellement activés n'est aussi qu'une possibilité bien connue dans le domaine technique dans le but d'obtenir des multi-couches, de même que les traitements de nettoyage par gravure plasma sont totalement usuels, avec le choix des gaz dépendant des matériaux à traiter.

2 **Ad point VII**

Certaines irrégularités relevées dans la demande

- 2.1 La description ne mentionne pas l'état de la technique pertinent qui est divulgué dans D1-D2 et ne cite pas ces documents.

3 **Ad point VIII**

Certaines observations relatives à la demande

- 3.1 Les revendications ne sont pas claires.
En effet, il semble que la description s'attache à décrire un procédé de pulvérisation cathodique par plasma ce qui semblerait de fait essentiel, en particulier pour la précision des paramètres de travail (pression, puissances...), référence est faite au premier paragraphe plein de la page 15 de la description.