

12

**DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

21 Numéro de dépôt: **89403342.2**

51 Int. Cl.<sup>5</sup>: **H01P 1/08, C04B 35/10,**  
**C04B 35/44, C04B 37/00**

22 Date de dépôt: **01.12.89**

30 Priorité: **06.12.88 FR 8815957**

43 Date de publication de la demande:  
**13.06.90 Bulletin 90/24**

84 Etats contractants désignés:  
**DE GB IT**

71 Demandeur: **THOMSON-CSF**  
**51, Esplanade du Général de Gaulle**  
**F-92800 Puteaux(FR)**

72 Inventeur: **Kormann, René**  
**THOMSON-CSF SCPI Cédex 67**  
**F-92045 Paris la Défense(FR)**  
Inventeur: **Loiseau, Raymond**  
**THOMSON-CSF SCPI Cédex 67**  
**F-92045 Paris la Défense(FR)**

74 Mandataire: **Chaverneff, Vladimir et al**  
**THOMSON-CSF SCPI**  
**F-92045 PARIS LA DEFENSE CEDEX 67(FR)**

54 **Pièce en céramique à plusieurs propriétés améliorées, et procédé de fabrication d'une telle pièce.**

57 Le procédé consiste à cofritter une alumine à grains fins (8,9,10) avec une alumine métallisable (11,12). La pièce obtenue a des propriétés diélectriques homogènes dans sa partie utile (8,9,10) et ses parties métallisables (11,12) permettant de l'assembler très solidement avec des pièces métalliques (1,3,4,5,6).

**EP 0 373 054 A1**

## PIECE EN CERAMIQUE A PLUSIEURS PROPRIETES AMELIOREES ET PROCEDE DE FABRICATION D'UNE TELLE PIECE

La présente invention se rapporte à une pièce en céramique à plusieurs propriétés améliorées et à un procédé de fabrication d'une telle pièce.

Les ondes millimétriques et centimétriques de puissance (puissance supérieure à quelques Watts) sont utilisées en particulier dans les télécommunications et les radars, mais il existe une autre application où de fortes puissances sont nécessaires : c'est le chauffage du plasma d'un réacteur à fusion thermonucléaire. Dans une telle application des puissances supérieures à quelques mégawatts sont nécessaires.

Ces fortes puissances sont générées dans des tubes à vide (gyrotron, klystron, magnétron...). Leur principe de fonctionnement est toujours le même : un électron gagnant (ou perdant) de la vitesse absorbe (ou émet) de l'énergie électromagnétique. Il suffit donc de placer sur la trajectoire d'un faisceau d'électrons un champ magnétique et électrique de façon judicieuse pour qu'une onde électromagnétique se génère. Cette onde étant créée dans le vide, il est nécessaire de la faire passer à travers une fenêtre pour l'utiliser dans un circuit électronique.

Cette fenêtre doit être à la fois transparente aux ondes électromagnétiques et étanche aux gaz (un vide de l'ordre de  $10^{-8}$  torr doit pouvoir être tenu de façon statique pendant une dizaine d'années).

Les fenêtres utilisées actuellement sur les tubes hyperfréquence sont en alumine métallisable frittée sous charge (H.P.). Par alumine métallisable, on entend un matériau sur lequel une plaquette de métal brasée convenablement a une résistance à l'arrachement supérieure à  $300 \text{ kg/cm}^2$ . Il contient 94 à 98 % d'alumine, le reste étant le plus souvent des oxydes de Molybdène, de Manganèse ou de Silicium. Les grains de ce matériau ont souvent la particularité d'être très gros (dimensions supérieures à 10 microns).

Bien que le mécanisme réel de renforcement de l'adhésion ne soit pas encore parfaitement clair, les aluminés métallisables font partie, et c'est leur force, des matériaux présentant les valeurs les plus grandes de résistance à l'arrachement : des valeurs aussi élevées qu'une tonne par centimètre carré ont été obtenues.

Cependant, dans l'application précitée, cette alumine métallisable présente quelques inconvénients :

- Elle est biphasée, c'est-à-dire qu'elle est composée de grains d'alumine séparés les uns des autres par une phase vitreuse (non cristalline). Ces deux matériaux ont des constantes diélectriques différen-

tes, ce qui peut déformer localement les lignes de champ électrique et induire des claquages. De plus, ils ont des coefficients de dilatation différents, ce qui a pour effet, lors d'une augmentation locale de température, de générer des amorces de fissure.

- La phase vitreuse, en raison de ses mauvaises pertes diélectriques, contribue à absorber une petite partie de l'onde électromagnétique et échauffer la céramique.

- Les grains sont très gros (10 - 50  $\mu\text{m}$ ), ce qui a pour conséquence de diminuer la résistance mécanique par rapport à une céramique à grains fins (1  $\mu\text{m}$ ).

La présente invention a pour objet une pièce en céramique présentant un coefficient de dilatation et une constante diélectrique pratiquement constants dans une partie du volume de la pièce, cette pièce ayant de faibles pertes diélectriques et une très bonne résistance mécanique.

L'invention a aussi pour objet une fenêtre du type précité pouvant être métallisée tout en étant homogène et transparente aux ondes électromagnétiques, et n'apportant pratiquement pas de modifications aux lignes du champ la traversant.

L'invention a également pour objet un procédé de fabrication d'une telle pièce et d'une telle fenêtre.

La pièce conforme à l'invention comporte une céramique métallisable cofrittée avec un matériau à propriétés homogènes au niveau microscopique, ces propriétés étant des propriétés physiques, en particulier diélectriques, et/ou chimiques et/ou mécaniques.

La fenêtre conforme à l'invention comporte au moins une partie centrale en céramique à grains fins cofrittée avec des parties annulaires en céramique métallisable.

Le procédé de fabrication conforme à l'invention consiste à couler d'une part une barbotine à base de poudre céramique et d'ajouts empêchant la croissance des grains, et d'autre part à couler une autre barbotine à base de poudre céramique et d'ajouts favorisant l'adhérence des métallisations, à découper aux dimensions désirées les feuilles crues obtenues à partir de ces barbotines, à thermocoller au moins une pièce obtenue à partir de l'une des barbotines avec au moins une pièce obtenue à partir de l'autre barbotine, et à fritter l'ensemble thermocollé.

La présente invention sera mieux comprise à la lecture de la description détaillée d'un mode de réalisation pris comme exemple non limitatif et illustré par le dessin annexé sur lequel :

- la figure 1 est une vue en coupe longitudinale d'une partie de guide d'ondes comportant une fenêtre de l'art antérieur, et

- la figure 2 est une vue en coupe longitudinale d'une partie de guide d'ondes comportant une fenêtre conforme à l'invention.

L'invention est décrite ci-dessous en référence à la réalisation d'une fenêtre pour un tube générateur d'ondes hyperfréquences, mais il est bien entendu qu'elle n'est pas limitée à une telle application et qu'elle peut être mise en oeuvre dans de nombreux autres domaines où l'on a besoin de pièces en céramique présentant dans une partie de leur volume des propriétés homogènes, et dans une autre partie, en général périphérique ou superficielle, une structure métallisable.

On a représenté sur la figure 1 une partie de guide d'ondes 1, qui est par exemple la sortie d'un générateur d'ondes millimétriques ou centimétriques (non représenté) tel qu'un gyrotron, un klystron, ou un magnétron. On suppose que le guide d'ondes a une section droite circulaire.

Le guide d'ondes 1 est obturé hermétiquement par une fenêtre 2. Pour fixer la fenêtre 2, on a réalisé le guide d'ondes en deux tronçons 3,4 se terminant chacun par une collerette 5,6 respectivement. La fenêtre 2 est collée entre les deux collerettes 5,6. Cette fenêtre 2 connue est une pastille, en forme de disque épais, réalisée en une seule pièce de céramique métallisable, et présente les inconvénients cités ci-dessus.

La fenêtre 7 conforme à l'invention est représentée en figure 2. Elle est également collée entre les collerettes 5,6 des tronçons 3,4 du guide d'ondes 1.

La fenêtre 7 est en matériau composite formé de plusieurs parties. La partie centrale 8 de la fenêtre 7, réalisée en céramique à grains fins et à grand degré de pureté (par exemple 99 %) a une forme de disque épais, dont le diamètre est pratiquement égal au diamètre extérieur des collerettes 5,6.

Sur chaque face du disque 8, est disposé un disque 9,10 respectivement. Les disques 9,10 sont réalisés avec le même matériau que l'est le disque 8. Ces disques 9,10 sont coaxiaux au disque 8, mais leur diamètre est pratiquement égal au diamètre intérieur du guide 1.

Les disques 9,10 sont entourés chacun d'un anneau en céramique métallisable 11,12 respectivement. Les anneaux 11,12, sont disposés sur les deux faces du disque 8, coaxialement à celui-ci. Ces anneaux 11,12 ont sensiblement la même épaisseur que les disques 9,10. Leur diamètre intérieur est pratiquement égal au diamètre des disques 9,10, et leur diamètre extérieur pratiquement égal au diamètre extérieur des collerettes 5,6.

Les diverses parties 8 à 12 de la fenêtre 7 sont

avantageusement fabriquées, puis cofrittées selon le procédé décrit en détail ci-dessous, qui est applicable à toutes les pièces céramiques composites conformes à l'invention.

Un exemple de fabrication préféré des parties 8 à 12 est décrit ci-dessous, mais il est bien entendu que d'autres procédés de fabrication bien connus peuvent être mis en oeuvre.

Selon le présent exemple de mise en oeuvre, les différentes pièces sont formées par coulage d'une barbotine, selon le procédé bien connu de "doctor blade". La barbotine est préparée en dispersant de la poudre céramique dans un solvant organique (trichloréthylène ou alcool éthylique par exemple) à l'aide d'un défloculant (huile de Menhaden par exemple), en ajoutant un liant soluble dans ce solvant (par exemple polyvinyl butyral). Afin de conférer à la feuille crue une certaine souplesse facilitant son emploi, on additionne avantageusement un plastifiant (polyéthylène glycol par exemple).

Après coulage et évaporation du solvant, la feuille crue obtenue a toutes les propriétés requises pour être manipulée et découpée sans dommage.

Pour réaliser les parties 8,9,10 de la fenêtre 7, on coule une poudre céramique ultrapure (pureté meilleure que 99 %), par exemple de l'alumine ultrapure, additionnée de moins de 1 % environ de poids d'un ajout empêchant la croissance des grains, par exemple du MgO.

Pour réaliser les parties 11,12 de la fenêtre 7, on coule également une poudre céramique ultrapure, par exemple de l'alumine ultrapure, additionnée d'ajouts favorisant l'adhérence des métallisations, par exemple au moins un des corps suivants : silice, magnésie, oxyde de manganèse, oxyde de molybdène, oxyde de niobium, oxyde de calcium, oxyde de titane.

Après coulage chacune des deux bandes crues (qui ont l'aspect d'une matière plastique souple) est découpée de façon appropriée : la première pour les parties 8,9 et 10, et la seconde pour les parties 11 et 12. Les parties découpées sont assemblées et pressées ensemble à une pression élevée (par exemple 400 bars) et à une température d'environ 90 °C de façon à les thermocoller ensemble. La pièce thermocollée (comprenant donc les parties 8 à 12) est placée dans un four pour y être frittée. Un exemple de traitement thermique dans ce four est le suivant. On augmente la température jusqu'à 600 °C à la vitesse de 100 °C/heure environ, puis on maintient cette température de 600 °C environ pendant deux heures, puis on augmente la température jusqu'à la température de frittage, qui est généralement comprise entre 1400 et 1800 °C environ, à la vitesse de 100 °C/heure environ. Lorsque la température de

frittage appropriée est atteinte, on la maintient pendant plusieurs heures (environ entre 1 et 10 heures), et enfin on revient à la température ambiante à la vitesse d'environ - 150 ° C/heure.

Le fait de partir d'une même poudre d'alumine pour les deux mélanges de poudres des barbotines présente l'avantage d'avoir une température et une amplitude de retrait sensiblement identiques dans les différentes parties de la pièce composite (la fenêtre 7 pour le présent exemple), ce qui évite toute déformation de la pièce composite. Le traitement thermique a pour effet secondaire de faire grossir les grains de l'alumine métallisable par rapport à l'alumine de la fenêtre proprement dite (8,9,10).

Bien entendu, au lieu d'alumine on peut utiliser d'autres céramiques, par exemple le spinelle ( $Mg Al_2 O_4$ ).

On ajuste les retraits en faisant varier la composition de la céramique métallisable, la granulométrie des poudres et les conditions de frittage.

## Revendications

1. Pièce en céramique à plusieurs propriétés améliorées, caractérisée par le fait qu'elle comporte une céramique métallisable cofrittée avec un matériau à propriétés homogènes au niveau microscopique.

2. Pièce en céramique selon la revendication 1, caractérisée par le fait que lesdites propriétés sont des propriétés physiques.

3. Pièce en céramique selon la revendication 2, caractérisée par le fait que lesdites propriétés sont des propriétés diélectriques.

4. Pièce en céramique selon l'une des revendications précédentes, caractérisée par le fait que lesdites propriétés sont des propriétés chimiques.

5. Pièce en céramique selon l'une des revendications précédentes, caractérisée par le fait que lesdites propriétés sont des propriétés mécaniques.

6. Pièce en céramique servant à réaliser une fenêtre transparente aux ondes électromagnétiques et disposée de façon étanche sur un guide d'ondes, caractérisée par le fait qu'elle comporte au moins une partie centrale en céramique à grains fins cofrittée avec des parties annulaires en céramique métallisable.

7. Pièce en céramique selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait que le matériau à propriétés homogènes est une céramique à grains fins.

8. Pièce en céramique selon la revendication 7, caractérisée par le fait que la céramique à grains fins est de l'alumine.

9. Pièce en céramique selon la revendication 7, caractérisée par le fait que la céramique à grains

fins est du spinelle.

10. Pièce en céramique selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait que la céramique métallisable est de l'alumine.

11. Pièce en céramique selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, caractérisée par le fait que la céramique métallisable est du spinelle.

12. Procédé de fabrication d'une pièce en céramique comportant de la céramique métallisable, caractérisé par le fait qu'il consiste à : couler d'une part une barbotine à base de poudre céramique et d'ajouts empêchant la croissance des grains, et d'autre part à couler une autre barbotine à base de poudre céramique et d'ajouts favorisant l'adhérence des métallisations, à découper selon les dimensions désirées les feuilles crues obtenues après solidification des barbotines, à thermocoller les pièces découpées, et à les cofritter.

13. Procédé selon la revendication 12, caractérisé par le fait que les ajouts empêchant la croissance des grains comportent du MgO.

14. Procédé selon la revendication 12 ou 13, caractérisé par le fait que les ajouts favorisant l'adhérence des métallisations comportent au moins l'un des produits suivants : silice, magnésie, oxyde de manganèse, oxyde de molybdène, oxyde de niobium, oxyde de calcium, oxyde de titane.

15. Procédé selon l'une des revendications 12 à 14, caractérisé par le fait que la poudre céramique comporte de l'alumine.

16. Procédé selon l'une des revendications 12 à 15, caractérisé par le fait que la poudre céramique comporte du spinelle.

17. Procédé selon l'une des revendications 12 à 16, caractérisé par le fait que le thermocollage des pièces découpées est réalisé à une pression d'environ 400 bars et à une température d'environ 90 ° C.

18. Procédé selon l'une des revendications 12 à 17, caractérisé par le fait que le cofrittage est réalisé à une température finale comprise entre 1400 et 1800 ° C environ.

FIG. 1

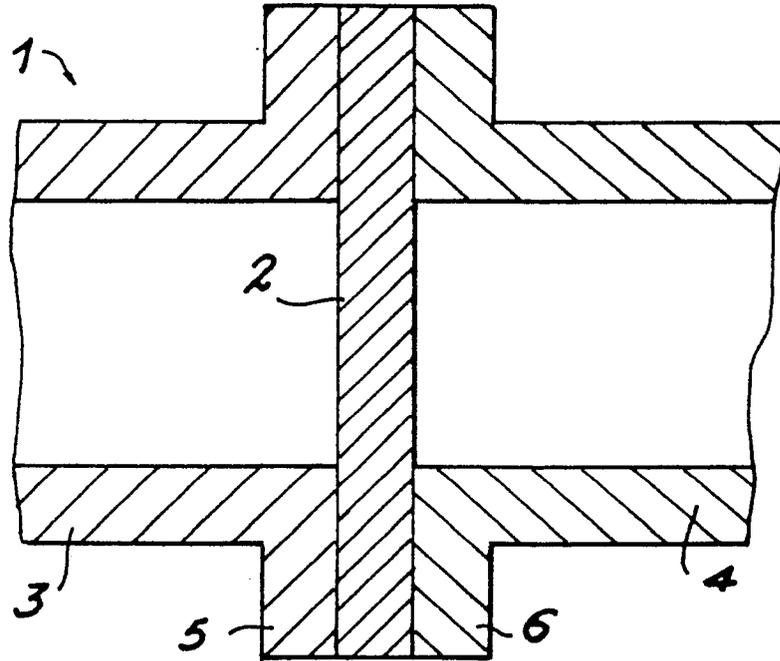
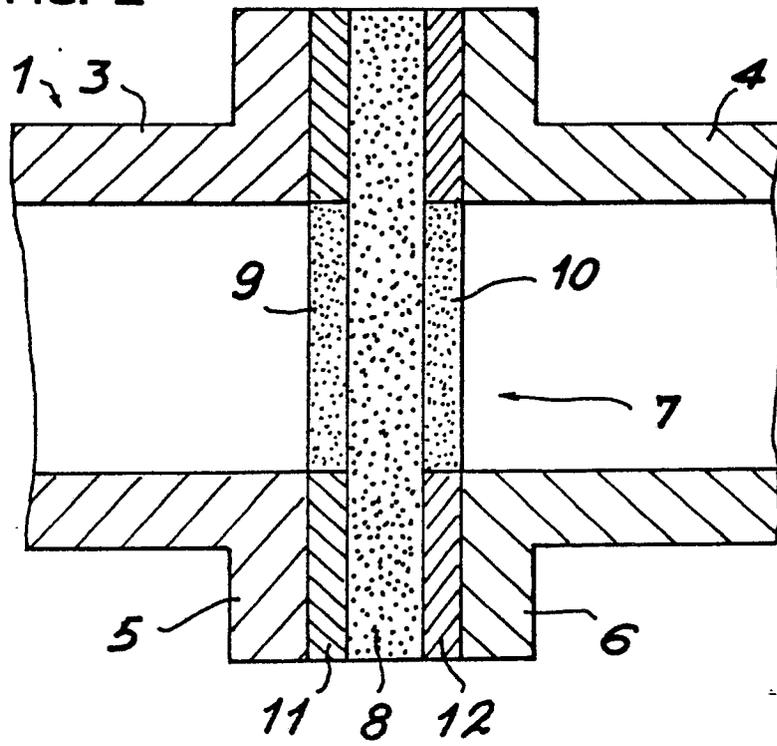


FIG. 2





Office européen  
des brevets

**RAPPORT PARTIEL  
DE RECHERCHE EUROPEENNE**

qui selon la règle 45 de la Convention sur le brevet  
européen est considéré, aux fins de la procédure ultérieure,  
comme le rapport de recherche européenne

Numéro de la demande

EP 89 40 3342

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl.4)
A	EP-A-0 248 958 (VARIAN ASSOCIATES, INC.) * Revendications 1,8,9; figure 2 *	1-5, 7,10	H 01 P 1/08 C 04 B 35/10 C 04 B 35/44 C 04 B 37/00
A	EP-A-0 153 541 (THOMSON-CSF) * Revendication 1; page 4, lignes 27-30; figures 3a,9 *	1-5, 10	
A	US-A-3 387 237 (E.J. COOK) * Figure 1; revendications 1-9; colonne 1, ligne 37 *	6-8, 10,12	
A	FR-A-1 155 795 (N.V. PHILIPS' GLOEILAMPENFABRIEKEN) * En entier *	6	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.4)
			C 04 B 35/10 C 04 B 35/44 C 04 B 37/00 C 04 B 37/02 H 01 J 5/18 H 01 P 1/08
<b>RECHERCHE INCOMPLETE</b>			
<p>La division de la recherche estime que la présente demande de brevet européen n'est pas conforme aux dispositions de la Convention sur le brevet européen au point qu'une recherche significative sur l'état de la technique ne peut être effectuée au regard d'une partie des revendications.</p> <p>Revendications ayant fait l'objet de recherches complètes: 6,8-18 Revendications ayant fait l'objet de recherches incomplètes: 1-5,7 Revendications n'ayant pas fait l'objet de recherches: Raison pour la limitation de la recherche:</p> <p>Revendications 1-5 comportent des obscurités de telle sorte qu'il est impossible d'aboutir à une conclusion raisonnable quand à la portée de l'invention, objet des revendications.</p>			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 07-03-1990	Examineur STROUD
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons	
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire		& : membre de la même famille, document correspondant	



DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl.4)
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	
A	GB-A-2 071 073 (GEC) * Page 1, lignes 14-28 * --	12,13	
A	US-A-4 720 471 (M. ANDO et al.) * Page 1, lignes 50-54 * --	1-5	
A	CERAMIC ENGINEERING AND SCIENCE PROCEEDINGS, vol. 4, no. 7/8, juillet-août 1983, pages 502-509, Columbus, Ohio, US; D.W. ROY et al.: "Polycrystalline MgAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub> spinel for high temperature windows" * Page 502 *	9,11, 16	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.4)
A	INTERNATIONAL JOURNAL OF ELECTRONICS, vol. 64, no. 1, janvier 1988, pages 37-48; R. HEIDINGER: "Ceramic materials for microwave windows" * The whole article * -----	2,3,5, 7-11	