

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

**EP 0 872 563 A1**

(12)

**DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

(43) Date de publication:

**21.10.1998 Bulletin 1998/43**

(51) Int Cl.<sup>6</sup>: **C21D 1/667**, C21D 1/613,

C23C 4/12, B05B 1/00

// F25D3/10

(21) Numéro de dépôt: **98400761.7**

(22) Date de dépôt: **31.03.1998**

(84) Etats contractants désignés:

**AT BE CH DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU MC  
NL PT SE**

Etats d'extension désignés:

**AL LT LV MK RO SI**

(30) Priorité: **28.04.1997 FR 9705230**

(71) Demandeur: **L'AIR LIQUIDE, SOCIETE ANONYME  
POUR**

**L'ETUDE ET L'EXPLOITATION DES PROCEDES  
GEORGES CLAUDE**

**75321 Paris Cédex 07 (FR)**

(72) Inventeurs:

• **Remy, Francis**

**95130 Franconville (FR)**

• **Hansz, Bernard**

**25600 Nommay (FR)**

• **Gourlaouen, Vincent**

**78800 Houille (FR)**

• **Coddet, Christian**

**90200 Giromagny (FR)**

• **Pesme, François**

**92300 Levallois-Perret (FR)**

• **Liao, Han Lin**

**90300 Cravanche (FR)**

(74) Mandataire: **Le Moenner, Gabriel**

**L'Air Liquide S.A.,**

**DSPI,**

**Service Brevets et Marques,**

**75 Quai d'Orsay**

**75321 Paris Cedex 07 (FR)**

(54) **Dispositif et procédé de traitement thermique**

(57) Dispositif de traitement thermique comportant des moyens de refroidissement comprenant des moyens de distribution délivrant au moins un fluide de refroidissement, caractérisé en ce qu'il comprend, en

outre, des moyens de protection agencés de manière à assurer le maintien d'une atmosphère gazeuse de protection sur au moins une partie desdits moyens de distribution.

**EP 0 872 563 A1**

## Description

La présente invention se rapporte notamment à un dispositif et à un procédé de traitement thermique d'un matériau et, plus particulièrement, à un dispositif et à un procédé de revêtement de surface par application d'une méthode de projection thermique avec refroidissement.

Dans le cadre de l'invention, par traitement thermique, on entend toute technique de traitement d'un matériau-substrat mettant en oeuvre un refroidissement d'au moins une partie dudit matériau-substrat, notamment: le revêtement de surface, la trempe, la nitruration, la cémentation, la projection plasma, l'oxycoupage, le coupage laser, la projection HVOF (pour High Velocity Oxy Fuel en anglais), la projection flamme.... Ces différentes techniques de traitement thermique sont connues et largement utilisées dans le domaine industriel.

Par exemple, pour réaliser des revêtements sur des matériaux, un jet de projection constitué de gaz vecteur chaud et de particules de matériau de revêtement fondues ou ramollies est dirigé sur la surface du matériau à traiter ou matériau-substrat, laquelle surface est refroidie avant et/ou après traitement par un jet d'un fluide réfrigérant, tels l'argon liquide ou le dioxyde de carbone ( $\text{CO}_2$ ).

Ainsi, la projection plasma est largement utilisée pour réaliser des revêtements sur tout type de matériau, tels les matériaux composites, par exemples les résines ou les plastiques, qu'il faut revêtir avec des couches minces de céramique ou des couches métalliques.

Cette technique est aussi utilisée pour réaliser des revêtements protecteurs dans le domaine de la mécanique, par exemple pour l'aéronautique ou l'automobile, ou dans celui de l'énergie.

La technique de projection thermique met en jeu des températures très élevées et des puissances calorifiques importantes. En effet, le jet de projection composé, en général, d'un gaz vecteur chaud et de particules de matériau de revêtement doit être à une température suffisamment élevée pour permettre de ramollir ou fondre lesdites particules de matériau de revêtement d'apport et pour, d'autre part, obtenir un traitement thermique efficace de la surface du matériau ou de la pièce devant subir le revêtement.

Ledit matériau devant subir un revêtement ou matériau-substrat subit donc un échauffement considérable dû, d'une part, à la quantité de chaleur apportée directement par les gaz chauds, et d'autre part, par les particules de revêtement au moins partiellement fondues qui, lors de leur entrée en contact avec le matériau-substrat, transfèrent à ce dernier une quantité de chaleur importante en un temps très court. Classiquement, le matériau-substrat subit un réchauffement de plusieurs centaines de degrés et un équilibre thermique s'établit, d'une part, par échange thermique avec l'atmosphère ambiante et, d'autre part, par diffusion de la chaleur au travers dudit matériau-substrat et de la couche de revêtement.

Il a été observé que l'adhésion, c'est-à-dire l'accrochage de la couche de revêtement sur le matériau-substrat, est favorisée avec la température. En d'autres termes, plus la température est élevée, plus l'ancrage mécanique et les réactions chimiques s'établissant entre la couche de revêtement et le matériau-substrat évoluent dans un sens favorable et entraînent, de fait, une hyper-trempe plus efficace.

Ceci peut s'expliquer notamment par une meilleure mouillabilité des particules de revêtement en fusion et donc d'un meilleur étalement ou écrasement de celles-ci sur le matériau-substrat.

Cependant, il est également nécessaire de considérer les propriétés microscopiques non seulement de la couche de revêtement, mais aussi du matériau-substrat.

En effet, lors de l'empilement successif de plusieurs couches de revêtement ou stratifications, il apparaît des tensions internes dans ledit revêtement, lesquelles sont d'autant plus importantes que la conductivité thermique du matériau de revêtement déposé est faible ou que l'épaisseur du matériau déposé à chaque passage est importante.

Un tel phénomène a notamment été observé lors de la projection de particules de type céramique, où on a constaté l'apparition de fissures, voire même dans certains cas une délamination du revêtement, due à un écart de température trop important entre, d'une part, le matériau-substrat et la couche de revêtement, et, d'autre part, au sein même de la couche de revêtement céramique.

De manière analogue, lors du refroidissement, si la différence de coefficient d'expansion thermique ( $\alpha$ ) entre le matériau-substrat et le matériau de revêtement devient trop importante, il apparaît des contraintes résiduelles à l'interface entre le matériau-substrat et le matériau de revêtement, lesquelles contraintes sont à l'origine de phénomènes de décohésion ou de délamination.

Ceci a été observé, notamment, lors de la projection de matériau de type céramique sur des métaux, tel l'aluminium, où on a constaté que la couche de céramique ( $\alpha = 8.10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ) ne peut adhérer sur une pièce en aluminium ( $\alpha = 22.10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ) si la température du support dépasse quelques centaines de degrés.

De là, il résulte que l'épaisseur du revêtement ne peut, dans certains cas, excéder quelques dixièmes de millimètre, ce qui limite grandement les applications industrielles possibles.

En effet, lorsque la couche de revêtement est destinée à jouer le rôle de barrière thermique, c'est-à-dire d'isolant thermique, celle-ci doit, dans certains cas, avoir une épaisseur bien au-delà du millimètre ce qui n'est, dès lors, pas réalisable.

On comprend donc que les propriétés du matériau-substrat devant subir un revêtement entrent également en ligne de considération, en particulier, le coefficient d'expansion thermique et la conductivité thermique, la-

quelle reflète l'aptitude du matériau à évacuer les calories.

Afin de pallier les problèmes précités, il est d'usage de coupler l'opération de traitement thermique du matériau, tel le dépôt d'une couche de revêtement, à un refroidissement du matériau-substrat préalablement et/ou postérieurement au traitement de celui-ci, c'est-à-dire, par exemple, à la projection sur la surface de celui-ci dudit jet comprenant le gaz vecteur chaud et les particules de matériau de revêtement au moins partiellement fondues.

La mise en oeuvre d'un refroidissement additionnel permet, en outre, d'appliquer la technique de projection thermique au revêtement de matériaux-substrats dits "sensibles", sur lesquels la température peut avoir une influence néfaste, tels les matériaux organiques ou composites, le papier ou le bois, ou les métaux à bas point de fusion, tels l'aluminium ou le cuivre.

En d'autres termes, un des buts du refroidissement additionnel est de permettre, par trempe, une évacuation efficace des calories et, dans tous les cas, plus rapide qu'en laissant la pièce à traiter refroidir d'elle-même, en dehors du jet de gaz chaud.

D'autre part, un refroidissement additionnel permet l'établissement d'un gradient de température beaucoup moins élevé entre la couche de revêtement et le matériau-substrat, ce qui améliore grandement la tenue du revêtement.

Par ailleurs, la mise en oeuvre d'un refroidissement efficace permet également de réduire considérablement le temps de projection et donc les coûts, étant donné qu'il n'est plus nécessaire de laisser le temps aux pièces traitées de refroidir par elles-mêmes; il a été possible, dans certains cas, de diviser le temps de projection d'un facteur 10.

Il existe actuellement plusieurs techniques de refroidissement mettant en oeuvre des fluides de refroidissement de natures différentes selon l'efficacité du refroidissement désiré, laquelle est, comme nous l'avons vu ci-avant, fonction des propriétés intrinsèques du couple matériau-substrat/couche de revêtement.

Toutefois, il convient, dans tous les cas, de veiller à ce que le jet d'air de refroidissement perturbe le moins possible le jet chaud, c'est-à-dire le mélange comportant un ou plusieurs gaz chauds et, en général, des particules en fusion ou ramollies, afin d'éviter un refroidissement de celui-ci, une oxydation des particules de revêtement en fusion, une contamination de la couche de revêtement...

Cependant, comme nous l'avons vu précédemment, la température du matériau-substrat est un paramètre critique étant donné que si sa température dépasse une certaine valeur, on peut assister à une dégradation irréversible dudit matériau-substrat.

Ainsi, lorsque l'on souhaite obtenir un refroidissement peu important, c'est-à-dire conduisant au maintien de la pièce à traiter à une température comprise dans la gamme de 150°C à environ 600°C, et qui soit, de plus,

facile à mettre en oeuvre et bon marché, on peut utiliser comme fluide de refroidissement de l'air comprimé.

A l'inverse, l'air comprimé n'est pas adapté si l'on désire une bonne efficacité de refroidissement.

Une alternative consiste alors à utiliser comme fluide de refroidissement, un fluide réfrigérant, tel l'argon ou le dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub>).

En effet, l'argon liquide utilisé comme fluide de refroidissement permet de maintenir la température du matériau-substrat et/ou de la couche de revêtement à une température comprise généralement entre 0 et 150°C, cette température dépendant essentiellement de la pression d'argon liquide et du débit d'argon gazeux mis en oeuvre, lesquels assurent l'atomisation du flux d'argon liquide en fines gouttelettes de diamètre variable. Une telle efficacité de refroidissement permet le dépôt de couche de revêtement de forte épaisseur, par exemple de l'ordre de 3 mm.

Toutefois, l'utilisation d'argon liquide comme fluide de refroidissement engendre une augmentation des coûts de production et la mise en place d'un équipement plus onéreux. De là, l'utilisation à l'échelle industrielle de l'argon, en tant que fluide de refroidissement, est généralement limitée au traitement thermique de pièces à haute valeur ajoutée.

Outre l'argon, il est également possible d'utiliser du dioxyde de carbone comme fluide de refroidissement.

L'emploi de CO<sub>2</sub> est très avantageux car, d'une part, il permet d'obtenir des performances similaires d'avec l'argon, étant donné que la température du matériau-substrat peut être maintenue à des valeurs de l'ordre de la température ambiante et, d'autre part, son coût est nettement moindre que celui de l'argon. Un tel refroidissement par CO<sub>2</sub> peut donc être appliqué au traitement thermique de toutes sortes de pièces, quelque soit leur valeur ajoutée. A titre d'exemple, on peut citer le dépôt de couche de revêtement de silice, dioxyde de titane ou molybdène, d'une épaisseur de 1 à 1,5 mm, sur une pièce en acier ou encore le dépôt d'une couche d'environ 3 mm de zircone devant jouer le rôle de barrière thermique sur une pièce en un alliage d'aluminium.

En outre, le refroidissement par CO<sub>2</sub> est également bien adapté à l'obtention de dépôt de revêtement de faible épaisseur sur des matériaux-substrats à haut coefficient d'expansion, tels les alliages d'aluminium. Par trempe dans un liquide cryogénique, il est alors possible de séparer le revêtement du matériau support.

De même, lors de la mise en oeuvre d'un procédé de traitement thermique par projection HVOF, un refroidissement par CO<sub>2</sub> permet, notamment, le dépôt de couche de revêtement de carbure de tungstène/cobalt sur un matériau-support en évitant la formation de carbure néfaste pour les propriétés recherchées, à savoir notamment la résistance à l'usure.

Ce refroidissement par CO<sub>2</sub> permet aussi le dépôt de couche de chrome/nickel sur des pièces en aluminium, ce qui n'est pas réalisable à l'aide d'air comprimé, étant donné que la différence de coefficient de dilatation

entre la couche de revêtement chrome/nickel et la pièce en aluminium impose de maintenir la température en dessous de 80°C.

En outre, l'utilisation du refroidissement par CO<sub>2</sub> permet d'éviter une forte oxydation du cuivre, lorsque celui-ci est utilisé en tant que matériau de revêtement pour réaliser une couche de revêtement épaisse, c'est-à-dire de l'ordre de 2 mm.

Dans certains cas, il est également possible d'utiliser comme fluide de refroidissement de l'azote liquide.

De nombreux procédés et dispositifs de traitement de surface par projection thermique ont déjà été décrits dans l'art antérieur et on peut citer à titre d'exemple les documents: EP-A-0124432, US-A-3,744,262, FR-A-2,347,111, EP-A-0546359 ou encore Research Disclosure, janvier 1997, p.30 N° 39329.

Ces différents procédés ou dispositifs sont très similaires les uns des autres. De façon schématique, un fluide réfrigérant, en général du dioxyde de carbone liquide, est apporté jusqu'à des moyens de distribution délivrant ledit fluide, en général, une ou plusieurs buses, au sein desquelles, le dioxyde de carbone liquide subit une expansion et donne naissance à un mélange diphasique constitué de gaz carbonique et de neige carbonique.

Afin d'obtenir un jet laminaire, la buse se présente, en général, sous forme d'un tube de géométrie bien déterminée: dimension, forme...

Parfois, au lieu d'utiliser du dioxyde de carbone à l'état liquide, il a été décrit d'utiliser le dioxyde de carbone à l'état gazeux uniquement. Toutefois, ceci nécessite d'une part, la mise en oeuvre de pression élevée, c'est-à-dire d'au moins 45 bars et, d'autre part, de disposer d'un système de chauffage permettant de maintenir la température de stockage du dioxyde de carbone, de préférence, au-dessus de 30°C. Dans ce cas, la détente du dioxyde de carbone gazeux en un mélange gaz et neige carbonique est effectué au travers d'une buse dont l'extrémité au moins est de forme aplatie.

Si la mise en oeuvre d'un refroidissement au moyen d'un fluide réfrigérant, tel le CO<sub>2</sub>, dans un procédé de traitement thermique présente un certain nombre d'avantages, il convient néanmoins de veiller à ce que:

- le jet réfrigérant sortant des buses entre en contact intime avec le matériau-substrat;
- le débit et la forme du jet réfrigérant soient stables et réguliers dans le temps afin d'éviter les pulsations, c'est-à-dire une distribution par à-coups, dont l'une des causes est la condensation de la vapeur d'eau atmosphérique sur les buses;
- la perturbation occasionnée par le jet de fluide réfrigérant sur le jet constitué essentiellement de gaz chaud et, selon le cas, de particules en fusion soit minimale;
- les différents débits soient adaptés en fonction de la position des buses délivrant le fluide réfrigérant par rapport à celle des buses ou torches de projec-

tion thermique;

- la forme plutôt aplatie ou plutôt cylindrique de la buse délivrant le fluide réfrigérant soit adaptée au cas d'espèce.

Il existe pourtant encore un certain nombre de problèmes se posant dans ce domaine et n'ayant à ce jour, pas été résolus.

Parmi ceux-ci, le plus important, est celui de la condensation de la vapeur d'eau présente dans l'air atmosphérique s'opérant sur la ou les buses distribuant le liquide réfrigérant et engendrant un givrage de celles-ci.

Ce givrage des buses est très néfaste car il provoque, en général, la formation d'un bouchon qui rend le jet de fluide réfrigérant, tel le CO<sub>2</sub>, instable et turbulent, ce qui aboutit, d'une part, à un refroidissement incorrect et peu efficace du matériau-substrat et/ou de la couche de revêtement et, d'autre part, peut occasionner une perturbation néfaste du jet de projection thermique.

Actuellement, la glace formée par condensation de la vapeur d'eau de l'atmosphère est éliminée, de manière très sommaire, par exemple en approchant la buse couverte de givre d'une source de chaleur extérieure, ce qui implique un arrêt de la chaîne de production et conduit donc à une perte de temps et de productivité, donc à une augmentation inacceptable des coûts de production.

Le but de la présente invention est donc de résoudre ce problème de givrage des buses délivrant un fluide réfrigérant, tel le CO<sub>2</sub>, et donc, par la même, d'améliorer les dispositifs et les procédés de traitement thermique existant, en évitant la condensation de l'humidité ambiante à la sortie, c'est-à-dire à l'extrémité de distribution, de la buse où le fluide réfrigérant se détend en un mélange gaz/solide, en provoquant un refroidissement de la buse, favorable à ladite condensation de l'humidité ambiante.

La présente invention concerne alors un dispositif de traitement thermique comportant des moyens de refroidissement comprenant des moyens de distribution délivrant au moins un fluide de refroidissement,

caractérisé en ce qu'il comprend, en outre, des moyens de protection agencés de manière à assurer le maintien d'une atmosphère gazeuse de protection sur au moins une partie desdits moyens de distribution.

De préférence, les moyens de protection sont reliés à des moyens d'alimentation en au moins un flux gazeux de protection.

Plus particulièrement, l'invention a trait à un dispositif comportant :

- des moyens de projection délivrant au moins un jet contenant au moins un gaz vecteur chaud, et
- des moyens de refroidissement comprenant des moyens de distribution délivrant au moins un fluide de refroidissement,

caractérisé en ce qu'il comprend, en outre, des

moyens de protection reliés à des moyens d'alimentation en au moins un flux gazeux de protection, lesdits moyens de protection étant agencés de manière à assurer le maintien d'une atmosphère gazeuse de protection sur au moins une partie desdits moyens de distribution.

Selon le cas le dispositif pourra comprendre en outre l'une ou plusieurs des caractéristiques suivantes:

- les moyens de distribution sont une ou plusieurs buses de distribution,
- lesdits moyens de protection comportent un manchon entourant, au moins partiellement, la ou les buses de distribution,
- ledit manchon est fixé par une extrémité proximale auxdits moyens de distribution et, de préférence, en amont de la buse,
- ledit manchon comporte une extrémité distale libre et, de préférence, présentant un rétrécissement,
- ledit manchon comporte une extrémité distale obturée partiellement par un moyen d'obturation,
- ledit manchon comporte au moins un orifice par lequel est introduit le flux gazeux de protection acheminé par les moyens d'alimentation,
- la buse de distribution comporte une extrémité de section circulaire ou ovale, ou de section aplatie.

La présente invention concerne également un procédé de traitement thermique, dans lequel on traite un matériau au moyen d'un dispositif selon l'invention, de préférence, le traitement thermique est un revêtement de surface, c'est-à-dire l'application d'une ou plusieurs couches d'un ou plusieurs matériaux de revêtement sur au moins une partie de la surface d'un matériau-substrat ou d'une pièce.

L'invention concerne, en outre, un procédé de traitement thermique d'un matériau dans lequel:

- on effectue une projection, sur au moins une partie de la surface dudit matériau, d'au moins un jet contenant au moins un gaz vecteur chaud,
- on refroidit au moins une partie dudit matériau au moyen d'au moins une buse de distribution délivrant un fluide réfrigérant,
- on maintient au moins une partie de la buse de distribution sous une atmosphère gazeuse de protection au moyen d'au moins un gaz de protection.

Selon le cas le procédé pourra comprendre, en outre, l'une ou plusieurs des caractéristiques suivantes:

- on maintient la buse de distribution sous une atmosphère gazeuse de protection en soumettant ladite buse à un balayage par ledit flux gazeux de protection.

Ce flux gazeux de protection peut, notamment, être généré par le CO<sub>2</sub> servant au refroidissement, en utili-

sant en sortie de buse un système permettant de maintenir, par dépression, une atmosphère gazeuse de protection autour de la buse de refroidissement, laquelle atmosphère est constituée de CO<sub>2</sub> gazeux obtenu par détente du fluide réfrigérant.

- le jet chaud de projection comporte, en outre, des particules d'un matériau en fusion au moins partielle ou ramollies, c'est-à-dire sous une forme "pâteuse", et, de préférence, d'un matériau choisi dans le groupe formé par les métaux, les alliages de métaux, les céramiques, les plastiques ou polymères, la silice et les oxydes métalliques,
- le fluide réfrigérant est choisi parmi l'azote, le dioxyde de carbone, l'argon et les mélanges les contenant,
- le balayage est effectué au moyen d'au moins un gaz sec et, de préférence, un gaz choisi dans le groupe formé par l'air sec, l'azote, l'hélium, l'argon et les mélanges les contenant. De manière générale, conviennent également les gaz ou mélanges gazeux permettant de modifier la mouillabilité des particules en fusion ou du refroidissement vis-à-vis du matériau-substrat,
- l'atmosphère gazeuse de protection est, dans le manchon, à une pression supérieure, à 0,9.10<sup>5</sup> Pa, de préférence, supérieure ou égale à 10<sup>5</sup> Pa, avantageusement comprise dans la gamme 1,1.10<sup>5</sup> Pa à 3.10<sup>5</sup> Pa, avantageusement encore dans la gamme 1,1.10<sup>5</sup> Pa à 2.10<sup>5</sup> Pa,
- le débit du flux gazeux de protection est fonction de la géométrie, en particulier du diamètre, de la buse. Ainsi, pour une buse de 0,5 mm à 30 mm de diamètre, le débit du flux de protection est compris, de préférence, dans la gamme 5 l/min à 30 l/min et pour une buse de 1 mm à 10 mm de diamètre, dans la gamme 8 l/min à 25 l/min.

De préférence, le procédé selon l'invention est un procédé de revêtement de surface.

L'invention concerne, en outre, un manchon de protection susceptible d'être utilisé pour mettre en oeuvre un procédé de traitement thermique.

Le dispositif ou le procédé selon l'invention peuvent être utilisés dans un procédé de fabrication d'une pièce en un matériau choisi par les métaux, les alliages de métaux, les polymères ou plastiques, les matériaux organiques et minéraux, par exemple une pièce de chambre de combustion ou une prothèse médicale.

L'invention concerne également une pièce susceptible d'être fabriquée par un procédé mettant en oeuvre au moins une étape de traitement thermique au moyen d'un dispositif ou d'un procédé selon l'invention.

Comme il ressort de ce qui précède, la Demanderesse a mis en évidence, de façon surprenante, qu'il était possible d'éliminer la présence d'humidité atmosphérique résiduelle autour de la sortie de la buse, et donc la condensation de ladite humidité au contact de

ladite buse, en protégeant la partie de la buse où s'opère cette condensation par la mise en oeuvre d'une protection gazeuse, dont les débit et pression sont adaptés pour éviter à l'air ambiant de venir en contact avec ladite partie froide de la buse.

Bien que dans le cas présent, la protection gazeuse soit constituée d'azote ou d'air sec, tout gaz ou mélange de gaz ayant un point de rosée suffisamment bas pour ne pas engendrer de givrage est susceptible d'être utilisé en tant que tel.

La présente invention pourra être appliquée dans tous les domaines où un refroidissement au moyen d'un fluide réfrigérant, tel le CO<sub>2</sub>, est nécessaire.

L'invention va maintenant être décrite plus en détails, à l'aide de modes de réalisation donnés à titre illustratif, mais nullement limitatif, en références aux figures annexées, où:

- la figure 1 représente, de façon schématique, une vue en coupe longitudinale d'un premier mode de réalisation d'un dispositif selon l'invention;
- la figure 2 représente, de façon schématique, une vue en coupe longitudinale d'un deuxième mode de réalisation d'un dispositif selon l'invention;
- la figure 3 représente une vue de dessus du dispositif représenté sur la figure 2;
- et la figure 4 est analogue à la figure 3 à l'exception du fait que le dispositif représenté est cette fois muni d'une buse à section sensiblement circulaire.

Les buses de refroidissement utilisables dans un procédé de traitement thermique et représentées sur les figures 1 à 4 sont des buses couramment accessibles dans le commerce que l'on peut se procurer auprès de sociétés spécialisées dans la commercialisation de ce type de produits, telles les sociétés AGEFKO ou SPRAYING SYSTEM.

Sur la figure 1, est représentée une buse 3 de distribution de dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub> liquide) acheminé depuis un lieu de stockage en CO<sub>2</sub> liquide, non représenté, jusqu'à ladite buse 3 au moyen, notamment, d'une canalisation ou tube creux 1, dans le sens représenté par la flèche F.

La buse 3 comporte une partie 4 ou extrémité aval dont la section est de forme sensiblement cylindrique ou ovale et une partie 4' ou extrémité amont reliée à l'extrémité aval 1' de la canalisation 1 par l'intermédiaire de moyens de connexion 2, par exemple par vissage.

Afin d'éviter le givrage de la buse 3 par dépôt de l'humidité ambiante sur cette buse 3 où s'effectue la détente du CO<sub>2</sub> liquide, une pièce de révolution 5 ayant sensiblement la forme d'un manchon est aménagée autour de ladite buse 3; ce manchon 5 a été partiellement représenté sur la figure 1 (coupe longitudinale).

Plus précisément, ce manchon 5, formé d'une ou plusieurs pièces, est fixé par son extrémité proximale 5a par des moyens de fixation 7 sur le corps du tube 1 à proximité de son extrémité 1' et en amont de celle-ci.

De préférence, les moyens de fixation 7 permettent également de conférer une étanchéité, en empêchant une entrée nuisible d'air atmosphérique au niveau de la connexion de l'extrémité proximale 5a sur le tube 1.

L'autre extrémité du manchon 5 ou extrémité distale 5b est libre et comporte une pièce ou partie 12 avançant vers l'extrémité 4 de la buse 3 et permettant de gainer le gaz de protection autour de ladite extrémité 4 de la buse 3, ce qui empêche l'humidité ambiante de s'y déposer et d'y provoquer un givrage.

La pièce 12 peut être une pièce rapportée et fixée sur l'extrémité 5b, par exemple par vissage, ou faire partie intégrante de l'extrémité 5b, c'est-à-dire que l'extrémité 5b et la pièce 12 sont d'un seul tenant.

Le manchon 5 forme donc une sorte de corolle protectrice entourant la buse 3, et permet de maintenir cette dernière sous une atmosphère protectrice gazeuse.

Dans ce manchon 5 sont aménagés une ou plusieurs perforations ou orifices 18 permettant d'introduire un gaz sec de protection, par exemple de l'azote ou de l'air sec, à l'intérieur du manchon 5, de sorte de créer un balayage gazeux et/ou une atmosphère protectrice gazeuse au voisinage 15 de la buse 3 ou de la partie de buse 3 située à l'intérieur 15 du manchon protecteur 5.

Ici, trois orifices 18 ont été aménagés sur le manchon 5 de sorte d'être équidistants les uns des autres; toutefois ce nombre de perforations 18 et cet agencement desdites perforations sur le manchon 5 ne sont nullement limitatifs.

Le gaz sec de protection est amené depuis un lieu de stockage ou de production, via des moyens d'acheminement 6, telles des canalisations, jusqu'aux orifices 18, de sorte de traverser lesdits orifices 18 dans le sens indiqué par la flèche F'.

De préférence, des moyens de connexion 17 permettent la fixation de ladite canalisation 6 sur le manchon 5 en regard des perforations 18; des moyens d'étanchéité 16, tel un joint torique, assurent l'étanchéité de cette connexion en empêchant des entrées parasites d'air atmosphérique chargé en humidité au niveau de ladite connexion.

La figure 2 est analogue à la figure 1 et, de là, les parties communes, identiques ou similaires, ne seront pas redétaillées ci-après.

Cependant, la figure 2 comporte deux différences majeures d'avec la figure 1, à savoir, d'une part, que la buse 3 comporte une extrémité aval 4 de section plate ou aplatie, alors que dans le cas de la figure 1, l'extrémité aval 4 ou orifice de sortie de la buse 3 était de section sensiblement circulaire.

D'autre part, la pièce 12 de la figure 1 a été remplacée par une pièce 12' de forme plane ou plaque 12', au sein de laquelle est aménagé un orifice 13 (voir figure 3 et figure 4), dans lequel vient se loger l'extrémité aval 4 de la buse 3. Une telle plaque 12' constitue une barrière mécanique permettant de limiter les entrées d'air atmosphérique à l'intérieur 15 du manchon 5. Toutefois, il faut veiller à conserver au moins un passage 14a, 14b,

14c et 14d destiné à permettre la création d'un flux gazeux de balayage autour de l'extrémité 4 de la buse 3 et/ou à évacuer l'excès de gaz sec de protection contenu à l'intérieur 15 du manchon 5.

En effet, le balayage gazeux réalisé à l'aide du gaz sec, par exemple de l'azote ou de l'air sec, sur l'extrémité 4 de la buse 3 crée un flux de gaz qui est évacué par le ou les orifices 14a, 14b, 14c et 14d sans perturbation de la distribution de fluide réfrigérant, tel le CO<sub>2</sub>, par la buse 3 et empêche l'air atmosphérique de pénétrer à l'intérieur 15 du manchon 5 et de se déposer sur la partie 4 de la buse 3 en y provoquant un givrage.

La plaque 12' est, dans ce cas, maintenue sur l'extrémité 5b du manchon 5 par des moyens de maintien 12" par vissage.

La figure 3 représente une vue schématique de dessus de l'extrémité aval 4 de la buse 3 représentée sur la figure 2. Plus précisément, on voit le manchon 5 entourant la buse 3 dont l'extrémité aval 4 est de forme aplatie. La plaque 12' est fixée par les moyens de maintien 12" au manchon 5 et/ou à l'extrémité 4 de la buse 3 et comporte une perforation 13, dans laquelle vient s'insérer ladite extrémité 4 de la buse 3. Le gaz sec de protection contenu à l'intérieur du manchon 5 est évacué par les orifices 14a, 14b, 14c et 14d en empêchant ainsi l'air atmosphérique de pénétrer à l'intérieur dudit manchon 5.

Il va de soi que l'agencement, en particulier la pièce 12, représenté sur la figure 1 n'est pas limité aux buses à section sensiblement circulaire et qu'il peut être adapté également aux buses à section plate, telle celle représentée sur la figure 2. De même, l'agencement constitué par la plaque 12' de la figure 2 n'est pas limitée aux buses à section plate, mais peut être adapté aux buses à section circulaire, telle celle représentée sur la figure 1, moyennant une adaptation à la portée de l'homme de l'art. D'ailleurs, ceci apparaît clairement sur la figure 4, laquelle est en tout point analogue à la figure 3, à l'exception du fait que la buse représentée a, cette fois, non pas une section plate, mais une section sensiblement circulaire 4, telle celle de la buse 3 représentée sur la figure 1.

Les deux types de buses, à savoir les buses ayant une extrémité de forme circulaire et celles à extrémité aplatie, permettent d'obtenir des jets de liquide réfrigérant de formes différentes et servent donc à des applications différentes.

Afin de vérifier l'efficacité du dispositif de l'invention pour les deux modes de réalisation représentés respectivement sur les figures 1 et 2, des essais expérimentaux ont été réalisés et sont consignés dans les exemples ci-après.

#### Exemple 1

Un dispositif de traitement thermique muni d'une buse de refroidissement à jet rond (extrémité circulaire) et délivrant un fluide réfrigérant de type CO<sub>2</sub> a été mis

en oeuvre.

La buse est équipée à son extrémité aval d'un manchon protecteur au sein duquel est introduit un gaz de protection, de sorte de créer un balayage sur la partie aval de la buse de projection de dioxyde de carbone.

Dans cet exemple, le gaz de protection utilisé est de l'air comprimé industriel, lequel est préalablement filtré pour en éliminer principalement l'humidité, mais aussi la graisse issue de la compression.

Pendant le temps de fonctionnement de la buse, c'est-à-dire pendant 5 à 10 minutes, un balayage de ladite buse est effectué au moyen de l'air sec comprimé et filtré.

Ce dispositif donne entière satisfaction au début, c'est-à-dire que pendant les 5 à 10 premières minutes aucun givrage de l'extrémité aval de la buse n'est observé. Cependant, au bout de ce temps, une légère condensation sur l'extrémité aval de la buse apparaît de par une saturation en humidité du filtre utilisé pour épurer l'air comprimé servant de gaz de protection.

En d'autres termes, la légère condensation, ou givrage, observée est due non pas au dispositif de la présente invention, mais à l'incapacité du filtre mis en oeuvre à assurer pleinement son rôle.

#### Exemple 2

Cet exemple 2 est en tout point analogue à l'exemple 1, à l'exception du fait que dans ce cas, le gaz de protection utilisé n'est pas de l'air sec comprimé, mais de l'azote gazeux, lequel est, d'une part, plus facile à manipuler et, d'autre part, ne nécessite pas de filtrage.

De l'azote de deux qualités différentes a été utilisé, à savoir de l'azote N45 et de l'azote standard N25. L'azote N45 a des teneurs maximales en eau et en oxygène de l'ordre de 5 ppm (partie par million en volume) alors que l'azote N25 standard a une teneur maximale en eau de l'ordre de 40 ppm et sa teneur en oxygène est variable.

Dans cet exemple 2, lors de la mise en oeuvre de l'installation, aucun givrage n'est observé sur la buse de distribution de CO<sub>2</sub>.

De là, l'azote standard N25 ou l'azote N45 peuvent être utilisés efficacement en vue de constituer un gaz de protection contre le givrage des buses distribuant un fluide réfrigérant, tel le CO<sub>2</sub>, utilisé dans des procédés de traitement thermique.

Par ailleurs, cet exemple 2 confirme que la légère condensation apparue sur la buse à l'exemple 1 est bien le résultat d'une saturation du filtre en humidité.

Dans les exemples 1 et 2 précédents, le gaz de protection est délivré à un débit de l'ordre de 15 l/min et à une pression d'environ 1,2.10<sup>5</sup> Pa.

#### Revendications

1. Dispositif de traitement thermique comportant des

- moyens de refroidissement (1, 2, 3, 4, 4') comprenant des moyens de distribution (3, 4, 4') délivrant au moins un fluide de refroidissement, caractérisé en ce qu'il comprend, en outre, des moyens de protection (5, 5a, 5b, 12, 12') agencés de manière à assurer le maintien d'une atmosphère gazeuse de protection sur au moins une partie desdits moyens de distribution (3, 4, 4').
2. Dispositif selon la revendication 1, caractérisé en ce que les moyens de protection (5, 5a, 5b, 12, 12') sont reliés à des moyens d'alimentation (6, 16, 17) en au moins un flux gazeux de protection.
3. Dispositif comportant :
- des moyens de projection délivrant au moins un jet contenant au moins un gaz vecteur chaud, et
  - des moyens de refroidissement (1, 2, 3, 4, 4') comprenant des moyens de distribution (3, 4, 4') délivrant au moins un fluide de refroidissement,
- caractérisé en ce qu'il comprend, en outre, des moyens de protection (5, 5a, 5b, 12, 12') reliés à des moyens d'alimentation (6, 16, 17) en au moins un flux gazeux de protection, lesdits moyens de protection (5, 5a, 5b, 12, 12') étant agencés de manière à assurer le maintien d'une atmosphère gazeuse de protection sur au moins une partie desdits moyens de distribution (3, 4, 4').
4. Dispositif selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que les moyens de distribution (3, 4, 4') sont une ou plusieurs buses (3) de distribution.
5. Dispositif selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que lesdits moyens de protection (5, 5a, 5b, 12, 12') comportent un manchon (5) entourant, au moins partiellement, la ou les buses (3) de distribution.
6. Dispositif selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que ledit manchon (5) est fixé par une extrémité proximale (5a) auxdits moyens de distribution (3, 4, 4') et, de préférence, en amont de la buse (3).
7. Dispositif selon l'une des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que ledit manchon (5) comporte une extrémité distale (5b) libre et, de préférence, présentant un rétrécissement (12).
8. Dispositif selon l'une des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que ledit manchon (5) comporte une extrémité distale (5b) obturée partiellement par un moyen d'obturation (12, 12').
9. Dispositif selon l'une des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que ledit manchon (5) comporte au moins un orifice (3) par lequel est introduit le flux gazeux de protection acheminé par les moyens d'alimentation (6, 16, 17).
10. Procédé de traitement thermique d'un matériau, dans lequel :
- on effectue une projection, sur au moins une partie de la surface dudit matériau, d'au moins un jet contenant au moins un gaz vecteur chaud,
  - on refroidit au moins une partie dudit matériau au moyen d'au moins une buse de distribution délivrant un fluide réfrigérant,
  - on maintient au moins une partie de la buse de distribution sous une atmosphère gazeuse de protection au moyen d'au moins un gaz de protection.
11. Procédé selon la revendication 10, caractérisé en ce qu'on maintient la buse de distribution sous une atmosphère gazeuse de protection en soumettant ladite buse à un balayage par ledit flux gazeux de protection.
12. Procédé selon l'une des revendications 10 ou 11, caractérisé en ce que le jet de projection comporte, en outre, des particules d'un matériau en fusion au moins partielle ou ramollies et, de préférence, d'un matériau choisi dans le groupe formé par les métaux, les alliages de métaux, les céramiques, les plastiques, la silice et les oxydes métalliques.
13. Procédé selon l'une des revendications 10 à 13, caractérisé en ce que le balayage est effectué au moyen d'au moins un gaz sec et, de préférence, un gaz choisi dans le groupe formé par l'air sec, l'azote, l'hélium, l'argon et des mélanges les contenant.
14. Procédé de revêtement de surface mettant en oeuvre un dispositif selon l'une des revendications 1 à 9 ou un procédé selon l'une des revendications 1 à 13.
15. Manchon de protection susceptible d'équiper un dispositif selon l'une des revendications 1 à 9 ou d'être utilisé pour mettre en oeuvre un procédé selon l'une des revendications 10 à 14.
16. Utilisation du dispositif selon l'une des revendications 1 à 9 dans un procédé de traitement thermique d'une pièce en un matériau choisi parmi les métaux, les alliages de métaux, les polymères, les matériaux organiques et minéraux.
17. Pièce susceptible d'être fabriquée par un procédé



mettant en oeuvre un dispositif selon l'une des revendications 1 à 9.

5

10

15

20

25

30

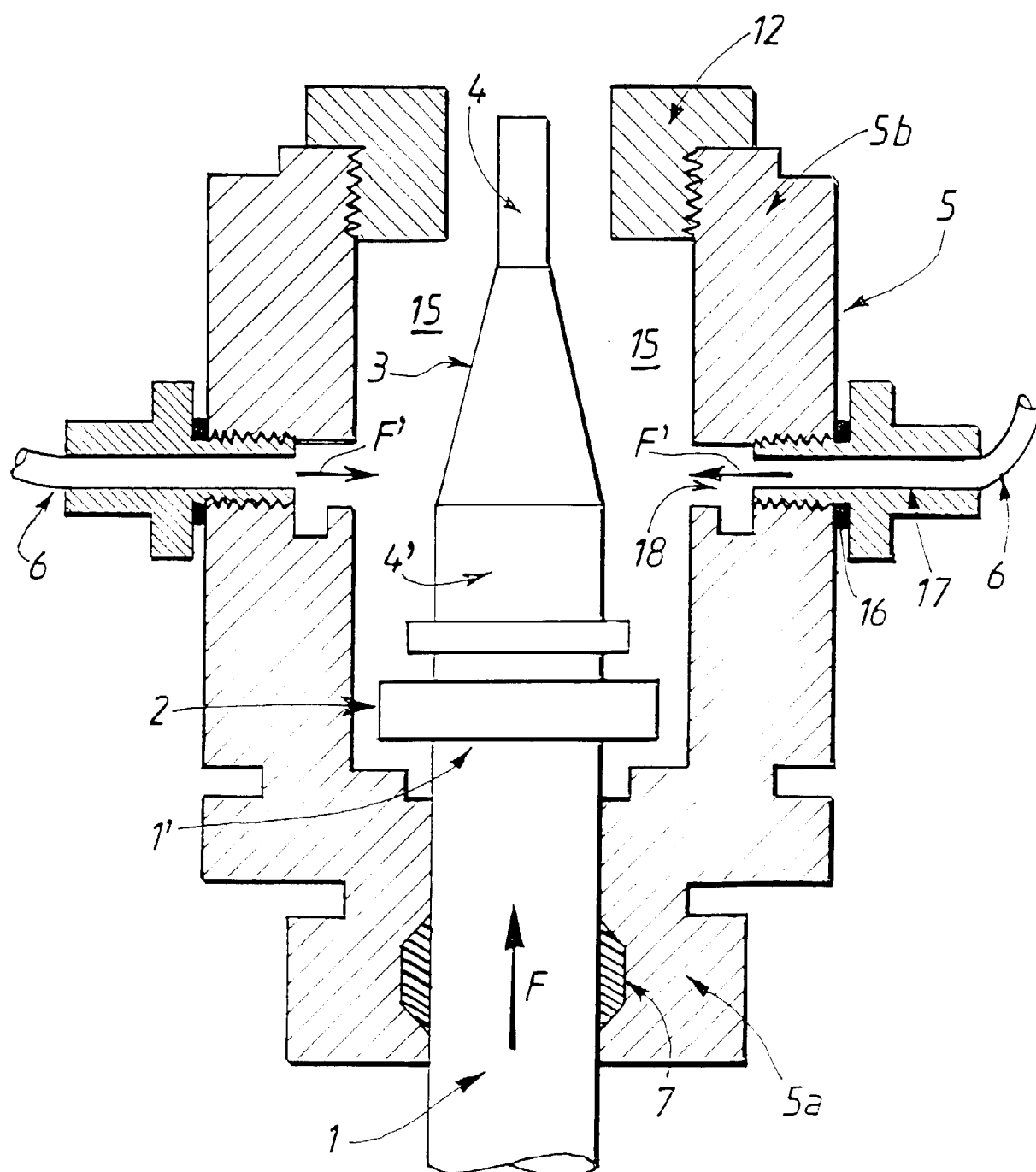
35

40

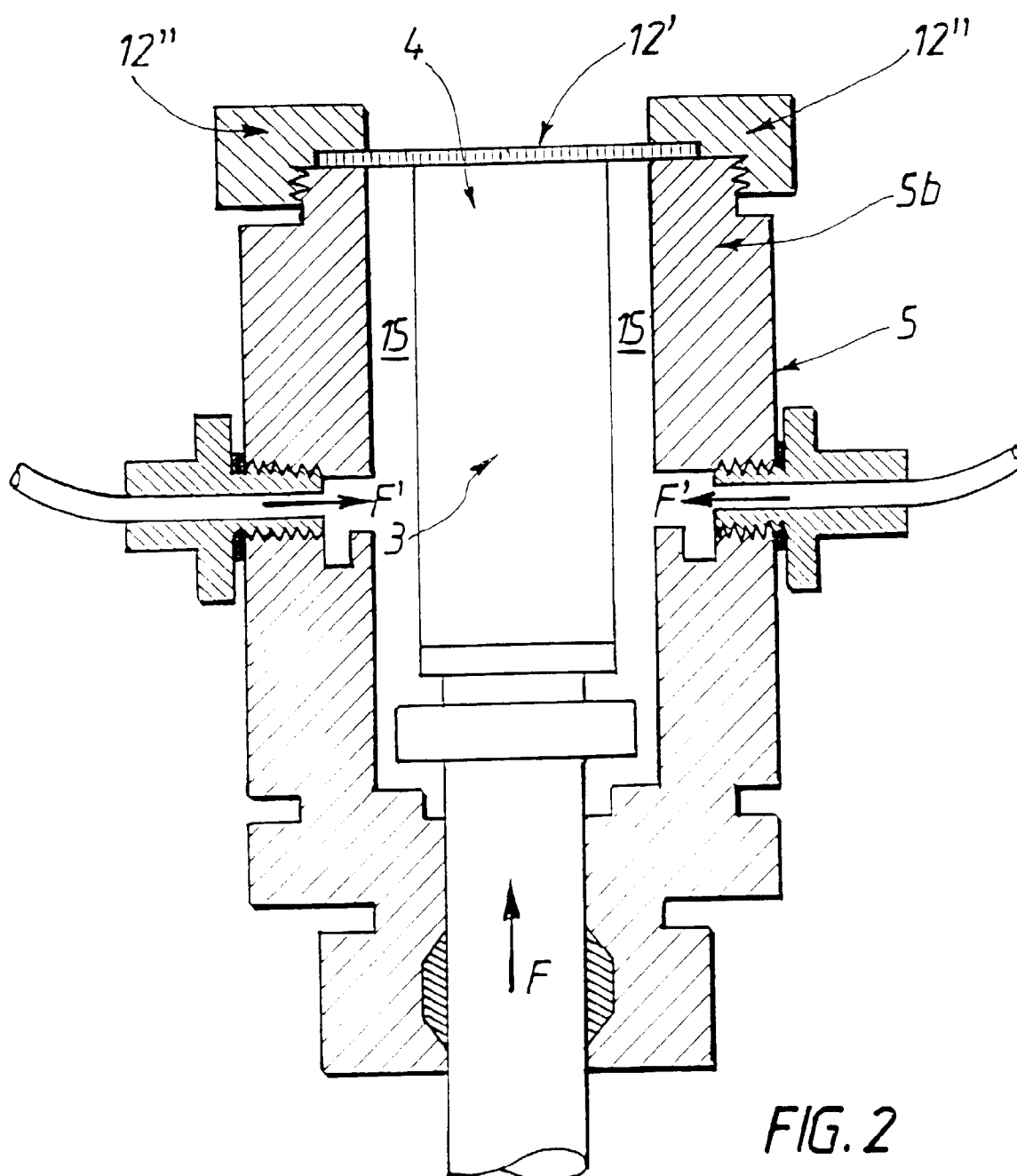
45

50

55



**FIG. 1**



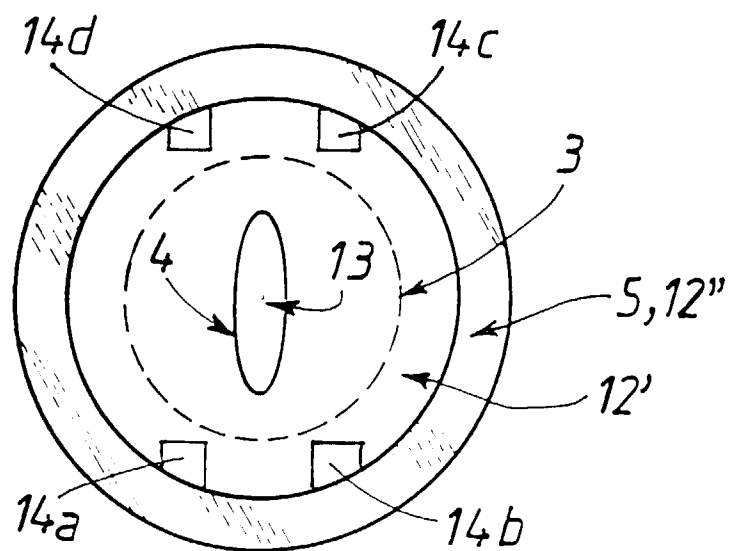


FIG. 3

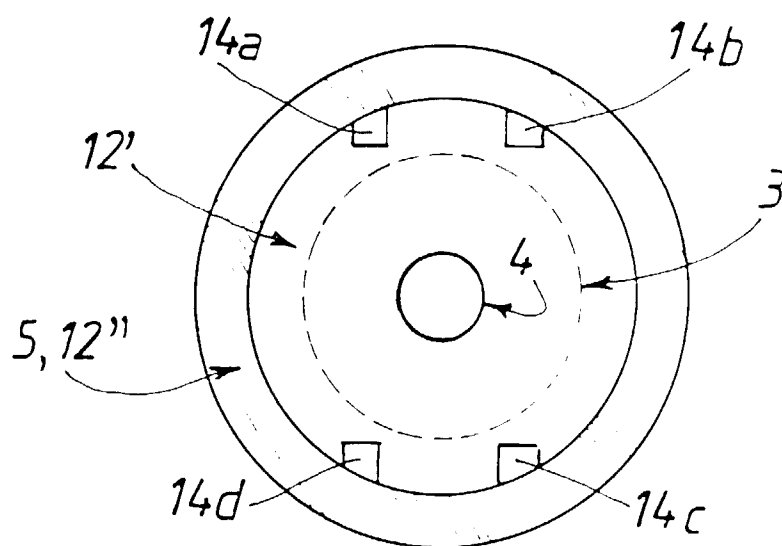


FIG. 4



Office européen  
des brevets

# RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande  
EP 98 40 0761

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.6)
X	GB 1 452 062 A (BOC INTERNATIONAL LTD) 6 octobre 1976 * le document en entier *	1	C21D1/667 C21D1/613 C23C4/12 B05B1/00 //F25D3/10
A,D	EP 0 546 359 A (LINDE AG) 16 juin 1993		
A,D	EP 0 124 432 A (COMMISSARIAT ENERGIE ATOMIQUE) 7 novembre 1984		
A,D	FR 2 347 111 A (AGEFKO KOHLENSAEURE IND) 4 novembre 1977		
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.6)
			C21D C23C B05B
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 4 août 1998	Examineur Mollet, G
<p>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</p> <p>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</p> <p>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 &amp; : membre de la même famille, document correspondant</p>			

EPO FORM 1503 03 82 (P04C02)