



(12) **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

(43) Date de publication:
19.01.2022 Bulletin 2022/03

(51) Classification Internationale des Brevets (IPC):
F27B 5/06 (2006.01) **F27B 17/02** (2006.01)
B22F 3/105 (2006.01) **F27D 99/00** (2010.01)

(21) Numéro de dépôt: **21306008.0**

(52) Classification Coopérative des Brevets (CPC):
B22F 3/105; F27B 5/06; F27B 17/025;
B22F 2003/1054; F27D 2099/0028

(22) Date de dépôt: **16.07.2021**

(84) Etats contractants désignés:
AL AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB
GR HR HU IE IS IT LI LT LU LV MC MK MT NL NO
PL PT RO RS SE SI SK SM TR
Etats d'extension désignés:
BA ME
Etats de validation désignés:
KH MA MD TN

(72) Inventeurs:
• **VINCENT, Kévin**
42290 SORBIERS (FR)
• **DUTTO, Mathieu**
42100 SAINT ETIENNE (FR)
• **SAUNIER, Sébastien**
42700 FIRMINY (FR)

(30) Priorité: **16.07.2020 FR 2007483**

(74) Mandataire: **Cabinet Laurent & Charras**
CS 70 203
15 rue Camille de Rochetaillée
42005 Saint-Etienne Cedex 1 (FR)

(71) Demandeur: **Opti'Waves**
42000 Saint-Etienne (FR)

(54) **SYSTEME DE TRAITEMENT THERMIQUE DE MATERIAUX ELABORES PAR METALLURGIE DES POUDRES**

(57) La présente invention concerne un système (1) de traitement thermique de matériaux élaborés par métallurgie des poudres, comprenant un four (2) à micro-ondes et un ou plusieurs éléments de réglage d'onde (4), séparés du four, configurés pour modifier la distribution spatiale du champ électromagnétique au sein de la cavité (5) du four.

L'invention concerne également un procédé d'opti-

misat

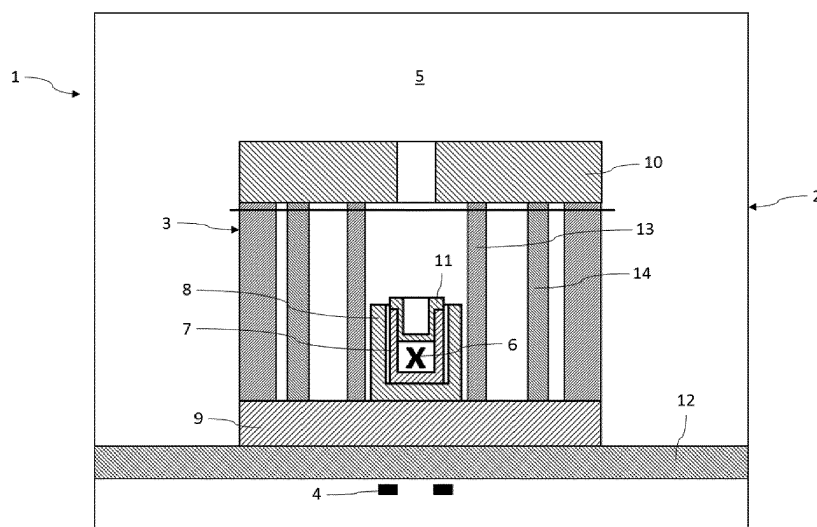


FIG. 1

Description

Domaine technique de l'invention

[0001] La présente invention se rapporte à un système de traitement thermique de matériaux élaborés par métallurgie des poudres. L'invention se rapporte également à un procédé d'optimisation de l'échauffement d'une charge au sein d'un four à micro-ondes et augmenter la durée de vie de la source micro-ondes mettant en œuvre un tel système.

Arrière-plan technologique

[0002] Les éléments de prothèse dentaire sont généralement en céramique, notamment en zircone. Il peut s'agir par exemple d'un ou plusieurs bridge(s) ou bien d'une ou plusieurs couronne(s).

[0003] A l'heure actuelle, la plupart des fours utilisés par les prothésistes pour cuire (frittage) les éléments de prothèse dentaire en céramique sont des fours thermiques, dont le chauffage est résistif, et qui demandent un temps de cuisson de plus de huit heures pour conduire à un matériau dense et homogène en microstructure, en particulier lorsqu'un certain nombre d'éléments du bridge sont pleins.

[0004] Un four à micro-ondes permet avantageusement de réduire ce temps de cuisson d'un facteur cinq ou plus. Ces dernières années, des recherches ont donc été faites sur la cuisson des céramiques par micro-ondes.

[0005] Il existe, à la connaissance du demandeur, des fours à micro-ondes destinés à cuire des céramiques dentaires, présentant une cavité entièrement remplie par un moufle. Les micro-ondes s'étendent sur une gamme de fréquences comprise entre 900 MHz et 30 GHz.

[0006] Plus précisément, ce four comporte des plaques en matériau susceptible appliquées directement sur le moufle du four, et un bol positionné au centre de la cavité, le bol étant destiné à recevoir le matériau à cuire. De la sorte, la cuisson de la céramique est effectuée de manière indirecte. En effet, les éléments susceptibles qui recouvrent les parois du four absorbent les micro-ondes, et convertissent l'énergie électromagnétique en chaleur qui est utilisée pour chauffer la céramique présente dans le bol.

[0007] Dans cette configuration, le creuset est fixe. L'inconvénient de ce type de four est que la céramique n'est pas cuite de manière homogène et que le chauffage n'est pas direct ou hybride mais indirect via les parois en matériau susceptible. En effet, les ondes électromagnétiques émises par la source micro-ondes du four, typiquement un magnétron, pénètrent dans la cavité, puis sont entièrement absorbées par les plaques en matériau susceptible avant d'atteindre le bol.

[0008] Ce chauffage indirect conduit à une cuisson similaire à un four résistif de la céramique.

[0009] Un autre inconvénient d'un tel four est que, lors-

que le creuset est dégradé, ce n'est pas seulement le creuset qu'il convient de changer mais le tout l'intérieur (moufle et susceptible) du four, ce qui représente des inconvénients de temps et de coûts considérables.

Brève description de l'invention

[0010] Un but de l'invention est de proposer un système de traitement thermique de matériaux élaborés par métallurgie des poudres, permettant de surmonter les inconvénients décrits précédemment.

[0011] L'invention vise en particulier à fournir un tel système, permettant une cuisson rapide des céramiques tout en conservant des microstructures homogènes.

[0012] L'invention vise également à rendre plus rapide et plus homogène la cuisson des céramiques dans un four, en particulier dans un four à micro-ondes, tout en augmentant la durée de vie de la source micro-ondes du four à micro-ondes.

[0013] A cette fin, l'invention propose un système de traitement thermique de matériaux élaborés par métallurgie des poudres, principalement caractérisé en ce qu'il comprend :

- un four à micro-ondes, comprenant une source micro-ondes apte à générer des micro-ondes, une cavité, et un guide d'onde permettant d'acheminer les micro-ondes jusqu'à la cavité,
- un ou plusieurs éléments de réglage d'onde, séparés du four, configurés pour modifier la distribution spatiale du champ électromagnétique au sein de la cavité du four, les éléments de réglage d'onde étant déplaçables et positionnables dans la cavité du four de sorte à maximiser ledit champ électromagnétique dans une région déterminée de la cavité destinée à recevoir une charge à chauffer.

[0014] Le Demandeur a ainsi mis au point un système de traitement thermique de matériaux élaborés par métallurgie des poudres, comprenant un four à micro-ondes dans lequel la charge, qui comprend de préférence un creuset, ne vient pas remplir la totalité du volume de la cavité.

[0015] En d'autres termes, le volume de la cavité du four est supérieur au volume de la charge qu'il est destiné à recevoir, notamment un creuset. De plus, la charge est un élément indépendant du four. Ainsi, de manière avantageuse, lorsque la charge est dégradée, il est possible de ne changer que ce consommable, sans avoir à changer l'intégralité du four.

[0016] De plus, le système comprend des éléments de réglage d'onde qui permettent de modifier le champ électromagnétique présent dans la cavité du four, de sorte à l'homogénéiser au niveau de l'environnement proche des échantillons à fritter.

[0017] Ceci a pour effet d'adapter l'impédance de la cavité, et d'homogénéiser la température des pièces et donc la cuisson des céramiques. La cuisson se fait ainsi

non seulement de manière directe par le biais de la réflexion des ondes électromagnétiques sur les parois de la cavité pour finalement être absorbées par les pièces, mais également de manière indirecte par l'absorption de ces dernières par le matériau susceptible de la charge lorsque cette dernière est munie d'un tel matériau, notamment lorsque la charge comprend un creuset, ledit matériau susceptible transmettant la chaleur aux pièces à fritter.

[0018] Et puisque le champ électromagnétique est maximal dans la région déterminée recevant la charge, l'absorption des ondes électromagnétiques par la charge est maximale, ainsi que celle des pièces à fritter.

[0019] La cuisson est ainsi non seulement plus rapide, mais aussi plus homogène, dans la mesure où elle s'effectue à la fois sur l'ensemble de la surface des pièces à fritter ainsi qu'en leur cœur. Ceci s'entend notamment par le fait que les propriétés diélectriques de la charge changent avec la température.

[0020] Dans l'art antérieur, le refroidissement se fait classiquement entièrement dans le four et est très long à cause d'une forte inertie du four conventionnel ou à micro-ondes avec un creuset fixe. Certains fours conventionnels peuvent s'ouvrir vers 800°C, et dans ce cas, de l'air frais arrive sur les matériaux en céramique, typiquement des prothèses, ce qui peut conduire à un choc thermique. Un tel choc thermique est susceptible de dégrader le matériau. Par contraste, lors du frittage d'un matériau sous forme de poudre, notamment une prothèse en céramique, dans un creuset par la mise en œuvre du système de traitement thermique selon l'invention, le creuset entier est sorti de la cavité (creuset étant amovible), sans qu'il ne se produise de choc thermique. En effet, l'intérieur du creuset est à 800°C lors de sa sortie du four, tandis que l'extérieur n'est qu'à 250°C. Le creuset va ainsi se refroidir plus rapidement grâce au système de l'invention, sans conduire à des chocs thermiques du matériau.

[0021] Les éléments de réglage d'onde sont séparés du four à micro-ondes, ce qui signifie qu'ils sont indépendants de ce dernier, et qu'ils n'entrent pas dans la fabrication de la cavité en tant que telle, mais qu'ils peuvent être positionnés dans la cavité pour le frittage puis retirés de celle-ci après opération. Il s'agit donc d'éléments physiques à part entière.

[0022] Une fois les éléments de réglage d'onde positionnés de manière optimale dans la cavité du four, ils restent fixes pendant la cuisson.

[0023] Les éléments de réglage d'onde comprennent de préférence une ou plusieurs pièces en matériau présentant des propriétés diélectriques intéressantes dans le cadre de l'invention. De telles pièces sont de préférence en métal, en mica, ou en PolyTétraFluoroEthylène (PTFE). De telles pièces peuvent être désignées en tant que « plots », c'est-à-dire des pièces fixes lors du chauffage permettant de modifier le champs électromagnétique incident dans la cavité.

[0024] Selon un mode de réalisation, la cavité du four

comprend un plateau inférieur apte à supporter une charge, au moins une pièce (un plot) étant positionnée sous ledit plateau inférieur.

[0025] Le nombre, les dimensions et le positionnement des plots, à l'intérieur de la cavité, pourront être déterminés par l'homme du métier en fonction des besoins.

[0026] A titre d'exemple, les plots sont des parallélépipèdes rectangles de quatre-vingts millimètres de longueur et de vingt millimètres de largeur et de hauteur.

[0027] Le positionnement spécifique des éléments de réglage d'onde peut être combiné avec une modification de la charge, en particulier du creuset, ou des dimensions de la cavité.

[0028] A ce sujet, et de préférence, on ajuste le positionnement des plots en combinaison avec le positionnement : d'un déflecteur positionné à la sortie du guide d'onde, et/ou d'un piston de court-circuit (pour réfléchir l'onde incidente vers la cavité et permettre la superposition des ondes incidente et réfléchie, ce qui conduit à la formation d'une onde stationnaire), et/ou d'un iris de couplage (pour réfléchir vers la cavité tout ou partie de l'onde réfléchie par le piston), et/ou des éléments d'habillage de la cavité.

[0029] Les éléments de réglage d'onde remplacent notamment les moyens de brassage, utilisés dans les fours à micro-ondes à usage domestique pour homogénéiser la cuisson. Ces moyens de brassage peuvent être par exemple un brasseur d'onde ou un plateau tournant. Ces éléments tournants complexifient la structure du four.

[0030] La mise en œuvre du système selon l'invention, au-delà de permettre une cuisson homogène à haute température par micro-ondes de petites séries de pièces de faible volume unitaire et de formes complexes, sans utiliser de brassage des ondes dans une cavité multimodes, permet aussi d'avoir de forts rendements et donc d'avoir une durée de vie prolongée de la source micro-ondes et de l'alimentation haute tension. Cela permet ainsi de s'affranchir d'un circulateur à eau donc d'une consommation importante d'eau. Le recours à un circulateur est le moyen classiquement utilisé dans le cas de système possédant un faible couplage micro-ondes, pour maintenir une durée de vie forte de la source micro-ondes et de l'alimentation haute tension.

[0031] De préférence, la source micro-ondes est un magnétron.

[0032] Selon un mode de réalisation, le système comprend une charge apte à absorber des micro-ondes, destinée à être positionnée dans la cavité. Une charge peut être définie comme étant un système de masse et de volume fini, apte à absorber des micro-ondes.

[0033] De préférence, selon ce même mode de réalisation, la charge comprend un creuset. Le creuset comprend un bol apte à contenir un échantillon de poudre à traiter thermiquement et une couche en un matériau susceptible agencée autour du bol.

[0034] De manière avantageuse, l'échantillon de poudre à traiter thermiquement est une prothèse dentaire.

[0035] L'invention se rapporte également à un procédé

d'optimisation de l'échauffement d'un creuset au sein d'un four à micro-ondes par la mise en œuvre d'un système de traitement thermique tel que défini précédemment.

[0036] Le procédé est principalement caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes :

a) effectuer, à l'aide d'un VNA, une mesure de SWR au sein de la cavité du four contenant la charge, et ajuster le positionnement des éléments de réglage d'onde de sorte à obtenir des valeurs de SWR inférieures ou égales à 5, de préférence inférieures ou égales à 3, plus préférentiellement inférieures ou égales à 2,5, et supérieures ou égales à 1,

b) retirer la charge du four, et effectuer une mesure de SWR au sein de la cavité démunie de la charge,

- si les valeurs de SWR mesurées sont supérieures ou égales à 9, de préférence supérieures ou égales à 15, plus préférentiellement supérieures ou égales à 30, l'étape b) est terminée,
- sinon, recommencer le procédé depuis l'étape a).

[0037] L'analyseur de réseau vectoriel ou « Vector Network Analyser » (acronyme VNA), appelé couramment « VNA », est en soi bien connu de l'homme du métier. Dans le cadre du procédé de l'invention, il permet de mesurer l'adaptation d'impédance de la cavité du four.

[0038] Le terme « SWR », acronyme de « Standing Wave Ratio » en anglais, est en soi bien connu de l'homme du métier, et couramment appelé « SWR ». Il s'agit d'un rapport entre les extrema provoqués par la superposition de l'onde incidente (celle émise avec le VNA ou bien celle qui sera émise par la source micro-ondes lors de l'utilisation du four) et l'onde réfléchie (qui est le résultat des différentes réflexions de l'onde incidente sur les éléments présents dans la cavité, parois de cette même cavité comprise). Le SWR est une valeur sans unité.

[0039] La charge est positionnée dans une région déterminée du four à micro-ondes. La mesure effectuée correspond, de manière relativement simplifiée, à un rapport de puissance, entre la puissance incidente et la puissance réfléchie des ondes électromagnétiques. L'utilisation du VNA permet donc de savoir qualitativement à quelle point la cavité du four réfléchit l'onde micro-ondes envoyée dans ladite cavité.

[0040] De préférence, le procédé comprend en outre une étape c) consistant à positionner la charge dans la cavité, ladite charge étant préalablement chauffée à une température comprise entre 1200°C et 1800°C, de préférence entre 1400°C et 1600°C, et plus préférentiellement entre 1500°C et 1550°C, et effectuer une mesure de SWR au sein de la cavité contenant la charge,

- si les valeurs de SWR mesurées sont inférieures ou égales à 5, de préférence inférieures ou égales à 3, plus préférentiellement inférieures ou égales à 2,5,

et supérieures ou égales à 1, alors les éléments de réglage d'onde sont positionnés de sorte à maximiser ledit champ électromagnétique dans l'environnement proche de la charge, et l'étape c) est terminée,

- sinon, recommencer le procédé depuis l'étape a).

[0041] De préférence, le procédé comprend en outre une étape d) de vérification de la valeur réelle de puissance réfléchie à l'aide d'un circulateur et d'une charge à eau, consistant à :

- positionner le circulateur équipé de la charge à eau entre la source micro-ondes et la cavité, et faire fonctionner le four à micro-ondes à différentes valeurs de puissance,
- relever, pour chaque valeur de puissance, la valeur de puissance réfléchie ainsi que la température de la charge,

- si les valeurs de puissance réfléchie sont inférieures à 45% de la puissance nominale de la source micro-ondes, de préférence inférieures à 25% de la puissance nominale, plus préférentiellement inférieures à 18% de la puissance nominale, alors l'étape d) est terminée,
- sinon, recommencer le procédé depuis l'étape a).

[0042] Un circulateur est un système comprenant un aimant, qui empêche l'onde réfléchie de revenir directement à la source micro-ondes. Il sert avant tout à protéger la source micro-ondes de la puissance réfléchie.

[0043] De préférence, le procédé comprend en outre une étape e) de vérification de la répartition des points de chauffage au sein de la charge à l'aide d'une caméra thermique, consistant à faire fonctionner le four à micro-ondes à puissance constante, tout en relevant à l'aide de la caméra thermique l'évolution de la répartition de température au sein de la charge à différents instants,

- si l'évolution des points de chauffage est homogène, ce qui se traduit par une différence de température entre le point le plus chaud et le point le plus froid de la charge inférieure ou égale à 150°C, de préférence inférieure ou égale à 100°C, alors l'étape e) est terminée,
- sinon, recommencer le procédé depuis l'étape a).

[0044] Dans le procédé de l'invention, les étapes c), d), et e) peuvent être réalisées chacune seule ou en combinaison avec l'une des deux autres ou en combinaison avec les deux autres. De plus, les étapes c), d), et e) sont de préférence réalisées dans cet ordre : étape c) puis étape d) puis étape e). Cependant, il est possible de les réaliser dans un ordre différent.

[0045] L'homme du métier saura adapter les étapes a), b), c), d), et e) selon la charge qu'il utilise, notamment

le positionnement des éléments de réglage d'onde, afin d'optimiser l'échauffement de celle-ci.

[0046] Selon un mode de réalisation, lors de l'étape a) de mesure de SWR, on ajuste également le positionnement d'un déflecteur positionné à la sortie du guide d'onde, et/ou d'un piston court-circuit, et/ou d'un iris de couplage, et/ou des éléments d'habillage de la cavité, de sorte à minimiser les valeurs de SWR.

[0047] L'invention se rapporte également à l'utilisation d'un ou plusieurs éléments de réglage d'onde, pour modifier la distribution spatiale du champ électromagnétique au sein d'une cavité d'un four à micro-ondes, lesdits éléments de réglage d'onde étant séparés du four, et déplaçables et positionnables dans ladite cavité de sorte à maximiser ledit champ électromagnétique dans une région déterminée de la cavité destinée à recevoir une charge à chauffer.

[0048] De préférence, les éléments de réglage d'onde comprennent au moins une pièce en métal, en mica, ou en PTFE. Ladite pièce est telle que décrite précédemment en lien avec le système de traitement thermique.

[0049] De préférence, le four à micro-ondes et les éléments de réglage d'onde sont ceux d'un système de traitement thermique tel que décrit précédemment.

[0050] De préférence, le four à micro-ondes contient une charge. De préférence, ladite charge comprenant un creuset comprenant un bol apte à contenir un échantillon de poudre à traiter thermiquement et une couche en un matériau susceptible agencée autour du bol.

Description des figures

[0051] D'autres avantages et caractéristiques de l'invention apparaîtront à la lecture de la description suivante donnée à titre d'exemple illustratif et non limitatif, en référence aux figures annexées suivantes :

La figure 1 est une représentation schématique d'un système de traitement thermique selon l'invention ;
La figure 2 est une photographie qui illustre la cavité d'un four à micro-ondes et des plots de réglage d'onde positionnées à la fois sur et sous le plateau inférieur du four apte à supporter le creuset ;

La figure 3 est une photographie en vue rapprochée de la figure 2, qui illustre la cavité du four et les plots positionnés sur le plateau inférieur de ladite cavité ;
La figure 4 est une photographie en vue rapprochée de la figure 2, qui illustre le positionnement des plots sous le plateau inférieur du four ;

La figure 5 est une photographie en vue rapprochée de la figure 2, qui illustre le positionnement des plots à la fois sur et sous le plateau inférieur du four ;

La figure 6 est un logigramme illustrant le cheminement des étapes du procédé d'optimisation de l'échauffement d'un creuset au sein d'un four à micro-ondes, selon l'invention.

Description détaillée de modes de réalisation de l'invention

[0052] L'invention concerne un système de traitement thermique 1 de matériaux élaborés par métallurgie des poudres, dont un mode de réalisation est illustré sur la figure 1.

[0053] Selon le mode de réalisation de la figure 1, le système 1 comprend un four à micro-ondes 2, un creuset 3, ainsi qu'un ou plusieurs éléments de réglage d'onde 4.

[0054] Le four à micro-ondes 2 comprend une source micro-ondes, de préférence un magnétron, permettant de générer les ondes électromagnétiques de type micro-ondes, une cavité 5, illustrée sur la figure 2, apte à recevoir une charge, de préférence un creuset 3, et un guide d'onde permettant d'acheminer les micro-ondes émises par la source micro-ondes jusqu'à la cavité.

[0055] Le creuset 3 est destiné à être positionné dans la cavité 5. Il comprend un bol 7 apte à contenir un matériau 6 à traiter thermiquement, qui se présente sous la forme d'une poudre, et une couche 8 en un matériau susceptible agencée autour du bol.

[0056] Selon un mode de réalisation illustré sur la figure 1, le creuset 3 comprend essentiellement trois éléments, que sont un support 9, un chapeau 10 et le bol 7.

[0057] Le support 9 le chapeau 10 et le bol 7 sont fabriqués en céramique réfractaire poreuse, de préférence en aluminosilicate poreux. Ils sont de préférence assemblés sans collage ni liaison mécanique. Le bol 7 est en outre fermé par un couvercle 11. Le bol 7 et le couvercle 11 sont en céramique oxyde dense. Le matériau 6 destiné à être traité par procédé thermique est représenté par une croix.

[0058] Le creuset peut en outre comprendre une première paroi 13 positionnée autour de la couche 8 en matériau susceptible, et une seconde paroi 14 positionnée autour de la première paroi 13.

[0059] Le creuset peut être tel que décrit dans le document FR 3099408, dont le contenu relatif au creuset est incorporé par référence.

[0060] Les éléments de réglage d'onde 4 sont illustrés sur les figures 1-4. Sur l'ensemble de ces figures, les éléments de réglage d'onde comprennent des plots en mica.

[0061] Sur la figure 1, deux plots 4 sont positionnés sous le plateau inférieur 12 de la cavité 5, à l'aplomb du bol 7.

[0062] Sur la figure 2, trois plots 4.1 sont positionnés sur le plateau inférieur 12 de la cavité 5. Les plots 4.1 se présentent sous la forme de cylindres, et sont positionnés de sorte à former un arc de cercle dans une région centrale de la cavité. Un plot 4.2, de plus grande dimension, est positionné sous le plateau inférieur de la cavité 5, à l'aplomb de la région centrale. Le plot 4.2 se présente sous la forme du parallélogramme rectangle.

[0063] Sur la figure 3, on distingue en détail les trois plots 4.1 agencés sur le plateau inférieur 12 de la cavité 5.

[0064] Les figures 4 et 5 illustrent, en vue rapprochée,

les trois plots 4.1 cubiques et le plot 4.2 parallélépipédique positionnés respectivement sur et sous le plateau inférieur 12 de la cavité 5.

[0065] L'invention concerne également un procédé de d'optimisation de l'échauffement d'une charge au sein d'un four à micro-ondes par la mise en œuvre d'un système de traitement thermique selon l'invention tel que décrit précédemment.

[0066] Les différentes étapes du procédé vont maintenant être décrites à l'appui du logigramme illustré sur la figure 6.

[0067] Dans une première étape a), on effectue, à l'aide d'un VNA, une mesure de SWR au sein de la cavité 5 du four 2 contenant le creuset 3, et on ajuste le positionnement des éléments de réglage d'onde 4.2 de sorte à minimiser les valeurs de SWR mesurées dans la gamme de fréquences de l'onde délivrée par le VNA. Cela se traduit par l'obtention de valeurs de SWR inférieures ou égales à 5, de préférence inférieures ou égales à 3, plus préférentiellement inférieures ou égales à 2,5, et supérieures ou égales à 1.

[0068] L'étape a) consiste en un réglage de la cavité 5 contenant le creuset 3. L'onde est réfléchie par l'ensemble des éléments dans la cavité du four, y compris par le creuset. La cavité est donc le siège de très nombreuses trajectoires pour les micro-ondes. L'objectif de l'étape a) est de faire en sorte que l'introduction du creuset dans la cavité diminue le plus possible la quantité d'onde qui retournerait en direction de la source micro-ondes.

[0069] Une fois l'étape a) terminée, on passe à l'étape b).

[0070] Dans l'étape b), on retire le creuset 3 du four 2, et on effectue une mesure de SWR au sein de la cavité 5 démunie du creuset 3.

[0071] L'étape b) consiste en une vérification des réglages de l'étape a), sans creuset. On obtient plusieurs valeurs de SWR, dont une valeur de SWR pour chaque valeur de fréquence de la gamme mesurée. En effet, une source micro-ondes, et tout particulièrement un magnétron, n'émet pas qu'à une seule et unique fréquence. Par exemple, pour un magnétron 2,45 GHz, on observe généralement des ondes émises entre 2,42 GHz et 2,48 GHz avec une répartition statistique comparable à une gaussienne.

[0072] Lors de l'étape b), on s'assure donc avec le VNA que chaque valeur de la mesure SWR soit située entre ces deux valeurs de fréquence.

[0073] Les réglages effectués lors de l'étape a), notamment le positionnement spécifique des éléments de réglage d'onde, permet de maximiser les valeurs de SWR mesurées lors de l'étape b).

[0074] En effet, dans l'étape b), on ne retouche plus aux éléments de réglage d'onde 4. On s'assure que le positionnement spécifique des éléments de réglage d'onde choisi dans l'étape a) permet à la fois d'avoir des valeurs SWR faibles avec le creuset 3 et des valeurs SWR élevées sans le creuset.

[0075] Si les valeurs de SWR mesurées sont maximales (SWR max), ce qui se traduit par l'obtention de valeurs de SWR supérieures ou égales à 9, de préférence supérieures ou égales à 15, plus préférentiellement supérieures ou égales à 30, on passe à l'étape c).

[0076] Dans le cas contraire, c'est-à-dire si les valeurs de SWR mesurées ne sont pas maximales, on recommence le procédé depuis l'étape a), avant de refaire une nouvelle fois l'étape b), et ce tant que la condition correspondante n'est pas remplie.

[0077] Dans l'étape c), on positionne le creuset 3 dans la cavité 5. Le bol 7 du creuset est préalablement chauffé à une température comprise entre 1200°C et 1800°C, de préférence entre 1400°C et 1600°C, et plus préférentiellement entre 1500°C et 1550°C. On effectue ensuite une mesure de SWR au sein de la cavité 5 contenant le creuset 3.

[0078] L'étape c) consiste en une vérification des réglages de l'étape a), à haute température. Il s'agit de s'assurer que l'absorption des ondes électromagnétiques par le creuset en situation réelle d'utilisation du four restera optimale au fur et à mesure que le creuset chauffera.

[0079] Plus précisément, la qualité d'absorption, de réflexion ou de déviation des ondes électromagnétiques se base sur les propriétés diélectriques des matériaux utilisés, et ces valeurs évoluent en fonction de la température du matériau. Le profil des valeurs données par le VNA varie donc au fur et mesure de la cuisson des céramiques.

[0080] Si les valeurs de SWR mesurées sont minimales (SWR min), ce qui se traduit par l'obtention de valeurs de SWR inférieures ou égales à 5, de préférence inférieures ou égales à 3, plus préférentiellement inférieures ou égales à 2,5, tout en étant supérieures ou égales à 1, alors les éléments de réglage d'onde 4.2 sont positionnés de sorte à maximiser ledit champ électromagnétique dans l'environnement proche du creuset 3. L'étape c) est donc terminée. Le procédé peut se terminer lorsque la condition de l'étape c) est remplie.

[0081] Dans le cas contraire, c'est-à-dire si les valeurs de SWR mesurées ne sont pas minimales, on recommence le procédé depuis l'étape a), avant de refaire une nouvelle fois l'étape b), et éventuellement l'étape c), et ce tant que les conditions correspondantes ne sont pas remplies.

[0082] L'étape d) consiste en une vérification de la valeur réelle de puissance réfléchie à l'aide d'un circulateur et d'une charge à eau (non représentés).

[0083] Dans l'étape d), on commence par positionner le circulateur équipé de la charge à eau entre la source micro-ondes et la cavité 5, et faire fonctionner le four micro-ondes à différentes valeurs de puissance. On relève ensuite, pour chaque valeur de puissance, la valeur de puissance réfléchie ainsi que la température du creuset 3.

[0084] Si les valeurs de puissance réfléchie sont inférieures à 45% de la puissance nominale de la source

micro-ondes ($P < P_{\max}$), de préférence inférieures à 25% de la puissance nominale, plus préférentiellement inférieures à 18% de la puissance nominale, alors l'étape d) est terminée. Le procédé peut se terminer lorsque la condition de l'étape d) est remplie.

[0085] Dans le cas contraire, c'est-à-dire si les valeurs de puissance réfléchie sont supérieures ou égales à la à 45% de la puissance nominale de la source micro-ondes ($P \geq P_{\max}$), de préférence supérieures ou égales à 25% de la puissance nominale, plus préférentiellement supérieures ou égales à 18% de la puissance nominale, on recommence le procédé depuis l'étape a), avant de refaire une nouvelle fois l'étape b), éventuellement l'étape c), puis l'étape d), et ce tant que les conditions correspondantes ne sont pas remplies.

[0086] L'étape e) consiste en une vérification de la répartition des points de chauffages dans la couche 8 en matériau susceptible à l'aide d'une caméra thermique.

[0087] Dans l'étape e), on fait fonctionner le four à micro-ondes 2 à puissance constante, tout en relevant à l'aide de la caméra thermique l'évolution de la répartition de température dans la couche 8 de matériau susceptible à différents instants.

[0088] L'étape e) permet de s'assurer de l'absence de point chaud au niveau de la couche 8 de matériau susceptible qui entoure le bol 7, et qui pourrait causer un chauffage hétérogène et incontrôlé des céramiques.

[0089] Si l'évolution des points de chauffage est homogène, ce qui se traduit par une différence de température entre le point le plus chaud et le point le plus froid de la couche 8 de matériau susceptible inférieure ou égale à 100°C, alors l'étape e) est terminée. Le procédé est alors terminé.

[0090] Dans le cas contraire, c'est-à-dire si la différence de température entre le point le plus chaud et le point le plus froid de la couche 8 de matériau susceptible est supérieure à 100°C, ce qui signifie que l'évolution des points de chauffage est hétérogène et qu'il existe un ou plusieurs points chauds dans ladite couche 8, on recommence le procédé depuis l'étape a), avant de refaire une nouvelle fois l'étape b), éventuellement une ou plusieurs des étapes c), d), et l'étape e), et ce tant que les conditions correspondantes ne sont pas remplies.

Revendications

1. Système (1) de traitement thermique de matériaux élaborés par métallurgie des poudres, **caractérisé en ce qu'il comprend :**

- un four (2) à micro-ondes, comprenant une source micro-ondes apte à générer des micro-ondes, une cavité (5), et un guide d'onde permettant d'acheminer les micro-ondes jusqu'à la cavité (5),
- un ou plusieurs éléments de réglage d'onde (4), séparés du four (2), configurés pour modifier

la distribution spatiale du champ électromagnétique au sein de la cavité (5) du four, les éléments de réglage d'onde (4) étant déplaçables et positionnables dans ladite cavité (5) de sorte à maximiser ledit champ électromagnétique dans une région déterminée de la cavité (5) destinée à recevoir une charge (3) à chauffer.

2. Système (1) selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** les éléments de réglage d'onde (4) comprennent au moins une pièce en métal ou en mica ou en PTFE.

3. Système (1) selon la revendication 2, **caractérisé en ce que** la cavité (5) du four comprend un plateau inférieur (12) apte à supporter une charge (3), au moins une pièce (4) étant positionnée sous ledit plateau inférieur.

4. Système (1) selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, **caractérisé en ce qu'il** comprend en outre une charge (3) destinée à être positionnée dans la cavité (5).

5. Système (1) selon la revendication 4, **caractérisé en ce que** la charge comprend un creuset (3) comprenant un bol (7) apte à contenir un échantillon (6) de poudre à traiter thermiquement et une couche (8) en un matériau susceptible agencée autour du bol (7).

6. Procédé d'optimisation de l'échauffement d'une charge (3) au sein d'un four (2) à micro-ondes par la mise en œuvre d'un système (1) de traitement thermique tel que défini dans l'une quelconque des revendications 1 à 5, le procédé étant **caractérisé en ce qu'il** comprend les étapes suivantes :

- a) effectuer, à l'aide d'un VNA, une mesure de SWR au sein de la cavité (5) du four (2) contenant la charge (3), et ajuster le positionnement des éléments de réglage d'onde (4) de sorte à obtenir des valeurs de SWR inférieures ou égales à 5, de préférence inférieures ou égales à 3, plus préférentiellement inférieures ou égales à 2,5, et supérieures ou égales à 1,
- b) retirer la charge (3) du four, et effectuer une mesure de SWR au sein de la cavité (5) démunie de la charge,

- si les valeurs de SWR mesurées sont supérieures ou égales à 9, de préférence supérieures ou égales à 15, plus préférentiellement supérieures ou égales à 30, l'étape b) est terminée,
- sinon, recommencer le procédé depuis l'étape a).

7. Procédé selon la revendication 6, **caractérisé en ce qu'il** comprend en outre une étape c) consistant à positionner la charge (3) dans la cavité (5), ladite charge étant préalablement chauffée à une température comprise entre 1200°C et 1800°C, de préférence entre 1400°C et 1600°C, et plus préférentiellement entre 1500°C et 1550°C, et effectuer une mesure de SWR au sein de la cavité (5) contenant la charge (3),

- si les valeurs de SWR mesurées sont inférieures ou égales à 5, de préférence inférieures ou égales à 3, plus préférentiellement inférieures ou égales à 2,5, et supérieures ou égales à 1, alors les éléments de réglage d'onde (4) sont positionnés de sorte à maximiser ledit champ électromagnétique dans l'environnement proche de la charge, et l'étape c) est terminée,
- sinon, recommencer le procédé depuis l'étape a).

8. Procédé selon la revendication 6 ou la revendication 7, **caractérisé en ce qu'il** comprend en outre une étape d) de vérification de la valeur réelle de puissance réfléchie à l'aide d'un circulateur et d'une charge à eau, consistant à :

- positionner le circulateur équipé de la charge à eau entre la source micro-ondes et la cavité (5), et faire fonctionner le four (2) à micro-ondes à différentes valeurs de puissance,
- relever, pour chaque valeur de puissance, la valeur de puissance réfléchie ainsi que la température de la charge (3),

- si les valeurs de puissance réfléchie sont inférieures à 45% de la puissance nominale de la source micro-ondes, de préférence inférieures à 25% de la puissance nominale, plus préférentiellement inférieures à 18% de la puissance nominale, alors l'étape d) est terminée,
- sinon, recommencer le procédé depuis l'étape a).

9. Procédé selon l'une quelconque des revendications 6 à 8, **caractérisé en ce qu'il** comprend en outre une étape e) de vérification de la répartition des points de chauffage au sein de la charge (3) à l'aide d'une caméra thermique, consistant à faire fonctionner le four à micro-ondes à puissance constante, tout en relevant à l'aide de la caméra thermique l'évolution de la répartition de température au sein de la charge à différents instants,

- si l'évolution des points de chauffage est homogène, ce qui se traduit par une différence de température entre le point le plus chaud et le

point le plus froid de la charge (3) inférieure ou égale à 150°C, de préférence inférieure ou égale à 100°C, alors l'étape e) est terminée,
- sinon, recommencer le procédé depuis l'étape a).

10. Procédé selon la revendication 6, **caractérisé en ce que** lors de l'étape a) de mesure de SWR, on ajuste également le positionnement d'un déflecteur positionné à la sortie du guide d'onde, et/ou d'un piston court-circuit, et/ou d'un iris de couplage, et/ou des éléments d'habillage de la cavité, de sorte à minimiser les valeurs de SWR.

11. Utilisation d'un ou plusieurs éléments de réglage d'onde (4), pour modifier la distribution spatiale du champ électromagnétique au sein d'une cavité (5) d'un four (2) à micro-ondes, lesdits éléments de réglage d'onde (4) étant séparés du four (2), et déplaçables et positionnables dans ladite cavité (5) de sorte à maximiser ledit champ électromagnétique dans une région déterminée de la cavité (5) destinée à recevoir une charge (3) à chauffer.

12. Utilisation selon la revendication 11, **caractérisée en ce que** les éléments de réglage d'onde (4) comprennent au moins une pièce en métal, en mica, ou en PTFE.

13. Utilisation selon la revendication 11 ou la revendication 12, **caractérisée en ce que** le four (2) à micro-ondes, et les éléments de réglage d'onde (4) sont ceux d'un système (1) de traitement thermique selon l'une quelconque des revendications 1 à 5.

14. Utilisation selon l'une quelconque des revendications 11 à 13, **caractérisée en ce que** le four (2) à micro-ondes contient une charge (3), ladite charge comprenant un creuset comprenant un bol (7) apte à contenir un échantillon (6) de poudre à traiter thermiquement et une couche (8) en un matériau susceptrice agencée autour du bol (7).

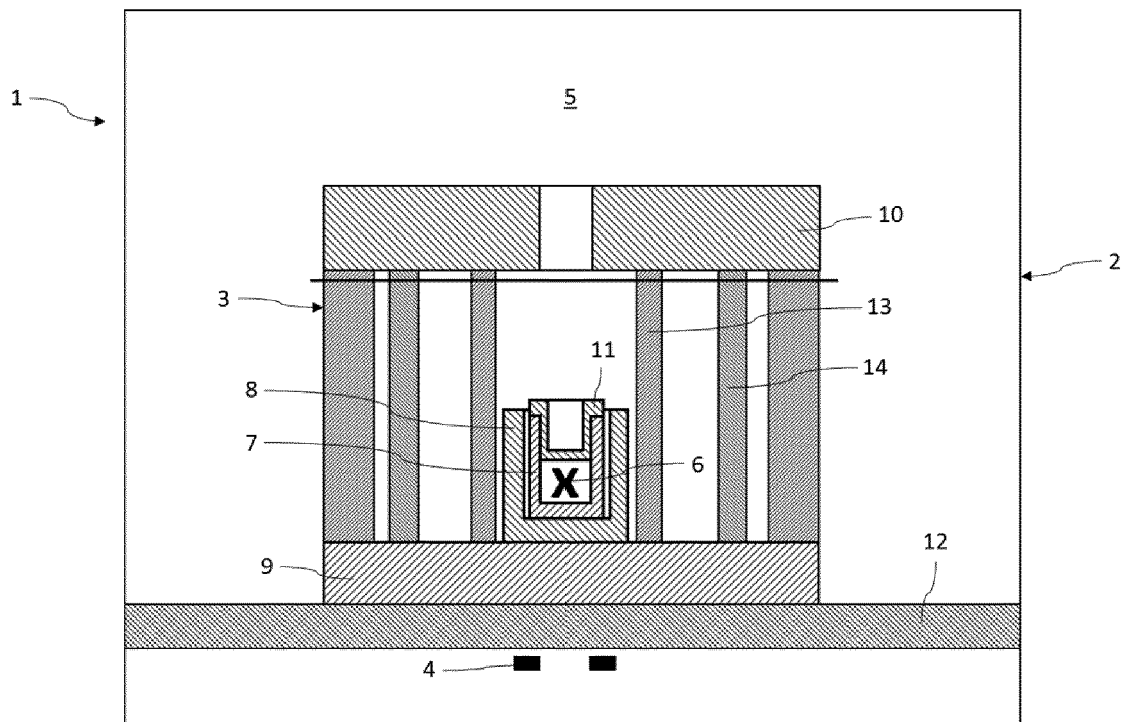


FIG. 1



FIG. 2

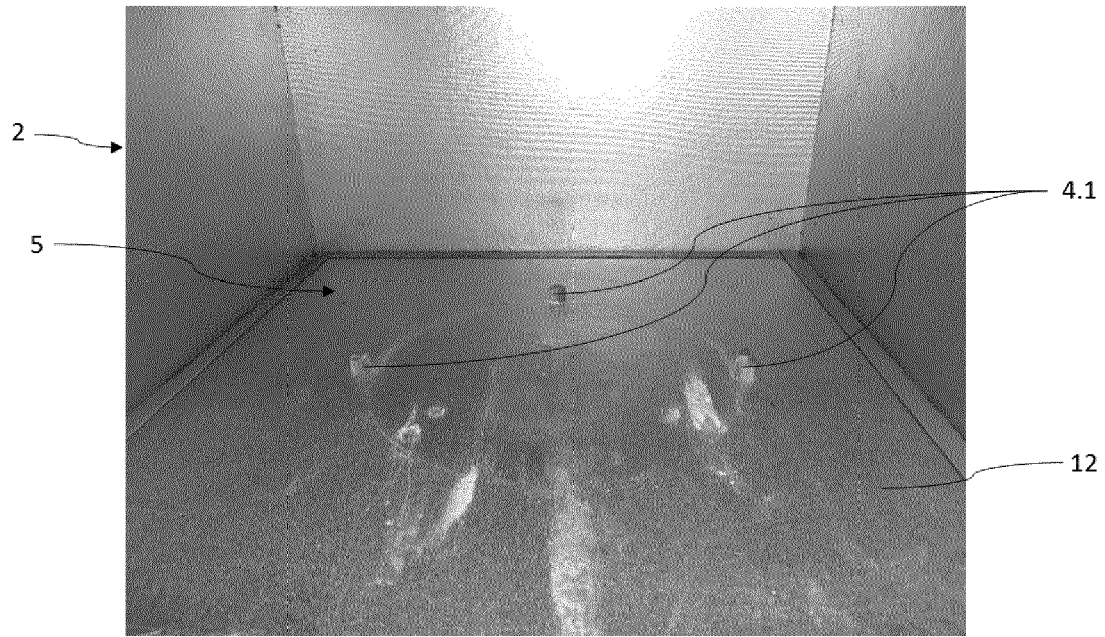


FIG. 3

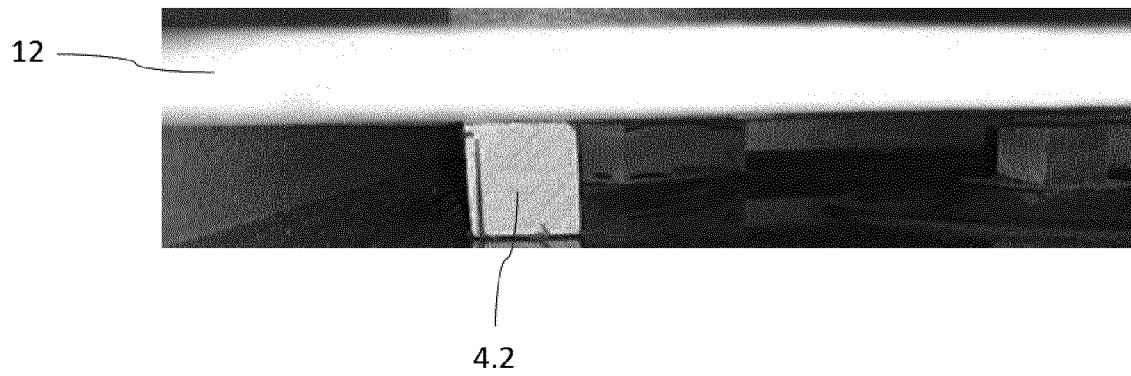


FIG. 4

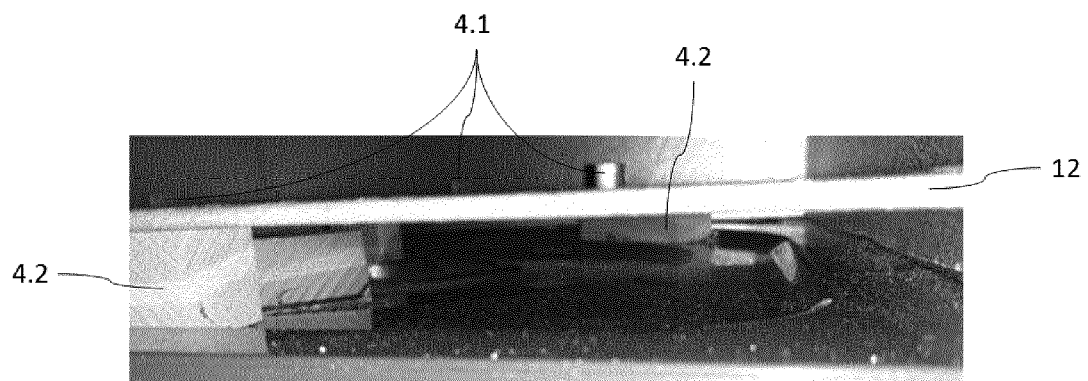


FIG. 5

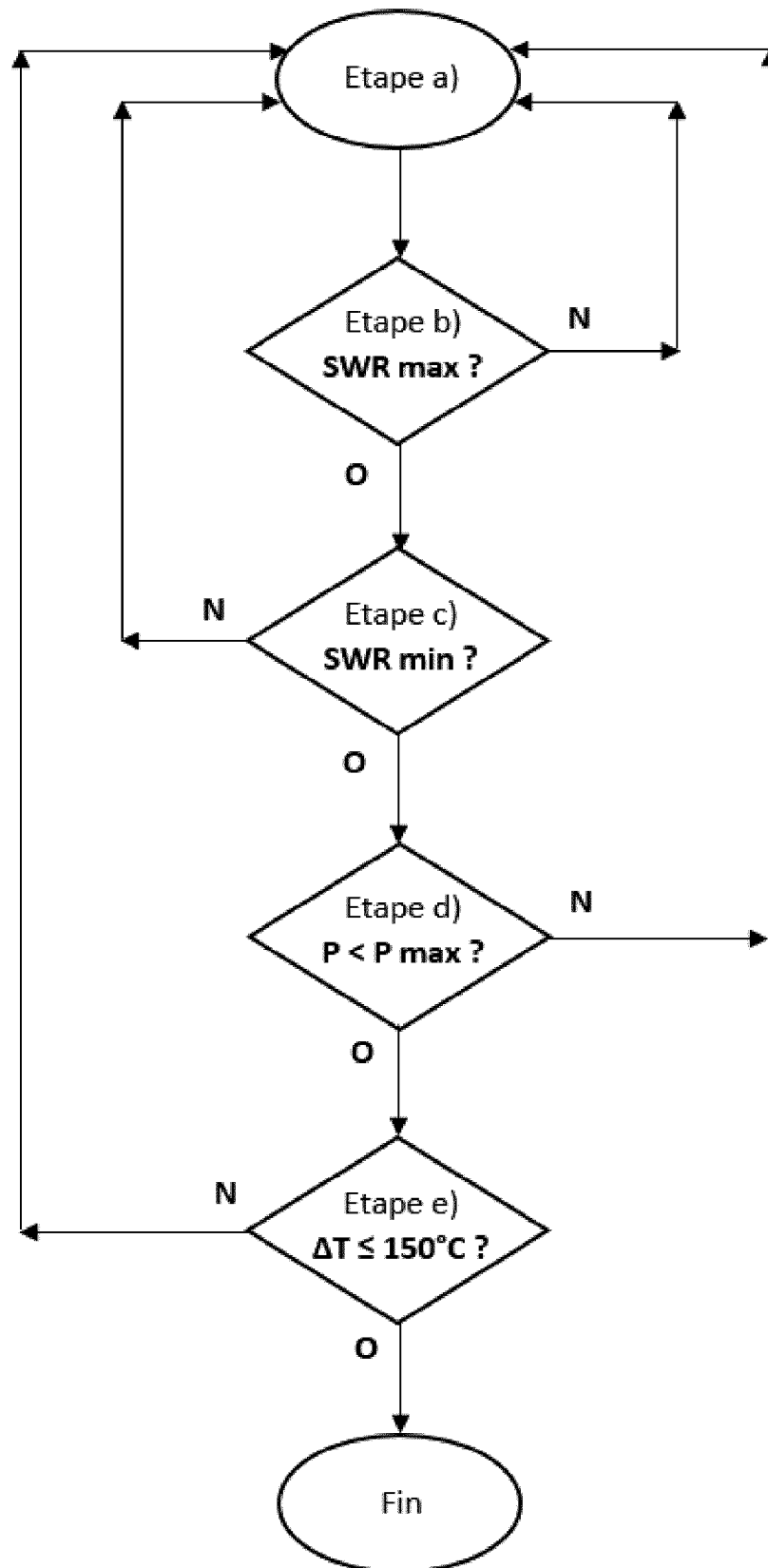


FIG. 6



RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande

EP 21 30 6008

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (IPC)
X	WO 2018/167397 A1 (ASSOCIATION POUR LA RECH ET LE DEVELOPPEMENT DES METHODES ET PROCESSUS) 20 septembre 2018 (2018-09-20)	1-5, 11-14	INV. F27B5/06 F27B17/02 B22F3/105 F27D99/00
A	* page 7 - page 8; revendication 1; figures 1-3 *	6-10	
A,D,P	FR 3 099 408 A1 (OPTIWAVES [FR]) 5 février 2021 (2021-02-05) * le document en entier *	1-14	
A	FR 3 058 138 A1 (CENTRE NAT RECH SCIENT [FR]; UNIV DE CAEN [FR] ET AL.) 4 mai 2018 (2018-05-04) * le document en entier *	1-14	
A	TROMBI L ET AL: "Rapid microwave synthesis of magnetocaloric Ni-Mn-Sn Heusler compounds", SCRIPTA MATERIALIA, ELSEVIER, AMSTERDAM, NL, vol. 176, 9 octobre 2019 (2019-10-09), pages 63-66, XP085879594, ISSN: 1359-6462, DOI: 10.1016/J.SCRIPTAMAT.2019.09.039 [extrait le 2019-10-09] * le document en entier *	1-14	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (IPC)
A	CN 107 917 614 B (HUNAN CHANGEMW TECH CO LTD) 7 mai 2019 (2019-05-07) * abrégé; figures 1-2 *	1,6,11	F27B F27D
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche Munich		Date d'achèvement de la recherche 26 novembre 2021	Examineur Gavriliu, Alexandru
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES 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		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 & : membre de la même famille, document correspondant	

EPO FORM 1503 03.82 (P04C02)

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET EUROPEEN NO.**

EP 21 30 6008

5 La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche européenne visé ci-dessus.
Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

26-11-2021

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
WO 2018167397 A1	20-09-2018	FR 3064001 A1 WO 2018167397 A1	21-09-2018 20-09-2018
FR 3099408 A1	05-02-2021	FR 3099408 A1 WO 2021019187 A1	05-02-2021 04-02-2021
FR 3058138 A1	04-05-2018	CA 3041915 A1 EP 3532449 A1 FR 3058138 A1 JP 2019534235 A US 2019284098 A1 WO 2018077735 A1	03-05-2018 04-09-2019 04-05-2018 28-11-2019 19-09-2019 03-05-2018
CN 107917614 B	07-05-2019	AUCUN	

EPO FORM P0460

Pour tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No.12/82

RÉFÉRENCES CITÉES DANS LA DESCRIPTION

Cette liste de références citées par le demandeur vise uniquement à aider le lecteur et ne fait pas partie du document de brevet européen. Même si le plus grand soin a été accordé à sa conception, des erreurs ou des omissions ne peuvent être exclues et l'OEB décline toute responsabilité à cet égard.

Documents brevets cités dans la description

- FR 3099408 [0059]