

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 375 778**

51 Int. Cl.:
H05H 1/24 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **08762026 .6**
96 Fecha de presentación: **01.02.2008**
97 Número de publicación de la solicitud: **2110007**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **21.10.2009**

54 Título: **DISPOSITIVO PARA GENERAR UN PLASMA FRÍO DENTRO DE UNA ENVOLVENTE EN VACÍO Y UTILIZACIÓN DEL DISPOSITIVO PARA TRATAMIENTOS TERMOQUÍMICOS.**

30 Prioridad:
15.02.2007 FR 0753289

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
06.03.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
06.03.2012

73 Titular/es:
**H.E.F.
RUE BENOÎT FOURNEYRON
42160 ANDREZIEUX-BOUTHEON, FR**

72 Inventor/es:
**MAURIN-PERRIER, Philippe;
CHAVANNE, Hervé y
POIGT, Laure**

74 Agente: **Isern Jara, Jorge**

ES 2 375 778 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Dispositivo para generar un plasma frío dentro de una envoltente en vacío y utilización del dispositivo para tratamientos termoquímicos

5 La invención se refiere a un dispositivo para generar un plasma frío dentro de una envoltente a una presión reducida y se refiere más particularmente a un cátodo apto para generar este plasma frío de gran potencia.

10 Es perfectamente conocido por los técnicos en la materia utilizar, en la industria, plasmas fríos para modificar la superficie de diferentes tipos de materiales, con la finalidad de crear especies activas, fuera de equilibrio, que no existen en estado natural. La utilización de plasmas en los tratamientos termoquímicos permite un control preciso de la concentración en especies activas en oposición a los procedimientos convencionales. Los plasmas fríos a baja presión permiten, además, limitar, de manera significativa, los consumos de gas, lo que presenta ventajas, tanto desde el punto de vista económico como ecológico.

15 Se han propuestos diferentes soluciones técnicas para generar un plasma a presión reducida.

20 De acuerdo con una solución, se polariza directamente las piezas a tratar. Se crea una descarga luminiscente en las proximidades de la superficie, lo que excita la mezcla de gas escogido. Esta técnica es muy utilizada en cementación o nitruración iónica, pero induce heterogeneidades del tratamiento en función de la geometría y de la disposición de las piezas, unas con respecto a otras. En efecto, la intensificación natural del plasma, al nivel de las zonas particulares, tales como orificios, aristas, etc., comporta un sobrecalentamiento local que actúa de manera desfavorable en la calidad del tratamiento. Resulta también de esta técnica que los sustratos son sometidos a un bombardeo iónico intenso, lo que altera su superficie.

25 Otra solución procede de las enseñanzas de la patente FR 2.702.119 que utiliza una antena destinada a inyectar, a modo de un horno de microondas, una onda de volumen en la envoltente. El inconveniente principal de esta tecnología es que las antenas son fuentes puntuales que difícilmente pueden inyectar más de 200 W. Por lo tanto, es necesario multiplicar el número de fuentes para tener un plasma homogéneo dentro de una envoltente industrial. De ello resulta un aumento de las dimensiones, de los costes, así como de los riesgos de fallo. Este tipo de antena no permite inyectar más que una señal de microondas (no señales CC, ni CC pulsado, ni RF) y no facilita su mejor rendimiento más que en condiciones físicas particulares de la resonancia ciclométrica electrónica.

30 Otra solución procede de la materia de la patente FR 2.766.321 que se refiere a un dispositivo de excitación de un gas que comprende una estructura hueca que forma una guía de ondas, estando conectada la estructura a un generador, mientras que hay medios que hacen circular el gas a través de la estructura. Se crea un plasma en el exterior de la estructura o envoltente, dentro de un tubo hueco de material dieléctrico. Los resultados obtenidos no son satisfactorios más que para presiones relativamente elevadas para una tecnología en vacío (superiores a 5 mbar), lo que induce problemas de circulación gaseosa en el interior de la envoltente y, por lo tanto, heterogeneidad de tratamiento.

35 Otra solución procede de la materia de la patente EP 0 872 569 que se refiere a un procedimiento de nitruración por bombardeo iónico, en el que se genera un plasma dentro de un horno. Una corriente es conducida a un cátodo de rejilla metálica, que rodea los artículos a tratar, estando constituido el ánodo por las paredes del horno. Los cátodos utilizados son, en general, poco eficaces para crear especies activas en gran cantidad. El bombardeo iónico al que son sometidos los cátodos induce su calentamiento, lo cual contribuye al calentamiento de las piezas, lo que no permite disociar la temperatura de las piezas de la generación del plasma (por lo tanto, de las especies activas). Otro inconveniente que se produce con este tipo de cátodo es su pulverización debido a fuertes tensiones (del orden de 500 voltios), lo que comporta la contaminación de los sustratos.

40 Para solucionar estos inconvenientes, con la finalidad de limitar la tensión sobre el cátodo, se ha propuesto confinar el plasma en orificios con la finalidad de intensificar y hacer que se reduzca la tensión. Una solución de este tipo resulta de la materia de la patente EP 0 881 865, que se refiere a un dispositivo para la producción de una serie de chorros de plasma de baja temperatura por medio de potencia a alta frecuencia utilizando descargas. El dispositivo comprende varias cámaras con cátodo hueco individual, estando asociado cada chorro de plasma a una cámara con cátodo hueco individual, a título de envoltente de descarga. Entre los inconvenientes generados con esta solución se observa que puede haber un desequilibrio de potencia entre los orificios y que la potencia total es mantenida siempre voluntariamente a una potencia frecuentemente inferior a 1 kW, a causa del sobrecalentamiento del conjunto resultante de un bombardeo iónico muy intenso en los orificios.

45 La invención se ha planteado como objetivo el solucionar estos inconvenientes de manera simple, segura y eficaz.

50 El problema que se propone resolver la invención es el de generar plasmas fríos de gran potencia, dentro de una envoltente de presión reducida, disociando la temperatura de los sustratos de la creación de especies activas, con la finalidad de realizar diferentes tipos de tratamiento superficial, tal como tratamiento por efluvios, tratamientos termoquímicos, activación, inserción, decapado, etc.

Para resolver este problema, el dispositivo utiliza un cátodo que presenta cámaras huecas para el confinamiento electroestático del plasma. De acuerdo con la invención, el problema planteado es resuelto por las características de la reivindicación 1.

5 Para resolver el problema que se presenta de extraer las calorías generadas por el bombardeo iónico intenso, a nivel de los orificios del cátodo, siendo el elemento apto para permitir la circulación de un fluido de enfriamiento independiente del cuerpo del cátodo, estando fijado en él de manera estanca, o bien que este elemento y el cuerpo del cátodo constituyen un conjunto unitario.

10 El cuerpo del cátodo y el elemento apropiado para permitir la circulación de un fluido están realizados en un material amagnético, conductor eléctrico y térmico.

15 A partir de este concepto de base, o bien los imanes tienen preferentemente, todos ellos, la misma orientación norte-sur (figura 2), o tienen un reparto alternado (figura 3), o bien una orientación aleatoria (figura 4).

Las configuraciones magnéticas se aplican según la anchura o longitud del cátodo (figura 5).

20 En una forma de realización, el campo magnético es generado por imanes cilíndricos fijados en los orificios del cuerpo del cátodo.

La invención se refiere igualmente a la utilización del dispositivo para los tratamientos termoquímicos, tales como nitruración, cementación, etc.

25 La invención se explicará a continuación de manera más detallada con ayuda de las figuras de los dibujos adjuntos, en las que:

- la figura 1 es una vista en sección que muestra el principio del dispositivo, según la invención;
- 30 - las figuras 2, 3 y 4 son vistas que muestran las líneas de campo en función de la orientación de los imanes;
- la figura 5 es una vista inferior de un ejemplo de realización del cátodo;
- la figura 6 es una vista en sección longitudinal, según la línea 5-5 de la figura 5;
- 35 - la figura 7 es una vista en planta del elemento de refrigeración;
- la figura 8 es una vista en sección longitudinal, según la línea 7-7 de la figura 7;
- 40 - la figura 9 es una vista en sección longitudinal del cátodo dotado del dispositivo de refrigeración;
- la figura 10 muestra una curva de dureza en función de la profundidad en el caso de un acero inoxidable austenítico (304L) nitrurado con el dispositivo de la invención.

45 El cuerpo del cátodo, designado con el numeral (1), comprende una serie de cámaras huecas (1a) para el confinamiento del plasma. El confinamiento del plasma en las cámaras huecas (1a) permite intensificar y aumentar la creación de especies activas. Cada cámara (1a) está sometida a medios (2) capaces de crear un campo magnético que obliga a los electrones a girar alrededor de las líneas de campo. Estos medios (2) están constituidos por imanes dispuestos alrededor de las cámaras huecas en forma de orificios (1a) y paralelamente a las mismas. Ello tiene como efecto aumentar el número de colisiones de los electrones con las moléculas del gas circundante, lo que aumenta la relación de producción de las especies activas.

50 El cuerpo del cátodo (1) coopera con un dispositivo de refrigeración (3) para permitir la circulación de un fluido de refrigeración para extraer las calorías generadas por un bombardeo iónico intenso a nivel de cada una de las cámaras huecas (1a). Este dispositivo de refrigeración (3) presenta un rebaje central (3a) que hace funciones de cubeta en comunicación con una llegada de agua (4) y una salida de agua (5). Se hará referencia a la figura 7, que muestra la circulación del fluido de refrigeración llegando el agua en (4) rodeando una varilla central (6), siendo evacuada en (5). El dispositivo de refrigeración (3) está fijado sobre el cuerpo del cátodo (1) por tornillos (7) dispuestos en la periferia, estando asegurada la estanqueidad por una unión tórica (8).

60 En esta posición de cierre, los orificios (1b) en los que están dispuestos los imanes, se encuentran en comunicación con el fluido de refrigeración. Se debe observar que los imanes (2) son de tipo permanente y constituidos por cuerpos cilíndricos fijados en los orificios (1b) del cuerpo (1) del cátodo. Las diferentes cámaras huecas (1a) desembocan por el lado del vacío de la envolvente.

65

El dispositivo de refrigeración (3) puede tener dimensiones superiores a las del cuerpo del cátodo con la finalidad de permitir la fijación del conjunto (cátodo-dispositivo de refrigeración) sobre un soporte cualquiera gracias al paso del tornillo.

5 La refrigeración del cátodo (1) evita su calentamiento y también el de los sustratos que se encuentran dentro de la envolvente. Estas disposiciones permiten disponer un tratamiento a baja temperatura, en el que es necesario tener especies activas en gran cantidad, sin que el cátodo contribuya de manera notable a la temperatura de las piezas. Esta refrigeración garantiza igualmente la estabilidad magnética de los imanes (2), cuyo campo magnético disminuye con el aumento de la temperatura.

10 El cuerpo del cátodo (1), así como el dispositivo de refrigeración (3), están realizados en un material amagnético y conductor, tal como aceros inoxidable austeníticos, aluminio, cromo, grafito, o incluso titanio.

15 Tal como resulta de las figuras de los dibujos, y tal como se ha indicado anteriormente, el dispositivo de refrigeración (3) y el cuerpo del cátodo (1) constituyen dos elementos distintos.

20 Sin salir por ello del marco de la invención, no se excluye la realización de un conjunto monobloque (1-3). En este caso, el cuerpo del cátodo incorpora un circuito de agua, para refrigerarla eficazmente. En esta forma de realización, se pueden prever diferentes soluciones para realizar el circuito de agua. Por ejemplo, por la realización de canalizaciones o por soldadura de tubos, u otros, en la superficie.

25 Se aprecia en las figuras 2, 3, y 4, las líneas de campo creadas por los imanes (2), que pueden ser orientadas de manera aleatoria, figura 4, o de manera alternada, figura 3, pero preferentemente, según una misma orientación norte-sur, figura 2. Las líneas de campo resultantes forman un bucle en las cámaras huecas (1a) del cátodo y son paralelas a estas últimas.

Es posibles escoger configuraciones magnéticas diferentes para cada fila 3 imanes (por ejemplo, una línea según la figura 2, después una línea según la figura 3, etc.).

30 Se debe observar que la fijación de los imanes (2) en los orificios (1b) del cuerpo del cátodo es efectuada por cualquier medio conocido, tal como anillos elásticos ("circlips"). Eventualmente, los imanes pueden estar encajados en su alojamiento. Dado que el cátodo está refrigerado, los imanes (2) pueden estar constituidos por un material con baja temperatura de curie, tal como los neodimio-hierro-boro, o las ferritas, e igualmente imanes con temperatura de curie elevada, tal como los AlNiCo o incluso los samario-cobalto.

35 El cátodo puede estar alimentado por una corriente continua (CC), o por una corriente continua pulsada (CC pulsada), o bien por una corriente de baja frecuencia, o por una corriente de radiofrecuencia (RF). A igual potencia, la corriente de radiofrecuencia presenta la ventaja de limitar la pulverización del cátodo y de facilitar una descarga más estable que en los otros modos de alimentación. La tabla 1 resume las tensiones observadas (con 600°C ambiente) sobre el cátodo para una presión de 10^{-1} mbar y para una mezcla de argón, nitrógeno e hidrógeno.

Tabla 1: Tensiones medidas en el cátodo en función del modo de excitación

Tipo de alimentación	Tensión medida en el cátodo en voltios (potencia incidente 2 kW)
CC	550
CC pulsada 250 KHz	450
RF 13,56 MHz	155

45 Para una presión de 10^{-1} mbar a 200 V, la pulverización de los orificios del cátodo resulta muy reducida, lo que le confiere una duración de vida importante: después de más de 500 horas de funcionamiento (a $4,5 \text{ W/cm}^2$), el desgaste medido en los orificios (1a) del cátodo (1) se muestra reducido (inferior a 1 mm de radio) y muy homogéneo.

50 Ensayos efectuados a título confidencial han permitido poner en evidencia ventajas importantes obtenidas por las características del cátodo, según la invención, resultando esencialmente de la combinación de las cámaras huecas, los imanes y su refrigeración.

55 La potencia aplicada en el cátodo puede ser de varios kW. Con un cátodo no refrigerado, los tratamientos a baja temperatura deben ser acompañados forzosamente de una disminución de la potencia (por lo tanto, disminución de la densidad de especies activas) con la finalidad de limitar el calentamiento del cátodo por el bombardeo iónico. Con un cátodo hueco magnético refrigerado, según la invención, incluso después de 5 horas de funcionamiento a 2 kW (es decir, 6 W/cm^2 si se considera que la parte esencial de la potencia está localizada en los orificios), la

temperatura en la envolvente no supera 150°C, lo que es imposible con otros tipos de cátodos, tales como los definidos según el estado de la técnica.

5 Contrariamente a las corrientes CC y CC pulsada, la corriente de radiofrecuencia (RF) tiene la ventaja de suministrar una descarga estable para cualquier temperatura. La tabla 2 facilita ejemplos de tensiones observadas en función de la temperatura, así como la presión límite, por debajo de la cual el plasma se extiende dentro de los orificios.

TABLA 2

10

Tipo de alimentación	Tensión medida a 20° (V)	Tensión medida a 500°C (V)	Presión de extinción del plasma a 20°C (mbar)	Presión de extinción del plasma a 500°C (mbar)
CC	350	500	0,120	0,250
CC pulsada	250	430	0,090	0,180
RF (13,56 MHz)	150	155	0,001	0,001

La desviación de la tensión en función de una temperatura para las descargas CC y CC pulsada es un fenómeno muy inesperado, tanto más cuanto que la desviación no existe con las descargas RF.

15

En teoría, la configuración del campo magnético, tal como se ha representado en la figura 2, no permite que los electrones puedan pasar de un orificio a otro. Por lo tanto, desde el momento en que el plasma se enciende en un orificio, se enciende igualmente en todos los demás, mientras que esto no se produce en presencia de imanes.

20

La dimensión óptima de los orificios depende de la presión de trabajo: cuanto más débil y mayor es el diámetro de los orificios debe ser importante. El campo de utilización de los cátodos huecos magnéticos refrigerados se extiende entre 10⁻⁵ y 30 mbar. Los diámetros de los orificios correspondientes varían entre 100 y 0,1 mm. En todos los casos, es preferible que la profundidad de los orificios sea, por lo menos, igual a su diámetro para optimizar el rendimiento de la descarga.

25

Se han realizado ensayos de nitruración con un cátodo hueco magnético refrigerado de acuerdo con la invención, compuesto por 32 orificios de diámetro 16 mm y 51 imanes de diámetro 10 mm. Las dimensiones del cátodo utilizado son: 400 x 80 x 50 mm.

30

En una mezcla de argón (50%), nitrógeno (30%) e hidrógeno (20%), se forma una capa de combinación de 10 µm sobre un 42CrMo4 en 4 horas a 580°C, para una presión de 10⁻¹ mbar y una potencia de 1500 W RF en el cátodo. En las mismas condiciones, la utilización de un cátodo clásico (sin orificios ni imanes) solo permite formar una capa de 2 a 3 µm.

35

Con una mezcla pobre en nitrógeno (10% diluido en 90% de hidrógeno), es posible evitar la formación de una capa de combinación, y esto, cualquiera que sea la temperatura, para las aplicaciones en las que esta capa no es deseada: trabajo con choques, depósitos PVD después de nitruración, etc.

40

Ha sido posible igualmente nitrurar aceros inoxidable a temperaturas tan bajas como 400°C (por lo tanto, sin perder características anti-corrosión) conservando potencias elevadas en el cátodo (> 2 kW). Se ha medido un endurecimiento en 10 µm en un acero inoxidable austenítico (304L) después de 24 horas de tratamiento a 400°C (ver figura 10).

45

Se debe observar que para aumentar las dimensiones del cátodo es suficiente aumentar su longitud respetando el motivo de base (un orificio rodeado por cuatro imanes, por ejemplo), o también aumentar su anchura añadiendo nuevas filas de orificios y de imanes. La forma del cátodo se puede adaptar a cualquier tipo de envolvente: puede ser redonda, cuadrada, o rectangular.

50

Las ventajas se deducen bien de la descripción.

REIVINDICACIONES

1. Dispositivo para generar un plasma frío dentro de una envolvente en vacío por medio de un cátodo (1) que presenta cámaras huecas (1a) para el confinamiento del plasma,
5 caracterizado por comprender imanes (2) dispuestos paralelamente a las cámaras huecas (1a) en orificios (1b), desembocando las cámaras huecas (1a) en el lado vacío, dentro de la envolvente, para obligar a los electrones a girar alrededor de las líneas de campo cooperando el cuerpo del cátodo (1) con un elemento (3) apropiado para permitir la circulación de un fluido de refrigeración para extraer las calorías generadas por el bombardeo iónico intenso a nivel de cada una de dichas cámaras huecas (1a).
10
2. Dispositivo, según la reivindicación 1, caracterizado porque los orificios (1b) se encuentran en comunicación con el fluido de refrigeración.
3. Dispositivo, según la reivindicación 1, caracterizado porque el elemento (3), apropiado para permitir la circulación de un fluido de refrigeración, es independiente del cuerpo del cátodo (1), estando fijado en él de manera estanca.
15
4. Dispositivo, según la reivindicación 1, caracterizado porque el elemento (3), apropiado para permitir la circulación de un fluido de refrigeración, y el cuerpo del cátodo (1) constituyen un conjunto unitario.
- 20 5. Dispositivo, según la reivindicación 1, caracterizado porque el cuerpo del cátodo (1) y el elemento (3), apropiado para permitir la circulación de un fluido, están realizados en un material amagnético y conductor.
6. Dispositivo, según la reivindicación 1, caracterizado porque los imanes (2) tienen, todos, la misma orientación norte-sur.
25
7. Dispositivo, según la reivindicación 1, caracterizado porque los imanes (2) están orientados de manera aleatoria.
8. Dispositivo, según la reivindicación 1, caracterizado porque los imanes (2) tienen una orientación alternada.
- 30 9. Dispositivo, según la reivindicación 1, caracterizado porque los imanes (2) son de tipo permanente, y constituidos por un cuerpo cilíndrico fijado en los orificios (1b) del cuerpo del cátodo (1).
10. Utilización del dispositivo, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, para tratamientos termoquímicos.
- 35 11. Utilización del dispositivo, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, para nitruración.

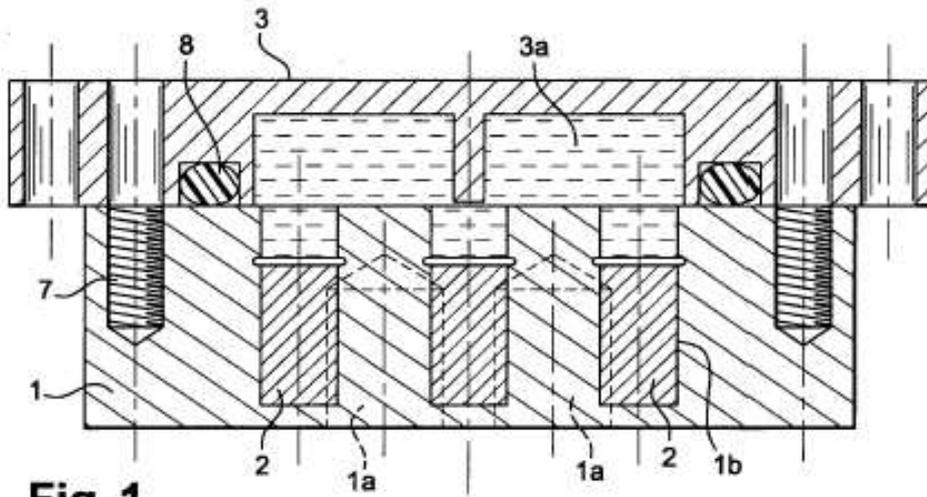


Fig. 1

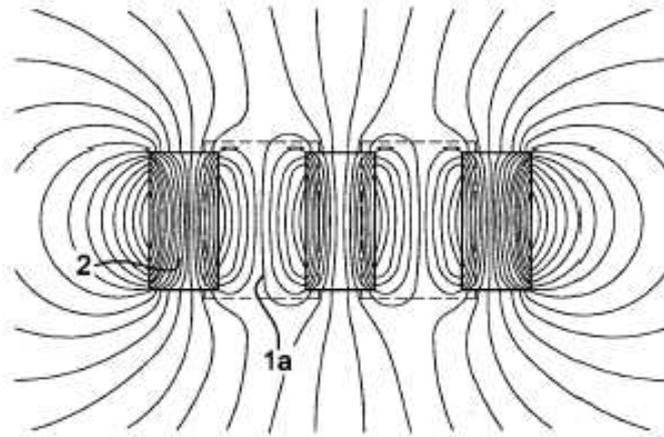


Fig. 2

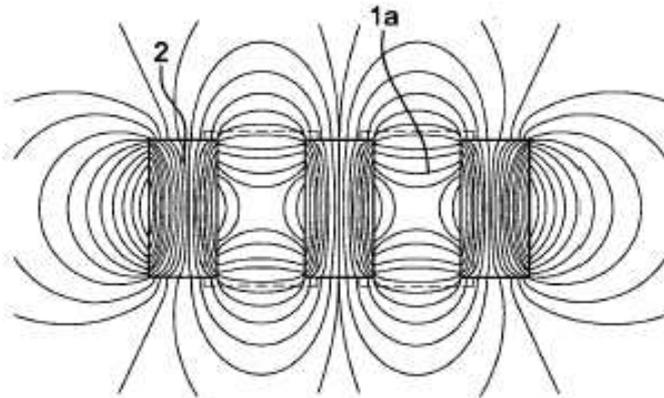


Fig. 3

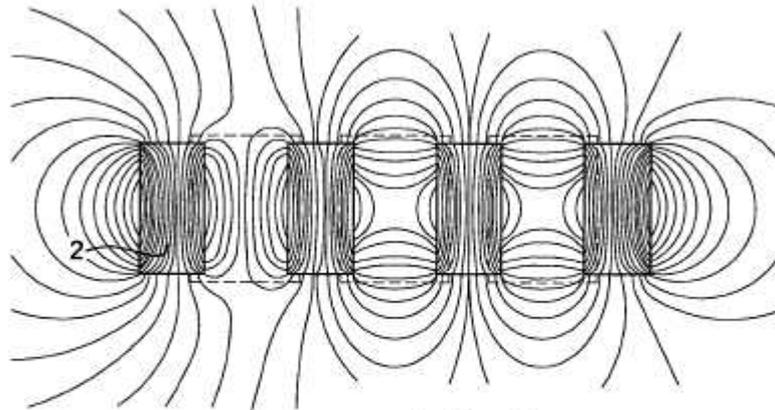


Fig. 4

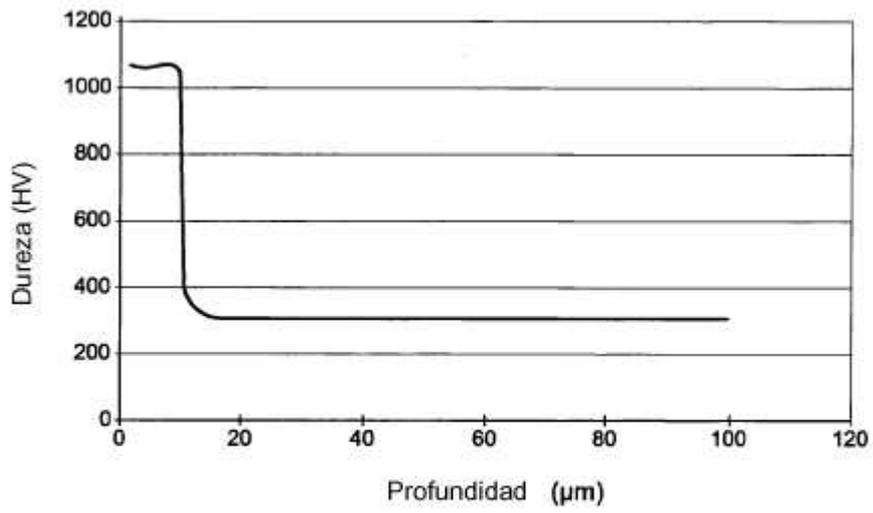


Fig. 10

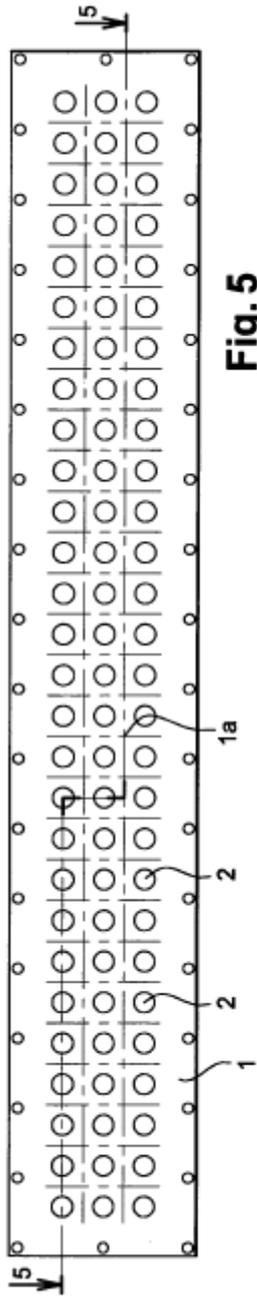


Fig. 5

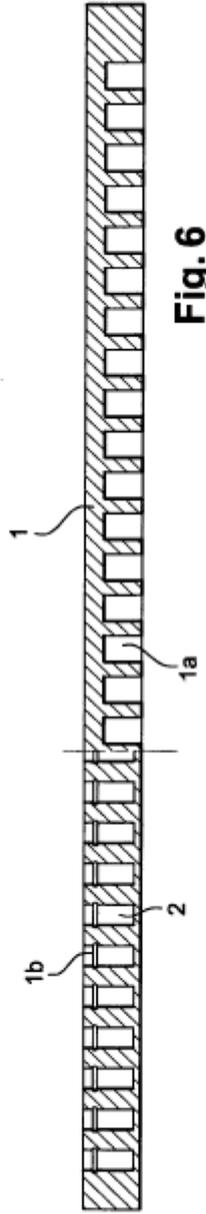


Fig. 6

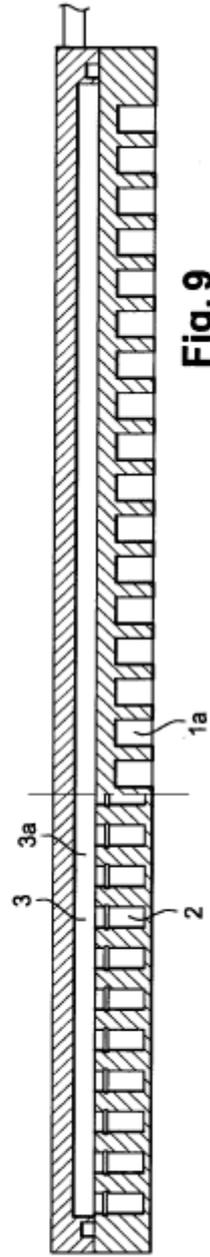


Fig. 9

