

12 **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**
publiée en application de l'article 158, paragraphe 3 de la CBE

21 Numéro de dépôt: 79900934.5

51 Int. Cl.³: **C 22 C 1/02**
C 22 C 1/10

22 Date de dépôt: 09.08.79

Données relatives à la demande internationale prise pour base:

86 Numéro de dépôt international:
PCT/JP79/00211

87 Numéro de publication internationale:
WO80/00352
Date de publication internationale:
06.03.80

30 Priorité: 11.08.78 JP 97227/78

43 Date de publication de la demande:
28.01.81 Bulletin 81/4

84 Etats Contractants Désignés:
FR

71 Demandeur: Hitachi, Ltd.
5-1, Marunouchi 1-chome
Chiyoda-ku Tokyo 100(JP)

71 Demandeur: Hitachi Chemical Co., Ltd.
2-1-1, Nishi-shinjuku Shinjuku-ku
Tokyo(JP)

72 Inventeur: KOMURO, Katsuhiko
37-11, Moriyama-cho 2-chome
Hitachi-shi, Ibaraki 316(JP)

72 Inventeur: SUWA, Masateru
1220-191, Muramatsu Tokai-mura
Naka-gun, Ibaraki 391-11(JP)

72 Inventeur: SOENO, Koh
10-13, Takasuzu-cho 1-chome
Hitachi-shi, Ibaraki 317(JP)

72 Inventeur: OHSAWA, Masato
31-8, Suwa-cho, 4-chome
Hitachi-shi, Ibaraki 316(JP)

74 Mandataire: Loyer, Jean Marius Louis et al,
Cabinet Dupuy & Loyer 14, rue La Fayette
F-75009 Paris(FR)

54 **PROCEDE DE PRODUCTION D'UN ALLIAGE D'ALUMINIUM CONTENANT DU GRAPHITE.**

57 Un procédé de production d'un alliage d'aluminium contenant du graphite consiste à introduire des particules de graphite dans de l'aluminium en fusion. On empêche les particules de graphite de flotter sur l'aluminium en fusion lors de leur introduction, en ajoutant du titane, du chrome, du zirconium, du nickel, du vanadium, du cobalt, du manganèse, du niobium, ou du phosphore à l'aluminium avant d'introduire les particules de graphite. L'alliage est approprié pour être utilisé pour des éléments de friction à sec des paliers ou autres organes.

EP 0 022 869 A1

Domaine technique

5 La présente invention concerne un procédé de préparation d'alliages en aluminium contenant du graphite, qui comprend l'addition et la dispersion de particules de graphite, particulièrement de particules de graphite non recouvertes d'un métal, dans une coulée d'aluminium ou en
10 alliage de ce dernier.

Technique antérieure

Dans de nombreux éléments structuraux de contact par glissement, utilisés dans des moteurs à combustion interne, tels que paliers, engrenages, pistons, cylindres, curseurs
15 et analogues, on a utilisé, d'ordinaire, des alliages métalliques contenant un lubrifiant solide. Cette méthode est utilisée pour compenser une perte de lubrification en fournissant une action auto-lubrifiante du lubrifiant solide quand une pellicule d'une huile lubrifiante est
20 détruite. On sait que le graphite convient très bien comme lubrifiant solide. En conséquence de nombreux alliages contenant des particules de graphite ont été, jusqu'à ce jour, proposés et fabriqués. Cependant, la plupart de ces alliages métalliques contenant des particu-
25 les de graphite est préparée selon une métallurgie de pulvérisation, de sorte que les produits de frittage résultant ne présentent pas de propriétés mécaniques suffisantes.

Dans le cas de produits de grandes dimensions, les
30 frais de fabrication sont beaucoup plus élevés que dans le cas de produits coulés ou forgés. Aussi, il a été fait un sérieux effort pour développer une technique de coulée capable de disperser uniformément des particules de graphite dans des alliages métalliques sans avoir besoin
35 de faire flotter ces particules de graphite.

Plus particulièrement, les procédés suivants ont été récemment proposés comme technique de dispersion des

particules de graphite dans une coulée d'alliage en aluminium (solubilité du graphite inférieure, en poids, à 0,01%) avec lequel le graphite est incompatible en métallurgie, sans avoir recours à la flottaison des
5 particules de graphite.

Il a donc été proposé une méthode selon laquelle une poudre mélangée de particules de graphite enduite de nickel et d'un halogénure est incorporée dans une coulée d'un alliage hypereutectique Al-Si et des tourbillons
10 sont formés dans la coulée par un agitateur pour y disperser uniformément les particules de graphite, et une autre méthode selon laquelle des particules de graphite recouvertes d'un métal et mises en suspension dans un gaz porteur sont soufflées dans une coulée d'un alliage
15 d'aluminium, méthode décrite dans la publication du brevet japonais n°45-13224.

Cependant, ces méthodes comportent les problèmes et défauts décrits ci-dessous. Dans chacune de ces méthodes, il est indispensable que les surfaces des particules de
20 graphite à disperser soient recouvertes d'un métal.

Un revêtement métallique peut être formé sur les surfaces des particules de graphite par placage chimique ou analogues. Cependant, ce procédé comporte des étapes compliquées, les installations de traitement des eaux
25 résiduelles et analogues posent de gros problèmes et par conséquent les prix de revient de ces produits en sont défavorablement accrus.

En outre, comme les surfaces des particules de graphite enduites de métal sont à l'état oxydé, même si
30 ces particules sont jetées et dispersées dans une coulée, elles risquent de remonter à la surface de la coulée en raison de la faible mouillabilité avec celle-ci et il est impossible de disperser les particules de graphite de façon uniforme dans la coulée. Il a donc été proposé
35 d'améliorer cette mouillabilité en traitant les particules de graphite dans une atmosphère d'hydrogène.

Cependant, dans ce cas, de nombreuses soufflures se

forment par décharge d'hydrogène à partir du coeur des particules de graphite et on ne peut pratiquement pas obtenir de produits valables.

Il est nécessaire d'incorporer une quantité variant
5 de 4 à 30%, en poids, de graphite dans l'aluminium ou son alliage pour obtenir un effet lubrifiant suffisant du graphite dans un frottement à sec. L'utilisation de
particules de graphite enduites d'un métal n'est pas
appropriée pour jeter et disperser une aussi grande
10 quantité de particules de graphite dans une fusion de courte durée avec un haut rendement.

De plus, quand on souhaite jeter et disperser une grande quantité de particules de graphite enduites de métal dans la fusion à un instant précis, la chaleur
15 nécessaire pour fondre le métal est prise à partir de la fusion comme matrice, et la température de cette dernière s'abaisse rapidement jusqu'à réduire la fluidité de la fusion, et les particules de graphite enduites du métal ajouté risquent de flotter à la surface de la fusion. Les
20 particules de graphite enduites de métal qui flottent à la surface de la coulée ne peuvent plus être redispersées dans cette coulée en raison de l'oxydation superficielle. En conséquence, si l'on souhaite disperser une grande
quantité de particules de graphite dans la coulée, il est
25 nécessaire de jeter et disperser ces particules petit à petit et en quantités croissantes, ce qui nécessite une durée assez longue pour disperser la quantité prédéterminée de graphite.

Quand une longue durée est ainsi exigée pour effectuer
30 la dispersion des particules de graphite jetées et dispersées dans la coulée, le graphite initial granulaire commence à flotter à la surface de la coulée et par conséquent, le rendement d'utilisation de ce graphite se détériore grandement.

35 Le procédé qui utilise la poudre mélangée nécessite un temps considérable pour ce mélange, et il est très difficile de choisir une granulométrie adéquate pour

mélanger les particules de graphite à disperser dans la coulée. Si l'on utilise un gaz porteur, les particules de graphite qui peuvent être utilisées sont limitées à de très fines particules, et une longue durée est nécessaire pour terminer la dispersion d'une quantité prédéterminée des particules de graphite.

Compte tenu de ce qui précède, il a été souhaité de développer un procédé de préparation d'alliages d'aluminium contenant du graphite, qui utiliserait des particules de graphite non revêtues d'un métal.

Exposé de l'invention

La présente invention a pour but de proposer un procédé de préparation d'alliages en aluminium contenant du graphite, selon lequel on jette et disperse en un temps très court des particules de graphite de 2 à 30% en poids dans des coulées d'aluminium ou d'alliages de ce dernier, avec une efficacité d'utilisation adéquate.

L'invention a aussi pour but de proposer un procédé de préparation d'alliages en aluminium contenant du graphite, qui utilise des particules de graphite non recouvertes d'un métal de sorte qu'il soit possible d'employer des particules de graphite brut pour réduire les frais de fabrication.

L'invention a encore pour but de proposer un procédé de préparation d'alliages en aluminium contenant du graphite, selon lequel la structure de coulée est rendue fine et les particules de graphite ne risquent pas de flotter à la surface de la coulée. Une des caractéristiques de l'invention réside dans un procédé de préparation d'alliages en aluminium contenant du graphite, qui comporte les étapes suivantes : incorporation, par exemple en jetant 1,5 à 20%, en poids, d'au moins un métal additif choisi dans le groupe : titane [Ti], chrome [Cr], zirconium [Zr], nickel [Ni], vanadium [V], cobalt [Co], manganèse [Mn] et niobium [Nb], dans une coulée d'aluminium ou d'alliage de ce dernier, après introduction dudit métal, lancement et dispersion de 2 à 30%, en poids, de particules de graphite à

l'intérieur de la coulée et après cela, solidification de la coulée d'aluminium ou d'alliage d'aluminium contenant ces particules de graphite.

A la place du métal additif cité ci-dessus, comme agent protecteur de la flottaison du graphite, il est possible d'empêcher au maximum, c'est à dire de réduire, la flottaison des particules de graphite en ajoutant 0,1 à 3%, en poids, de phosphore (P).

Une autre caractéristique de l'invention réside dans le stade de solidification de la coulée sous une pression de 400 à 1000 kg/cm² pour rendre la structure frittée très fine et supprimer la flottaison des particules de graphite.

Selon l'invention, il est possible de préparer un alliage de coulée d'aluminium dans lequel les particules de graphite sont sensiblement et uniformément dispersées dans toute la structure du lingot affiné, le revêtement métallique sur la surface des particules de graphite est éliminé et la flottaison de ces dernières est réduite. De plus, même si l'alliage d'aluminium résultant contenant les particules de graphite est à nouveau fondu, ces particules ne flottent pas à la surface de la coulée.

Brève description du dessin

Le dessin est une simple figure montrant la relation entre la quantité dispersée des particules de graphite et la granulométrie de celui-ci quand des métaux additifs sont incorporés dans une coulée d'alliage d'aluminium en faisant varier la quantité de ces métaux additifs.

Meilleure manière de réaliser l'invention

On va expliquer ci-dessous, en détails, la meilleure manière de réaliser l'invention.

Il est souhaitable qu'un alliage d'aluminium dans lequel sont jetées et dispersées des particules de graphite contienne au moins un élément suivant : étain (Sn), cuivre (Cu), plomb (Pb) et silicium (Si). La raison d'utiliser de tels alliages est d'améliorer encore plus la valeur d'utilisation de ceux-ci, quand des particules de graphite

sont dispersées dans des alliages de Al-Sn, Al-Cu, Al-Pb et Al-Si, alliages largement utilisés jusqu'à présent dans des paliers ou analogues.

Avant de jeter les particules de graphite dans la
5 coulée d'aluminium ou d'alliage de ce dernier, un élément au moins, choisi dans le groupe : Ti, Cr, Zr, V, Nb, Ni, Co, Mn et P est incorporé dans ladite coulée. Ces éléments ont été choisis sur la base de résultats expérimentaux.

En plus de ces 9 éléments, des essais ont été réalisés
10 sur 11 autres éléments, à savoir : baryum [Ba], béryllium [Be], cérium [Ce], fer [Fe], césium [Cs], potassium [K], neptunium [Np], calcium [Ca], tungstène [W], hafnium [Hf] et antimoine [Sb], mais on a trouvé que tous ces 11 éléments sont inefficaces pour supprimer la flottaison des
15 particules de graphite. Les éléments testés sont ordinairement connus comme des éléments formant des carbures, et seuls les 9 éléments cités en premier peuvent empêcher la flottaison des particules de graphite. Dans le cas de ces éléments, quand on examine les textures de produits
20 résultants au microscope électronique ($\times 1000$), on ne trouve aucune couche de carbure entre les particules de graphite et l'alliage en aluminium.

Si des particules de graphite sont incorporées en une quantité variant en poids, de 2 à 30%, on peut obtenir
25 l'effet de lubrification le plus élevé quand le produit est utilisé sous frottement à sec. Il est difficile d'obtenir un effet lubrifiant suffisant avec une incorporation inférieure à 2% en poids des particules de graphite. Tandis que, lorsque les particules de graphite sont
30 utilisées dans une quantité supérieure à 30% en poids, la résistance à l'abrasion se dégrade et la résistance mécanique diminue aussi.

Si les particules de graphite sont incorporées dans l'intervalle de 2 à 30% en poids, il est souhaitable
35 qu'au moins un des éléments : Ti, Cr, Zr, Ni, V, Co, Mn ou Nb soit d'abord incorporé dans la coulée en une quantité variant, en poids, de 1,5 à 20%. Si de tels éléments sont

incorporés dans une quantité totale supérieure à 20% en poids, bien que l'effet d'empêcher la flottaison du graphite puisse être atteint, il existe un risque de voir apparaître certains défauts inattendus si l'alliage moulé 5 résultant est utilisé pour un palier ou un piston.

Aussi, il n'est pas recommandé d'incorporer la quantité totale de tels éléments dans l'intervalle supérieur à 20% en poids.

A la place de ces éléments, on peut incorporer dans la 10 coulée 0,1 à 3%, en poids, de phosphore [P] pour obtenir un effet identique.

Si le graphite est incorporé dans une quantité de 20 à 30%, en poids, les alliages résultants d'aluminium contenant le graphite conviennent comme éléments métalli- 15 ques à utiliser en faible charge et à grande vitesse.

Si le graphite est incorporé en une quantité de 2 à 15%, en poids, particulièrement entre 2 et 5%, les alliages résultants d'aluminium conviennent comme éléments métalliques à utiliser dans des conditions de frottement 20 par lubrifiant, parceque les parties contenant du graphite sont efficaces pour fournir un réservoir d'huile.

Il est encore plus souhaitable que la température de la coulée dans laquelle sont jetées les particules de graphite se situe entre une valeur supérieure de 50°C par 25 rapport au liquide et 900°C environ. Quand la température n'est pas maintenue au dessus de ce niveau supérieur de 50°C par rapport au liquide, la fluidité de la coulée se dégrade et des défauts comme des soufflures risquent de se former.

30 Il n'est pas souhaitable que la température de la coulée soit supérieure à 900°C, parceque les particules de graphite risquent de flotter. Il est possible d'utiliser des particules de graphite naturel et des particules de graphite synthétique. Le liquide est environ à 570°C avec 35 un alliage Al-Si contenant 12%, en poids, de Si, à 700°C avec un alliage Al-Si contenant 20%, en poids de Si, à 640°C avec un alliage Al-Sn contenant 10%, en poids, de Sn

et à 650°C avec un alliage Al-Cu contenant 4%, en poids, de Cu. Il est recommandé d'ajouter le Cu, Mg, Ni, Zn, Mn ou Pb, et les éléments d'alliage analogues en petites quantités à ces deux systèmes élément-matrice pour renforcer la matrice. La température du liquide change en fonction de la quantité des éléments ajoutés pour supprimer la flottaison des particules de graphite et si ces particules de graphite sont ajoutées de façon adéquate pour empêcher qu'elles flottent, la température ne change que de $\pm 200^\circ\text{C}$.

10 La coulée, immédiatement avant l'incorporation des particules de graphite, est maintenue soit au repos soit agitée. Quand la coulée est maintenue au repos, elle doit être agitée après incorporation des particules de graphite. De toutes façons, une fois que les particules de graphite
15 sont incorporées, elles sont mises en suspension dans les tourbillons de la coulée, produits par agitation, de manière à faciliter leur dispersion.

Cette opération est très importante, car, dans le cas contraire, on ne peut pas obtenir un lingot moulé
20 dans lequel sont uniformément dispersées les particules de graphite. Quand l'agitation de la coulée est terminée et que cette coulée est laissée au repos, elle est solidifiée sous pression. Cette solidification sous pression résulte dans une solidification rapide de la coulée. Le
25 transfert de chaleur entre la coulée et le moule est amélioré par pressurisation, la solidification de la coulée est accélérée et on obtient une structure de moulage précise.

En outre, les imperfections du lingot disparaissent
30 aussi. Une pression de 400 à 1000 kg/cm² est souhaitable pour réaliser la solidification. Si cette pression est inférieure à 400 kg/cm², on ne peut pas extraire assez de gaz. Si au contraire elle est supérieure à 1000 kg/cm², une telle haute pression nécessite un dispositif trop important
35 augmentant de ce fait les frais de cet appareillage.

On peut aussi façonner un lingot dans lequel le graphite est uniformément dispersé, en faisant varier la

forme du moule métallique utilisé à cet effet, par exemple en rendant le diamètre du moule long et étroit, et en utilisant un système de refroidissement par eau.

Dans l'alliage d'aluminium contenant du graphite, ce 5 dernier agit généralement comme un lubrifiant solide et contribue fortement à améliorer la résistance à l'abrasion. Cette action est influencée par la taille des particules de graphite utilisées.

Quand la grosseur des particules de graphite est trop 10 petite, une adhérence intervient dans ces particules en frottement et le graphite adhère à la surface de frottement d'un élément de contact. Ce phénomène s'observe souvent quand la grosseur des particules de graphite se situe entre 20 et 50 μm . Si cette grosseur est inférieure 15 à ces valeurs, le graphite qui adhère au contact est expulsé du système de frottement.

Compte tenu de ce qui précède, il est souhaitable que le diamètre moyen des particules de graphite à utiliser soit de 50 μm . Le degré de dispersion des particules de 20 graphite est influencé par la vitesse d'agitation de la coulée. Par exemple, un alliage d'aluminium contenant, en poids, 12% de Si et 3% de Cr est fondu et maintenu à une température de 700°C dans un creuset en graphite de 90 mm de diamètre. On agite ensuite la coulée en utilisant des 25 palettes à différentes vitesses, et on ajoute de la poudre de graphite naturel de 60 à 80 mailles à la coulée, dans une quantité égale à 9%, en poids, puis on observe la dispersion des particules de graphite. A une vitesse de rotation inférieure à 50 tours/minute, aucun tourbillon 30 ne se produit dans la coulée qui est seulement agitée, de sorte que cela prend un grand moment avant que les particules de graphite ne soient dispersées dans la coulée. De plus, une petite partie de ces particules de graphite ne se disperse pas dans la coulée malgré une agitation assez 35 longue, vu les taches sur les couches superficielles.

A une vitesse d'agitation supérieure à 500 tours/minute, on observe de nombreux tourbillons désordonnés et les

particules de graphite incorporées flottent à la surface de la coulée. Entre 50 et 500 tours/minute, des tourbillons normaux se produisent et les particules de graphite sont dispersées dans la coulée.

5 Possibilité d'exploitation industrielle

On va expliquer à présent, en fonction d'exemples comparatifs, certains modes de réalisation de l'invention.

Mode de réalisation 1

On fait fondre dans un creuset en graphite de 90 mm de diamètre intérieur 700 g d'un alliage Al-Si contenant 20%, en poids, de Si et on maintient une température de 650°C. On introduit dans le creuset un élément en forme de palette qui fera tourner et agiter la coulée d'alliage Al-Si à 100 tours/minute pour y former des tourbillons.

Ensuite, on ajoute à la coulée du graphite naturel pulvérisé de 177 à 250 μm [80~60 mailles] de grosseur, en une quantité de 9% en poids. On incorpore dans la coulée l'un des éléments suivants : Ti, Cr, Zr, V, Ni, Co, Mn et Nb, et la quantité d'un tel élément additif incorporé est changée pour déterminer la quantité de l'élément additif nécessaire pour disperser jusqu'à 30%, en poids, des particules de graphite sans provoquer la flottaison de ces dernières. Les résultats mesurés sont représentés sur le tableau 1. On peut y constater que si la coulée contient l'un de ces éléments dans une quantité de 1 à 20%, en poids, les particules de graphite peuvent être incorporées entre 2 et 30% en poids. Dans ce procédé, la solidification sous pression se fait à 600 kg/cm².

On fond à nouveau un lingot à particules de graphite incorporées qui contient un élément efficace pour supprimer la flottaison du graphite, mais les particules de graphite ne flottent pas. On n'observe aucune différence en dispersant les particules de graphite sur la base de la différence de l'élément additif.

35 Exemple comparatif 1

On fait fondre dans un creuset en graphite de 90 mm de diamètre intérieur 700 g d'un alliage Al-Si contenant 20%,

en poids, de Si et on maintient la température de la coulée à 850°C. On introduit dans ce creuset un élément en forme de palette qui fera tourner et agiter la coulée d'alliage Al-Si à 100 tours/minute pour y former des 5 tourbillons. Ensuite, on ajoute à cette coulée 9%, en poids, de graphite naturel pulvérisé de 177 à 250 μm (80~60 mailles) de grosseur et on solidifie sous pression de 600 kg/cm². Cependant, le graphite flotte à la surface de la coulée et ne se disperse pas dans celle-ci.

10 Exemple comparatif 2

On fait fondre dans un creuset en graphite de 90 mm de diamètre intérieur 700 g d'un alliage Al-Sn contenant 10%, en poids, de Sn et on maintient la température de cette coulée à 650°C. On introduit dans le creuset un 15 élément en forme de palette qui fera tourner et agiter l'alliage Al-Sn à 100 tours/minute pour y former des tourbillons. Ensuite, on ajoute dans cette coulée 9%, en poids, de graphite naturel pulvérisé de 177 à 250 μm de grosseur (80~60 mailles) et on solidifie sous pression de 20 600 kg/cm². Cependant, des particules de graphite flottent à la surface de la coulée et ne se dispersent pas dans cette dernière.

Exemple comparatif 3

Dans les mêmes conditions que dans l'exemple compara- 25 tif 1, on fabrique une coulée d'alliage Al-Si et on y ajoute individuellement les éléments Ba, Be, Ce, Hf, Cs, Fe, K, Ca, Mg, Np et Sb. Ensuite, on fait tourner la coulée pour y provoquer des tourbillons. Dans ces conditions, on ajoute à cette coulée du graphite naturel pulvérisé de 177 30 à 250 μm de grosseur. Or, les particules de graphite flottent à la surface de la coulée et ne se dispersent pas dans cette dernière.

Mode de réalisation 2

On fait fondre dans un creuset en graphite de 90 mm de diamètre intérieur 700 g d'aluminium pur et on maintient la température de la coulée à 710°C. On introduit dans la coulée du creuset un élément en forme de palette qui fera tourner et agiter cette coulée d'aluminium à 100 tours/minute pour y former des tourbillons. Ensuite, on ajoute dans cette coulée 9%, en poids, de graphite naturel pulvérisé de 177 à 250 μm de grosseur (80~60 mailles). Cependant, les particules de graphite flottent à la surface de la coulée et ne se dispersent pas dans cette dernière.

Au contraire, si l'on maintient une coulée d'alliage Al-Ti contenant 5%, en poids, de Ti à une température de 1100°C et dans les conditions d'agitation mentionnées ci-dessus, on ajoute la même quantité des particules de graphite, qui se dispersent dans la coulée et ne flottent pas à sa surface.

On solidifie alors la coulée d'aluminium contenant le graphite sous une pression de 600 kg/cm² et on fabrique ainsi un alliage d'aluminium contenant du graphite.

Mode de réalisation 3

On fait fondre dans un creuset en graphite de 90 mm de diamètre intérieur un alliage Al-Cu-Zr contenant, en poids, 50% de Cu et 3% de Zr et on maintient la coulée résultante à une température de 750°C. On introduit dans le creuset un élément en forme de palette grâce auquel on fera tourner et agiter l'alliage Al-Cu-Zr à 100 tours/minute pour former des tourbillons dans la coulée. Ensuite, on ajoute dans cette coulée, en une seule fois, 2% en poids de graphite naturel pulvérisé dont la grosseur varie de 150 à 105 μm (100~150 mailles), de 177 à 150 μm (80~100 mailles), de 250 à 177 μm (60~80 mailles), de 500 à 250 μm (32~60 mailles), de 710 à 500 μm (24~32 mailles) ou est supérieure à 710 μm (plus de 24 mailles), jusqu'à ce que la flottaison des particules de graphite intervienne, pour déterminer la relation entre la quantité du graphite dispersé et la granulométrie de celui-ci. La soli-

dification est réalisée sous une pression de 600 kg/cm^2 . La relation entre la quantité de graphite dispersé et la taille particulaire est déterminée par des procédés identiques en changeant le Zr. Les résultats sont représentés sur le dessin unique annexé. Sur cette figure, la région I représente une région de flottaison du graphite et la région II une région de dispersion du graphite. On pourra y constater que la quantité de graphite dispersé change en fonction de la quantité de l'élément additif ajouté et que le graphite est susceptible de flotter à la surface de la coulée suivant sa granulométrie.

Mode de réalisation 4

On fait fondre dans un creuset en graphite de 90mm de diamètre intérieur un alliage Al-Si contenant, en poids, 12% de Si et on ajoute dans cette coulée, respectivement, 0,1 , 0,5 , 1,0 , 2,0 , 3,0 et 4,0 % , en poids, de phosphore. Ensuite, on maintient les coulées à une température de 700°C . On introduit dans le creuset un élément en forme de palette grâce auquel on fera tourner et agiter l'alliage Al-Si-P à 150 tours/minute pour y former des tourbillons.

On ajoute dans la coulée, à une vitesse de 2% en poids, des particules de graphite de 177 à $250 \mu\text{m}$ de grosseur [80 ~ 60 mailles] pour déterminer la limite quantitative des particules de graphite dispersées en fonction de chaque coulée. On détermine la limite quantitative des particules de graphite dispersées par un procédé identique avec un alliage Al-Si contenant, en poids, 20% de Si, un alliage Al-Sn contenant, en poids, 5% de Sn et un alliage Al-Cu contenant, en poids, 4% de Cu. Les résultats sont représentés sur le tableau 2. Sur ce dernier, on peut voir que la quantité limite des particules de graphite dispersées est influencée par la quantité de phosphore mais pas par la matrice. En outre, quand il est nécessaire d'incorporer une quantité supérieure à 30%, en poids, de particules de graphite, on peut ajouter 3,0 à 4,0 %, en poids, de phosphore.

Tableau 2

Relation entre la quantité de phosphore ajoutée et
la quantité des particules de graphite dispersées.

Quantité de P (% en poids) Matrice	0,1	0,5	1,0	2,0	3,0	4,0
Al - 12 Si	3,0	5,0	10,0	20,0	30,0	35,0
Al - 20 Si	3,0	5,0	10,0	20,0	30,0	35,0
Al - 5 Sn	3,0	5,0	10,0	20,0	30,0	35,0
Al - 4 Cu	3,0	5,0	10,0	20,0	30,0	35,0

* dimensions du graphite 177~250 μm

REVENDEICATIONS

1 - Procédé de préparation d'alliages d'aluminium contenant du graphite par incorporation de ce dernier dans une coulée d'aluminium ou d'un alliage de celui-ci, 5 caractérisé en ce qu'il comporte les stades suivants : incorporation d'au moins un élément additif [1,5 à 20%, en poids] choisi dans le groupe titane, chrome, zirconium, nickel, vanadium, cobalt, manganèse et niobium, dans une coulée d'aluminium ou d'un alliage de ce dernier; ensuite, 10 incorporation de 2 à 30%, en poids, des particules de graphite dans la coulée et dispersion de ces particules dans ladite coulée; et ensuite, solidification de la coulée d'aluminium ou d'alliage de ce dernier contenant les particules de graphite.

15 2 - Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que les particules de graphite sont incorporées en une quantité variant, en poids, de 20 à 30% et en ce que l'élément additif est incorporé dans la coulée pour supprimer la flottaison des particules de graphite à la 20 surface de la coulée.

3 - Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que les particules de graphite sont incorporées en une quantité variant, en poids, de 15 à 20% et en ce que l'élément additif est incorporé dans la coulée pour 25 supprimer la flottaison des particules de graphite à la surface de la coulée.

4 - Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que les particules de graphite sont incorporées en une quantité variant, en poids, de 2 à 15% et en ce que 30 l'élément additif est incorporé dans la coulée pour supprimer la flottaison des particules de graphite à la surface de la coulée.

5 - Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que les particules de graphite sont incorporées en une 35 quantité variant, en poids, de 3 à 5%.

6 - Procédé selon la revendication 1, 2, 3 ou 4, caractérisé en ce que la grosseur moyenne des particules de

graphite est supérieure à 50 μm en diamètre.

7 - Procédé selon la revendication 1, 2, 3 ou 4, caractérisé en ce que l'alliage d'aluminium est un alliage Al-Sn, un alliage Al-Cu, un alliage Al-Pb ou un alliage 5 Al-Si.

8 - Procédé selon la revendication 1, 2, 3 ou 4, caractérisé en ce que la température de la coulée est maintenue entre une température supérieure de 50°C que le liquide de la coulée et 900°C.

10 9 - Procédé selon la revendication 1, 2, 3 ou 4, caractérisé en ce que la coulée d'aluminium ou d'alliage de ce dernier contenant des particules de graphite est solidifiée sous une pression variant de 400 à 1000 kg/cm².

10 - Procédé selon la revendication 1, 2, 3 ou 4, 15 caractérisé en ce que la coulée d'aluminium ou d'alliage de ce dernier contenant les particules de graphite est solidifiée par refroidissement par eau.

11 - Procédé de fabrication d'un alliage d'aluminium contenant du graphite en incorporant des particules de 20 graphite dans une coulée d'aluminium ou d'alliage de ce dernier, caractérisé en ce qu'il comporte les stades suivants : incorporation d'au moins un élément additif choisi dans le groupe : titane, chrome, zirconium, nickel, vanadium, cobalt, manganèse, niobium et phosphore, 25 dans une coulée d'aluminium ou d'alliage de ce dernier; puis, incorporation et dispersion des particules de graphite sans revêtement métallique dans la coulée; et ensuite, solidification sous pression de la coulée d'aluminium ou d'alliage de ce dernier contenant le 30 graphite.

12 - Procédé de préparation d'alliages d'aluminium contenant du graphite en incorporant des particules de graphite dans une coulée d'aluminium ou d'alliage de ce dernier, caractérisé en ce qu'il comporte les stades 35 suivants : incorporation de 0,1 à 4%, en poids, de phosphore dans la coulée d'aluminium ou d'alliage de ce dernier; puis, incorporation et dispersion de 4 à 30%,

en poids, des particules de graphite dans la coulée; et ensuite, solidification de la coulée d'aluminium ou d'alliage de ce dernier contenant le graphite.

13 - Procédé selon la revendication 10 ou 11, caracté-
5 risé en ce que la grosseur moyenne des particules de graphite est supérieure à 50 μm .

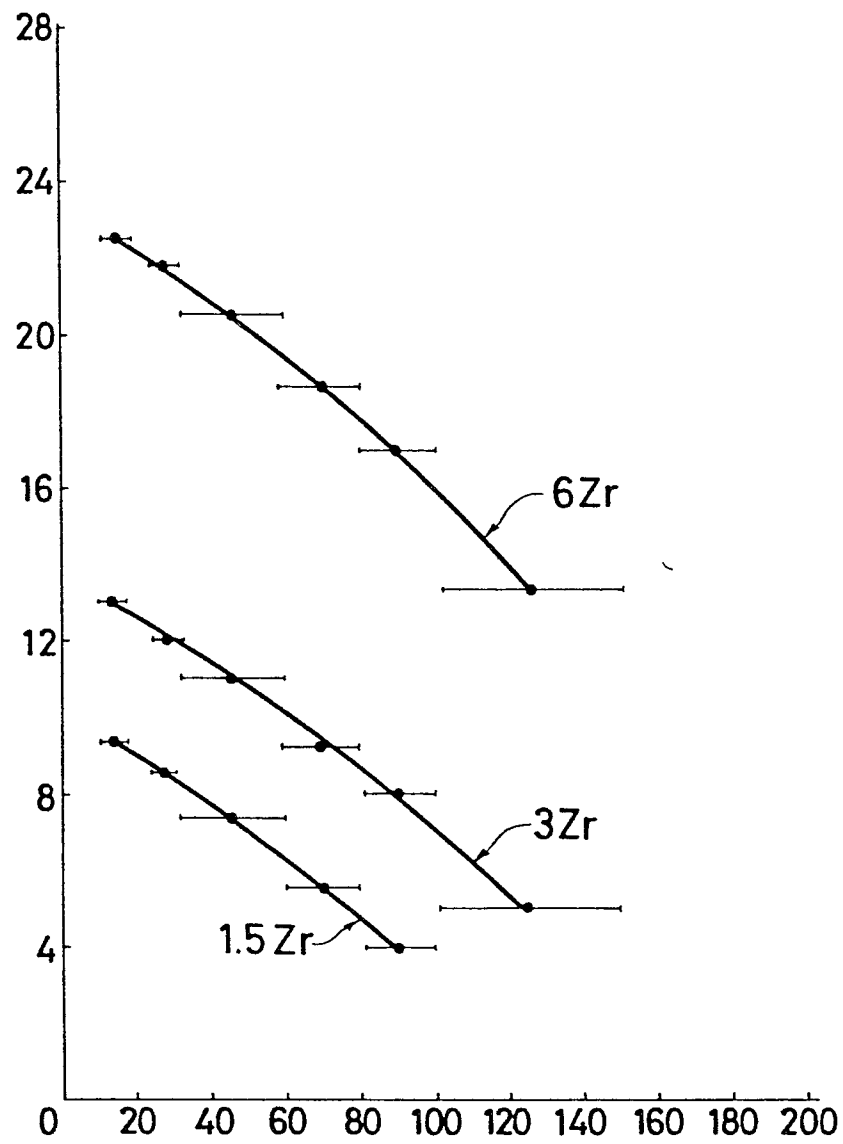
14 - Procédé selon la revendication 10 ou 11, caracté-
térisé en ce que l'alliage d'aluminium est un alliage
Al-Sn, un alliage Al-Cu, un alliage Al-Pb ou un alliage
10 Al-Si.

15 - Procédé selon la revendication 10 ou 11, caracté-
térisé en ce que la température de la coulée est maintenue
entre une température de 50°C supérieure à celle du
liquide de la coulée et 900°C.

15 16 - Procédé selon la revendication 10 ou 11, caracté-
térisé en ce que la coulée d'aluminium ou d'alliage de ce
dernier contenant les particules de graphite est solidifiée
sous une pression variant de 400 à 1000 kg/cm^2 .

17 - Procédé selon la revendication 10 ou 11, caracté-
20 térisé en ce que la coulée d'aluminium ou d'alliage de
ce dernier contenant les particules de graphite est soli-
difiée par refroidissement par eau.

1/2



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

0022869

International Application No PCT/JP79/00211

I. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER (If several classification symbols apply, indicate all) ³		
According to International Patent Classification (IPC) or to both National Classification and IPC		
C22C1/02, C22C1/10		
II. FIELDS SEARCHED		
Minimum Documentation Searched ⁴		
Classification System	Classification Symbols	
IPC	C22C 1/00 - 1/10, C22C 21/00 - 21/18	
Documentation Searched other than Minimum Documentation to the extent that such Documents are included in the Fields Searched ⁵		
III. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT ^{1*}		
Category [*]	Citation of Document, ^{1*} with indication, where appropriate, of the relevant passages ^{1*}	Relevant to Claim No. ^{1*}
A	JP, B, 45-13224-1970-5-13 International Nickel Ltd.	1-17
A	JP, A, 47-2401-1972-2-5 International Nickel Ltd.	1-17
A	JP, A, 48-30609-1973-4-23 Nippon Carbon Co., Ltd.	1-17
[*] Special categories of cited documents: ^{1*} "A" document defining the general state of the art "E" earlier document but published on or after the international filing date "L" document cited for special reason other than those referred to in the other categories "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but on or after the priority date claimed "T" later document published on or after the international filing date or priority date and not in conflict with the application, but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance		
IV. CERTIFICATION		
Date of the Actual Completion of the International Search ²		Date of Mailing of this International Search Report ²
November 1, 1979 (01.11.79)		November 12, 1979 (12.11.79)
International Searching Authority ³		Signature of Authorized Officer ³
JAPANESE PATENT OFFICE		