



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

⑪ Numéro de publication:

0 125 161
A1

⑫

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

⑬ Numéro de dépôt: 84400733.6

⑮ Int. Cl.³: B 22 F 9/12

⑭ Date de dépôt: 12.04.84

⑩ Priorité: 04.05.83 FR 8307414

⑫ Inventeur: Vernet, Gilles
48, Rue du Montparnasse
F-75014 Paris(FR)

⑬ Date de publication de la demande:
14.11.84 Bulletin 84/46

⑫ Inventeur: Rimbert, Jean-Francis
23, Avenue de la République
F-91430 Igny(FR)

⑭ Etats contractants désignés:
AT BE CH DE FR GB IT LI LU NL SE

⑫ Inventeur: Foulard, Jean
15, Rue la Sablière
F-94480 Ablon(FR)

⑮ Demandeur: L'AIR LIQUIDE, SOCIETE ANONYME POUR
L'ETUDE ET L'EXPLOITATION DES PROCEDES
GEORGES CLAUDE
75, Quai d'Orsay
F-75321 Paris Cedex 07(FR)

⑫ Inventeur: Darle, Thierry
8, Rue des Récollets
F-78000 Versailles(FR)

⑫ Inventeur: Goursat, Albert-Gilbert
17, Rue Cézanne
F-78190 Voisins-le-Bretonneux(FR)

⑫ Inventeur: Bigot, Jean
16, Rue Alexandre Foudrier
F-91560 Crosne(FR)

⑯ Mandataire: Leclercq, Maurice et al.,
L'AIR LIQUIDE SOCIETE ANONYME POUR L'ETUDE ET
L'EXPLOITATION DES PROCEDES GEORGES CLAUDE
75, Quai d'Orsay
F-75321 Paris Cedex 07(FR)

⑭ Procédé de fabrication de poudres métalliques à partir d'un matériau métallique en fusion.

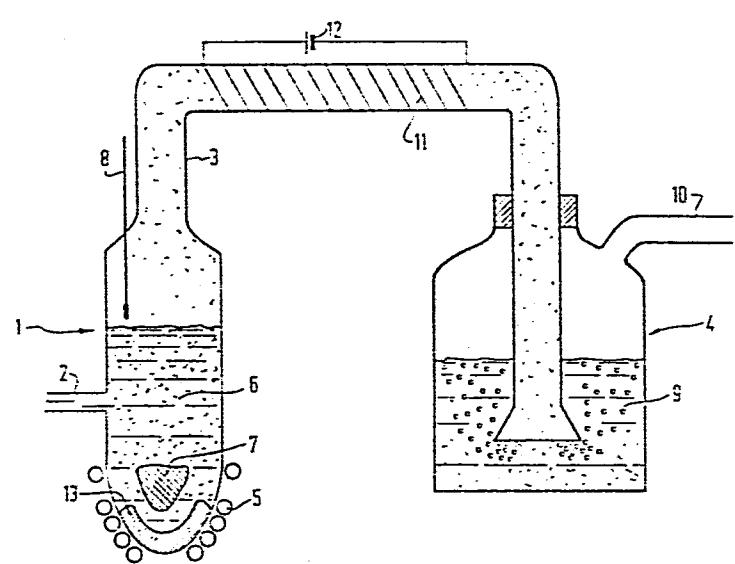
⑮ L'invention concerne un procédé de fabrication de
poudres métalliques à partir d'un matériau métallique en
fusion.

On met en contact un fluide cryogénique en phase liquide
avec le matériau métallique maintenu dans une enceinte de
traitement fermée, on évacue hors de l'enceinte le fluide
cryogénique qui contient les particules solides formées, on
sépare ces dernières dudit fluide et on les collecte.

Le procédé s'applique à la fabrication de poudres ultra-
fines à partir de métaux peu volatils.

EP 0 125 161 A1

.../...



"PROCEDE DE FABRICATION DE POUDRES METALLIQUES A PARTIR D'UN MATERIAU METALLIQUE EN FUSION". **0125167**

La présente invention a pour objet un procédé de fabrication de poudres métalliques, notamment de poudres ultra-fines, à partir d'un matériau métallique en fusion.

Par "poudres métalliques", on entend des poudres constituées par des particules solides soit d'un métal unique tel que le fer, le zinc, le magnésium, etc..., soit d'un alliage métallique par exemple un alliage magnésium-zinc, soit encore d'un composé métallique, par exemple oxyde de zinc, nitrate de magnésium, etc...

Par "matériau métallique" on entend, soit un métal pur, soit un alliage de deux ou plusieurs métaux.

Parmi les procédés connus jusqu'à présent selon lesquels on cherche, soit à obtenir des poudres métalliques ultra-fines à partir d'un bain métallique (métal pur ou alliage), soit à éliminer sélectivement un ou plusieurs métaux sous forme de particules solides à partir d'un mélange de métaux en fusion, on peut citer le procédé décrit dans le brevet français n° 78.26.648 du 18 septembre 1978, au nom du demandeur. Ce procédé met en œuvre le principe de la transformation en particules solides de la vapeur d'un matériau métallique en fusion par abaissement de la température de ladite vapeur. Il consiste à déverser sur le bain métallique, porté à une température telle que sa tension de vapeur soit d'au moins 1 mm de mercure, un fluide cryogénique en phase liquide, à évacuer hors de l'enceinte le fluide cryogénique qui contient, en suspension, les particules solides formées, à séparer ces dernières dudit fluide et à les collecter pour obtenir la poudre précitée. Selon ce procédé, l'emploi d'un fluide cryogénique en phase liquide permet un refroidissement très rapide des vapeurs métalliques provenant du bain et leur passage direct de l'état gazeux à l'état solide.

Le procédé, décrit dans le brevet n° 78.26.648, présente l'avantage de permettre d'obtenir, soit à partir d'un métal pur, soit à partir d'alliages, des particules solides ayant une forme régulière et une granulométrie faible (de 100Å à 2000Å). Toutefois, ce procédé présente l'inconvénient de n'être utilisable que pour l'obtention de poudres de métaux dont la tension de vapeur correspond à des températures de moyenne importance. Par exemple, avec des métaux volatils tels que le plomb, le zinc, le magnésium,

5 il suffit de fondre le métal à des températures inférieures à 1000° C. Par contre, avec des métaux moins volatils tels que le fer, le nickel, le cobalt, il est nécessaire d'atteindre des températures de fusion supérieures à 2300° C. Or, les matériaux constituant généralement les creusets de fusion de métaux n'ont pas une tenue mécanique suffisante pour résister à des températures supérieures à 2000°C.

10 10 L'invention a justement pour objet un procédé qui pallie les inconvénients rappelés ci-dessus et permet d'obtenir des poudres d'éléments dont la tension de vapeur correspond à des températures très importantes.

15 15 Le procédé de fabrication de poudre métallique conforme à l'invention consiste à mettre en contact avec un fluide cryogénique en phase liquide, dans une enceinte de traitement fermée, un matériau métallique, chauffé à une température telle que sa tension de vapeur soit d'au moins 1mm de mercure, à évacuer hors de l'enceinte le fluide cryogénique qui contient, en suspension, les particules solides formées, à séparer ces dernières dudit fluide, et à les collecter pour obtenir la poudre métallique précitée. Il se caractérise en ce que, par induction de courant de haute fréquence, on chauffe et on maintient en lévitation dans le liquide cryogénique ledit matériau métallique.

20 20 25 25 30 30 35 35 Come on le sait, le principe de la fusion en lévitation est de placer une pièce métallique dans un inducteur de forme convenable parcouru par des courants de haute fréquence. Selon le principe de la fusion en lévitation, l'interaction entre le champ magnétique et les courants induits dans la pièce métallique permet à celle-ci de flotter, de léviter, sans aucun contact avec un support matériel. Ainsi, le fait que, conformément à l'invention, on chauffe le matériau métallique par fusion en lévitation permet de pouvoir le porter sans problème à des températures supérieures à 2000° C et d'obtenir, grâce à la mise en contact avec le liquide cryogénique, des particules solides à partir de métaux qui ne sont volatils qu'à des températures très élevées.

D'autre part, lorsqu'on maintient, selon l'invention, le matériau métallique en fusion dans le liquide cryogénique, ce dernier, séparé dudit matériau par une couche gazeuse en raison du

phénomène de caléfaction, se réchauffe au voisinage du matériau métallique en fusion ; les vapeurs froides ainsi formées condensent les vapeurs métalliques provenant du matériau et les transforment immédiatement en particules solides qui sont entraînées vers le haut par les vapeurs restantes du liquide cryogénique. Il en résulte un déplacement de l'équilibre métal liquide - métal vapeur qui entraîne l'aspiration d'autres vapeurs métalliques qui sont immédiatement condensées sous forme de particules solides et entraînées vers le haut.

10 Selon l'invention, on maintient l'enceinte de traitement, soit à la pression atmosphérique, soit à une pression supérieure à la pression atmosphérique. Le fait de travailler à une pression supérieure à la pression atmosphérique permet d'augmenter la vitesse de production des poudres métalliques. En effet, lorsqu'on utilise une pression de travail plus grande, la couche gazeuse, entourant et séparant le matériau métallique en fusion du liquide cryogénique, est moins épaisse : ainsi, les vapeurs froides du liquide cryogénique refroidissent plus rapidement les vapeurs métalliques et, en conséquence, le phénomène d'aspiration décrit ci-dessus est plus rapide.

20 De plus, comme, conformément à l'invention, le métal est chauffé en lévitation, il est soumis à un brassage provoqué par les courants de circulation dus à l'interaction entre champ magnétique et courants induits au sein dudit métal ; ceci accroît et renouvelle les échanges thermiques avec le liquide cryogénique.

25 Selon une caractéristique de l'invention, dans le cas où l'on désire fabriquer des poudres d'un métal unique ou des poudres d'alliage métallique, le fluide cryogénique utilisé est un fluide inerte chimiquement vis-à-vis du matériau métallique, tel que l'azote, l'argon, l'hélium. Pour fabriquer des poudres d'alliage métallique, le matériau métallique de départ peut :

- 30 - soit être constitué par un mélange de métaux qui ont sensiblement la même tension de vapeur (par exemple un mélange fer-nickel),
35 - soit être constitué par un mélange de métaux dont la composition est telle qu'elle compense la différence entre les tensions de vapeur des métaux purs le constituant (par exemple, en partant d'un mélange fer-manganèse à faible concentration en manganèse, on

0125161

peut obtenir une poudre fer-manganèse à 20 % de manganèse du fait que le manganèse est beaucoup plus volatil que le fer).

5 Selon une autre caractéristique de l'invention, dans le cas où l'on désire fabriquer des poudres de composés métalliques tels que oxydes, nitrures, hydrures, le fluide cryogénique utilisé est un fluide chimiquement actif choisi en fonction du composé désiré.

10 Les caractéristiques et avantages de l'invention apparaîtront à la lecture de la description qui suit en référence à la figure jointe qui représente schématiquement, à titre d'exemple, une installation de mise en œuvre d'un mode de réalisation du procédé considéré.

15 L'installation représentée à la figure jointe comporte une enceinte de traitement 1 en quartz, fermée, donc isolée de l'atmosphère ambiante, munie d'un conduit 2 d'alimentation en liquide cryogénique et munie à sa partie supérieure d'une conduite d'évacuation 3 qui débouche dans un récipient de récupération 4. Un dispositif de fusion en lévitation, dont seules les spires 5 de l'inducteur sont représentées, est placé au voisinage de la partie 20 inférieure de l'enceinte 3 ; l'inducteur utilisé est un inducteur de type connu, constitué d'un enroulement conique de quelques spires (tubes de cuivre refroidis par un courant d'eau) surmonté d'une ou deux spires se développant en sens inverse.

25 On introduit de l'argon liquide par le conduit 2 à un débit suffisant pour qu'en permanence le bain d'argon liquide 6 remplisse à peu près la moitié de l'enceinte 1 afin que le matériau métallique 7, chauffé en lévitation, soit constamment immergé dans ledit bain 6. On contrôle le niveau du bain d'argon liquide 6 grâce à un détecteur de niveau 8.

30 Lorsque le matériau métallique 7 atteint une température supérieure à 2000° C, il se forme dans le bain d'argon 6 une suspension de particules métalliques. Les vapeurs d'argon qui se forment entraînent ces particules métalliques dans la conduite d'évacuation 3 et les amènent dans le récipient de récupération 4.

35 Le récipient 4 contient un liquide organique 9, inerte chimiquement vis-à-vis du métal constituant les particules, tel qu'un hydrocarbure, par exemple l'hexane, et la conduite 3 plonge

5 dans ledit liquide 9. Il y a barbotage de l'argon gazeux contenant les particules dans l'hexane ; l'argon gazeux est évacué par un conduit 10 débouchant dans la partie supérieure du récipient 4 et les particules métalliques restent en suspension dans l'hexane qui joue ensuite le rôle de liquide de conditionnement.

10 Pour éviter un problème de congélation éventuelle de l'hexane, un ruban 11, comportant des résistances chauffantes alimentées par un générateur électrique 12, est enroulé sur une partie de la conduite 3.

15 Lorsque l'on souhaite interrompre la production de poudres, on arrête le chauffage par induction, ce qui supprime le phénomène de lévitation. C'est pourquoi, pour éviter que le matériau 7 surchauffé n'endommage l'enceinte en quartz 1, on place dans le fond de cette dernière un creuset 13 en alumine.

20 Bien entendu, on peut disposer plusieurs récipients de récupération contenant de l'hexane, soit en parallèle si on a un fort débit d'argon gazeux qui risque de nuire à la régularité du barbotage, soit en série si on désire complètement les poudres de l'argon gazeux.

25 D'autre part, on a décrit ci-dessus un mode de récupération des poudres formées par barbotage dans un liquide organique, ledit liquide organique remplissant ensuite le rôle d'une réserve desdites poudres les contenant en suspension. On peut tout aussi bien collecter les poudres par filtrage, gravité, etc...

30 L'invention s'applique avantageusement à la fabrication de poudres métalliques ultra-fines à partir de métaux peu volatils, ces poudres pouvant être constituées soit d'un métal unique, soit d'un alliage métallique, soit d'un composé métallique ; elle peut également s'appliquer à l'élimination sélective d'un ou plusieurs métaux sous forme de poudre à partir d'un mélange de métaux en fusion.

REVENDICATIONS

1. - Procédé de fabrication d'une poudre métallique par abaissement de la température de la vapeur d'un matériau métallique en fusion entraînant la transformation de ladite vapeur en particules solides, selon lequel on met en contact avec un fluide cryogénique en phase liquide, dans une enceinte de traitement fermée, un matériau métallique chauffé à une température telle que sa tension de vapeur soit d'au moins 1mm de mercure, on évacue hors de l'enceinte le fluide cryogénique qui contient, en suspension, les particules solides formées, on sépare ces dernières dudit fluide, et on les collecte pour obtenir la poudre métallique précitée, caractérisé en ce que, par induction de courant de haute fréquence, on chauffe et on maintient en lévitation dans le liquide cryogénique ledit matériau métallique.

15 2. - Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on introduit le fluide cryogénique et on l'évacue de ladite enceinte de façon continue.

20 3. - Procédé selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce qu'on évacue le fluide cryogénique de ladite enceinte en phase gazeuse.

25 4. - Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce qu'on sépare les particules solides du fluide cryogénique et on les collecte par barbotage dans un liquide.

5 5. - Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que le liquide de barbotage est un liquide inerte chimiquement vis-à-vis du métal constituant lesdites particules.

6 6. - Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce que le liquide de barbotage est un liquide organique, tel que l'hexane.

30 7. - Procédé selon l'une des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que le matériau métallique est un métal pur ou sensiblement pur.

35 8. - Procédé selon l'une des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que le matériau métallique est un alliage de deux ou plusieurs métaux.

9. - Procédé selon l'une des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que le fluide cryogénique est un fluide inerte

chimiquement vis-à-vis du matériau métallique tel que l'azote, l'argon, l'hélium.

5 10. - Procédé selon l'une des revendications 1 à 8, caractérisé en ce que le fluide cryogénique est un fluide chimiquement actif.

11. - Procédé selon l'une des revendications 1 à 10, caractérisé en ce que l'on maintient l'enceinte de traitement à une pression égale à la pression atmosphérique.

10 12. - Procédé selon l'une des revendications 1 à 10, caractérisé en ce que l'on maintient l'enceinte de traitement à une pression supérieure à la pression atmosphérique.

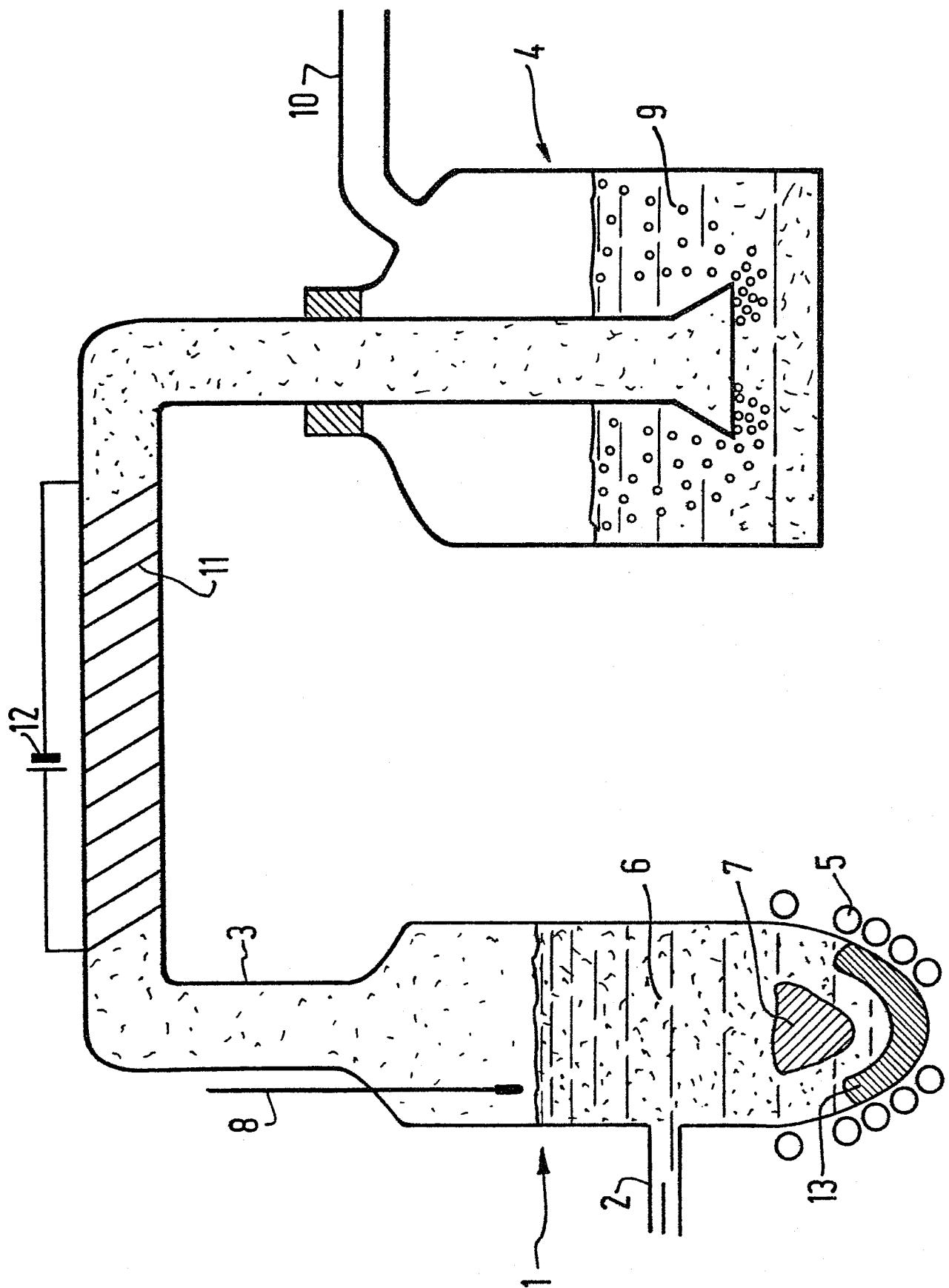
15 13. - Réserve de poudre métallique, de granulométrie d'environ 100 Å à environ 2000 Å, caractérisée en ce qu'elle est constituée par une suspension desdites poudres dans un liquide organique.

14. - Réserve de poudre métallique selon la revendication 13, caractérisée en ce que ledit liquide est un hydrocarbure liquide.

20 15. - Réserve de poudre métallique selon la revendication 14, caractérisée en ce que ledit hydrocarbure est constitué par de l'hexane.

0125161

111





DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS						
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl. 3)			
X	FR-A-2 299 932 (ANVAR) * Revendications 10-12 *	13-15	B 22 F 9/12			
A, D	EP-A-0 009 433 (L'AIR LIQUIDE) * Revendications 1,14; page 4, lignes 1-3 *	1				
A	DE-C- 903 777 (EISENWERKE MÜLHEIM) -----					
DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl. 3)						
B 22 F C 22 B						
<p>Le présent rapport de recherche a été établi pour toutes les revendications</p> <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 33%;">Lieu de la recherche LA HAYE</td> <td style="width: 33%;">Date d'achèvement de la recherche 16-08-1984</td> <td style="width: 34%;">Examinateur SCHRUERS H.J.</td> </tr> </table>				Lieu de la recherche LA HAYE	Date d'achèvement de la recherche 16-08-1984	Examinateur SCHRUERS H.J.
Lieu de la recherche LA HAYE	Date d'achèvement de la recherche 16-08-1984	Examinateur SCHRUERS H.J.				
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons				
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire		& : membre de la même famille, document correspondant				