

⑫

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

⑲ Numéro de dépôt: 84400824.3

⑤ Int. Cl.³: **F 25 D 3/10**

⑳ Date de dépôt: 24.04.84

③① Priorité: 29.04.83 FR 8307164

④③ Date de publication de la demande:
21.11.84 Bulletin 84/47

④④ Etats contractants désignés:
AT BE CH DE GB IT LI SE

⑦① Demandeur: **COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE**
Etablissement de Caractère Scientifique Technique et
Industriel
31/33, rue de la Fédération
F-75015 Paris(FR)

⑦② Inventeur: **Boncoeur, Marcel**
22, rue Marsoulan
F-75012 Paris(FR)

⑦② Inventeur: **Hansz, Bernard**
28, rue Marcel Charon
F-91710 Vert-le-Petit(FR)

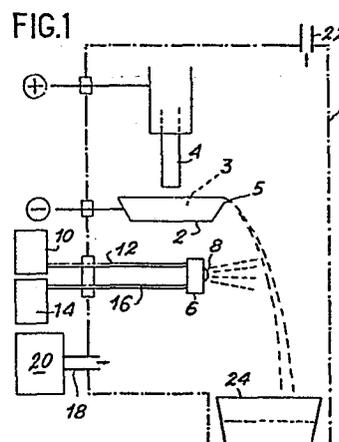
⑦④ Mandataire: **Mongrédién, André et al,**
c/o **BREVATOME** 25, rue de Ponthieu
F-75008 Paris(FR)

⑤④ Procédé et dispositif de refroidissement d'un matériau et application à l'élaboration de matériaux réfractaires par trempe.

⑤⑦ La présente invention a pour objet un procédé et un dispositif pour le refroidissement d'un matériau (3).

A l'aide d'une buse reliée d'une part à un réservoir de gaz liquéfié (10) et d'autre part à un réservoir de gaz porteur (14), on projette des gouttelettes du gaz liquéfié sur le matériau à traiter qui peut être par exemple un liquide s'écoulant devant la buse (6) à partir d'un creuset (2).

Application à l'élaboration de matériaux réfractaires par trempe.



Procédé et dispositif de refroidissement d'un
matériau et application à l'élaboration de matériaux
réfractaires par trempe

5 La présente invention a pour objet un procédé et un dispositif pour le refroidissement d'un matériau et plus particulièrement l'utilisation de ce procédé et de ce dispositif pour l'élaboration d'un matériau lorsque celui-ci doit subir une ou plusieurs opérations de trempe au cours de sa fabrication.

10 On utilise largement à l'heure actuelle des procédés de refroidissement pour effectuer la trempe de certains matériaux au cours de leur élaboration. C'est ainsi qu'il est bien connu d'utiliser la trempe à l'eau ou à l'huile pour l'élaboration des métaux et
15 en particulier des aciers. D'autre part, dans le cas d'élaboration de matériaux réfractaires, notamment lorsque ceux-ci doivent se présenter sous forme de poudre en vue d'un frittage ultérieur, il est courant de refroidir le matériau lorsqu'il se trouve à l'état
20 liquide. La méthode la plus employée à l'heure actuelle consiste à projeter un jet de gaz sur le liquide, que celui-ci soit contenu dans un creuset ou qu'il soit issu d'une électrode fondue. Un tel procédé utilisant généralement un gaz neutre évite des réactions
25 chimiques parasites et permet, dans le cas de matériaux pulvérulents, d'emmagasiner de l'énergie en vue du frittage ultérieur : on peut ainsi réduire la température et la durée de cette opération. Un autre intérêt de la trempe est qu'elle permet de figer un état anormal ou métastable de la matière, ce qui peut être intéressant pour certaines applications.

30 La présente invention a pour objet une amélioration aux procédés actuels permettant un refroidissement encore plus efficace et donc une plus grande
35 rapidité de l'opération, ce qui conduit à une meilleu-

re pureté des produits traités et à une gamme d'applications beaucoup plus large.

5 Selon la principale caractéristique du procédé de refroidissement objet de l'invention, on projette sur le matériau à traiter un liquide de refroidissement se trouvant à une température proche de sa température de saturation. Ce dernier est généralement un gaz liquéfié tel que l'azote ou l'argon. La température de saturation d'un liquide est définie comme
10 étant la température à laquelle la vapeur contenue en solution dans le liquide se dégage : la température de saturation est généralement proche de la température d'ébullition, mais différente de celle-ci, surtout dans le cas des gaz liquéfiés.

15 Dans un mode de mise en oeuvre préférentiel, on projette le liquide de refroidissement sous forme de gouttelettes sur le matériau. Afin de créer cette sorte de brouillard, il est avantageux d'utiliser au moins un gaz porteur pour projeter le liquide de refroidissement sur le matériau. Dans ce cas, on règle
20 le débit et la pression du liquide de refroidissement et du gaz porteur pour que les gouttelettes de liquide aient un diamètre inférieur ou égal à 40 microns.

 Afin d'assurer un refroidissement efficace,
25 il faut que les gouttelettes du liquide soient très fines et qu'elles ne soient pas mélangées à de la vapeur, ce qui aurait pour effet de diminuer la capacité de refroidissement. Le fait que le liquide soit sous forme monophasique permet en outre d'éviter les à-coups dans les canalisations et rend plus facile l'obtention de gouttelettes ayant des dimensions homogènes. Les gaz liquéfiés étant généralement stockés à
30 des températures proches de leur température d'ébullition, donc proche de leur température de saturation, la température d'utilisation est inférieure à la tem-
35

pérature de saturation sans que l'écart dépasse 15°C :
 l'expression "température proche de la température de
 saturation" employée dans le présent texte désigne une
 température dont l'écart avec la température de satu-
 5 ration ne dépasse pas 15°C. On évite ainsi que la va-
 peur ne se dégage avant que le liquide se mélange au
 gaz porteur. Par exemple, lorsque le liquide de re-
 froidissement est de l'azote sous un bar, on opère à
 -206°C pour une température de saturation de -196°C
 10 environ, cette dernière étant déterminée expérimenta-
 lement. Le tableau ci-dessous indique les températures
 utilisées en fonction de la pression pour l'azote et
 l'argon.

15

T A B L E A U

Pression (bar)	Azote	Argon
1	-206°C	-198°C
20	-199°C	-191°C
3	-195°C	-187°C

Quant au gaz porteur, il a pour effet non
 seulement d'entraîner les gouttelettes de gaz liqué-
 25 fié, mais aussi de favoriser les échanges thermiques
 et d'abaisser la tension superficielle du liquide, ce
 qui améliore le contact avec le matériau à refroidir.
 Le gaz porteur, qui peut être un gaz pur comme l'hé-
 lium ou un mélange (hélium et argon par exemple) sera
 30 choisi par l'homme de l'art en fonction de chaque cas
 particulier.

D'autre part, il peut s'avérer nécessaire
 d'opérer sous atmosphère contrôlée et le procédé trou-
 ve une application intéressante lorsque le matériau à
 refroidir se trouve sous forme particulière. Le mot
 35 "particulaire" signifie que le matériau se trouve sous

forme divisée ou sous forme de particules : il peut donc s'agir soit de grains si le matériau est solide et se présente sous forme de poudre, soit de gouttes ou de particules liquides si le matériau se présente sous forme liquide.

5

Enfin, l'invention a également pour objet un procédé d'élaboration d'un matériau refractaire où ce dernier subit au moins un traitement de trempe, cette trempe étant effectuée par le procédé de refroidissement mentionné ci-dessus.

10

L'invention a encore pour objet un dispositif pour la mise en oeuvre de ce procédé. Selon la principale caractéristique de ce dispositif, celui-ci comprend au moins une buse comportant un orifice pour la sortie du liquide de refroidissement, cette buse étant reliée à au moins une source de liquide de refroidissement par une première canalisation et à au moins une source de gaz porteur par une deuxième canalisation.

15

20

Selon un mode de réalisation préféré de ce dispositif, la buse comprend :

- un raccord d'entrée du gaz liquéfié,
- un premier orifice reliant le raccord d'entrée du gaz liquéfié à une chambre de détente,
- 25 - un conduit reliant ladite chambre de détente à un deuxième orifice,
- une cavité dans laquelle débouche le deuxième orifice, cette cavité étant en communication avec l'extérieur par ledit orifice de sortie du liquide de refroidissement,
- 30 - un raccord d'entrée du gaz porteur, et
- un conduit reliant le raccord d'entrée du gaz porteur à ladite cavité.

30

35

Dans le mode de réalisation préféré, les dimensions de ladite première canalisation sont telles

que le liquide de refroidissement se trouve sous forme monophasique à son entrée dans la buse. Cette première canalisation peut éventuellement être à double enveloppe et doit présenter, pour que le liquide de refroidissement soit sous forme monophasique à son entrée dans la buse, une longueur inférieure ou égale à 5 mètres et un diamètre de passage du liquide de refroidissement inférieur ou égal à 12 mm lorsque la pression de ce dernier est comprise entre 1 et 1,5 bars.

Généralement, la buse et le matériau à traiter sont mobiles l'un par rapport à l'autre. Dans ce cas le dispositif est agencé de telle sorte que la distance entre l'orifice de la buse et le matériau à traiter soit constante pendant toute la durée du déplacement relatif de la buse et du matériau. On a constaté qu'on obtient les meilleurs résultats lorsque cette distance est comprise entre 5 et 100 mm et, de préférence, entre 5 et 50 mm.

On peut également prévoir un écran de confinement destiné à protéger thermiquement le matériau à élaborer dans la zone où l'on effectue le refroidissement et une enceinte étanche à l'intérieur de laquelle se trouvent ladite buse et le matériau à traiter lorsqu'on opère sous atmosphère contrôlée.

Selon une dernière caractéristique du dispositif objet de l'invention, celui-ci comporte des moyens permettant d'amener le matériau à traiter devant la buse.

Dans un premier mode de réalisation, lesdits moyens permettant d'amener le matériau à élaborer devant la buse comprennent un creuset contenant ce matériau sous forme liquide et lui permettant de s'écouler par gravité devant la buse.

Dans un autre mode de réalisation, ces moyens comprennent :

- une première électrode réalisée dans ce matériau,
- une deuxième électrode disposée de manière à faire jaillir un arc entre elle-même et la première électrode afin de fondre une partie du matériau constituant cette première électrode, et
- des moyens de soufflage pour projeter la partie fondue de la première électrode sous forme de particules liquides devant la buse.

5
10 Suivant un troisième mode de réalisation, les moyens permettant d'amener le matériau à élaborer devant la buse comprennent un chalumeau à plasma apte à envoyer un jet de particules fondues de ce matériau devant la buse.

15 Selon un autre mode de réalisation, les moyens permettant d'amener le matériau à élaborer devant la buse comprennent un réservoir cylindrique mobile en rotation autour de son axe et constitué de deux disques plans parallèles reliés par une paroi latérale, le matériau à élaborer étant introduit dans ce
20 réservoir sous forme liquide et ladite paroi latérale étant percée d'un certain nombre de trous pour permettre la sortie du liquide sous forme de particules par centrifugation, ces particules passant ensuite devant la buse.

25 Enfin, selon un dernier mode de réalisation du dispositif, les moyens permettant d'amener le matériau à traiter devant la buse comprennent :
- un creuset contenant ce matériau sous forme solide,
- une source d'électrons apte à envoyer un faisceau
30 d'électrons sur le matériau contenu dans ce creuset afin de le faire fondre en surface, et
- des moyens de soufflage pour projeter la partie fondue du matériau à élaborer devant la buse.

35 L'invention apparaîtra mieux à la lecture de la description qui va suivre, donnée à titre d'exemple

purement illustratif et nullement limitatif, en référence aux dessins annexés, dans lesquels les figures 1 à 5 sont des coupes verticales schématiques illustrant cinq modes de réalisation possibles du dispositif objet de l'invention et la figure 6 est une vue schématique en coupe de la buse utilisée pour projeter le liquide de refroidissement.

La figure 1 représente un premier mode de réalisation du dispositif, celui-ci se composant d'une enceinte étanche 1 à l'intérieur de laquelle se trouve un creuset 2 contenant le matériau à élaborer 3, par exemple du bore sous forme liquide. La fusion de ce dernier est obtenue grâce à une électrode 4 reliée à un circuit électrique qui permet de faire jaillir un arc entre elle-même et le matériau 3. Le dispositif de refroidissement proprement dit se compose d'une buse 6 présentant un orifice 8 pour la sortie des gouttelettes de gaz liquéfié, la buse 6 étant reliée d'une part à un réservoir de gaz liquéfié 10 par une première canalisation 12, et d'autre part à un réservoir 14 de gaz porteur par une deuxième canalisation 16. Le gaz liquéfié est de préférence un gaz neutre comme l'azote ou l'argon et le gaz porteur peut être le même que le gaz liquéfié, mais ceci n'est pas obligatoire.

Enfin, dans le cas où l'opération doit se dérouler sous atmosphère contrôlée, on réalise un balayage de l'enceinte 1 à l'aide d'un gaz neutre, par exemple de l'argon, ce dernier pénétrant dans l'enceinte par une canalisation 18 reliée à un réservoir 20 et sortant de l'enceinte par un orifice de sortie 22 situé à la partie supérieure de cette dernière. Le fait d'opérer sous atmosphère contrôlée évite des réactions chimiques nuisibles si le matériau à traiter est avide d'oxygène comme le bore. Pour effectuer ce contrôle, on analyse régulièrement, éventuellement en

continu, la composition de l'atmosphère régnant à l'intérieur de l'enceinte 1 et on règle les conditions de balayage en fonction des résultats de l'analyse.

Le fonctionnement du dispositif est le suivant : lorsque le matériau 3 contenu dans le creuset 2 est fondu, on fait en sorte qu'il s'écoule par le bec 5 du creuset. Pour cela, on peut soit incliner le creuset 2 progressivement pour que l'écoulement soit régulier, soit introduire en permanence de nouvelles quantités de matériau, celui-ci s'écoulant naturellement par effet de trop-plein. C'est ainsi que le liquide passe devant la buse 6 avant de tomber dans le réceptacle 24 prévu à la partie inférieure de l'enceinte 1. Le refroidissement s'effectue par projection de gouttelettes de gaz liquéfié sur le liquide lorsque celui-ci passe devant l'orifice 8 de la buse 6. Ceci a pour effet de solidifier le matériau 3 qui tombe sous forme de poudre dans le réceptacle 24.

L'obtention des gouttelettes de gaz liquéfié se fait en introduisant dans la buse 6 d'une part le gaz liquéfié en provenance du réservoir 10 par la canalisation 12 et, d'autre part, un gaz porteur issu du réservoir 14 par la canalisation 16. Afin que le refroidissement se fasse dans de bonnes conditions, il faut régler soigneusement la pression et le débit du gaz liquéfié et du gaz porteur ainsi que la distance entre l'orifice 8 de la buse 6 et le matériau à refroidir. On a constaté que, pour éviter des phénomènes gênants dans la formation des gouttelettes, le gaz liquéfié issu du réservoir 10 devait se trouver sous forme monophasique à son entrée dans la buse 6, c'est-à-dire se trouver uniquement sous forme liquide et ne pas être mélangé avec sa vapeur. Dans le cas d'azote ou d'argon liquide, la canalisation 12 est avantageusement une canalisation à double enveloppe, c'est-à-

dire se composant de deux tuyaux concentriques entre
lesquels on a fait le vide afin d'assurer une bonne
isolation. Si la pression du gaz liquéfié est comprise
entre 1 et 1,5 bar, pour que celui-ci se trouve sous
5 forme monophasique à son entrée dans la buse 6, il
faut que la longueur de la canalisation 12 ne dépasse
pas 5 mètres et que le diamètre de passage du liquide
soit inférieur ou égal à 12 millimètres. De plus, on a
également constaté que, pour obtenir un refroidisse-
10 ment efficace, il fallait que les gouttelettes de gaz
liquéfié projetées à partir de la buse 6 soient sphé-
riques et aient un diamètre inférieur ou égal à 40
microns.

Enfin, pour mieux régler la tension superfi-
15 cielle des gouttelettes, en particulier pour qu'elles
soient sphériques et que leur diamètre reste dans les
limites indiquées ci-dessus, on peut avoir intérêt à
utiliser un deuxième gaz porteur dont on règle la
pression et le débit afin que la tension superficielle
20 des gouttelettes reste dans les limites prescrites.
D'autre part, pour que les gouttelettes restent suffi-
samment froides lors de l'impact sur le matériau à
traiter, il faut que la distance entre l'orifice 8 de
la buse 6 et ce matériau soit suffisamment faible.
25 Dans le cas de gaz liquéfiés comme l'argon ou l'azote,
on a pu déterminer que cette distance devait être com-
prise entre 5 et 100 millimètres et de préférence en-
tre 5 et 50 millimètres.

La figure 6 montre plus en détail la consti-
30 tution de la buse utilisée dans le dispositif de l'in-
vention. Celle-ci se compose d'un corps 54 sur lequel
sont montés un raccord d'entrée 56 du gaz liquéfié de
refroidissement et un raccord d'entrée 58 du gaz por-
teur. Une tête 60, sur laquelle se trouve l'orifice 8
35 de sortie du liquide de refroidissement, est montée à

une extrémité du corps 54. Le raccord d'entrée 56 du gaz liquéfié comporte un orifice 62 qui le met en communication avec une chambre de détente 64 ménagée dans le corps 54 de la buse. Dans ce dernier est également
5 ménagé un conduit 66 qui met la chambre 64 en communication avec un deuxième orifice 68 qui débouche dans une cavité 70 ménagée dans la tête 60 de la buse. Dans le corps 54 de la buse est encore prévu un conduit 72 qui met en communication le raccord d'entrée 58 du gaz porteur avec la cavité 70.
10

Le fonctionnement de cette buse est le suivant : le liquide arrivant dans le raccord d'entrée 56 passe à travers le premier orifice 62 et arrive dans la chambre 64 où il subit une première détente. Il
15 circule ensuite le long du conduit 66, passe à travers l'orifice 68 et arrive dans la cavité 70 où il subit une deuxième détente. Le gaz porteur arrive par le raccord 58, circule le long du conduit 72 et débouche dans la cavité 70 : ceci a pour effet non seulement
20 d'entraîner le gaz liquéfié sous forme de gouttelettes, mais encore de briser les gouttelettes afin de les rendre plus petites et de dimensions homogènes.

Si, dans le cas de la figure 1, on a décrit un dispositif permettant de refroidir un matériau se
25 présentant sous forme liquide, il est bien entendu que l'invention s'applique également à la trempe d'un matériau se présentant sous forme solide. Dans ce cas, la buse 6 et le matériau sont mobiles l'un par rapport à l'autre, par exemple la buse étant fixe et le maté-
30 riau à traiter défilant devant l'orifice 8 ou étant animé d'un mouvement de rotation s'il s'agit d'une pièce présentant une symétrie de révolution. Eventuellement, on peut prévoir un écran de confinement afin de protéger thermiquement la zone du matériau dans la-
35 quelle est effectuée la trempe.

Les figures 2 à 5 représentent d'autres modes de réalisation du dispositif objet de l'invention dans lesquels la buse est fixe, mais où l'on a prévu des moyens pour amener le matériau à traiter sous forme liquide devant cette buse. Par exemple, dans le cas de la figure 2, on retrouve l'enceinte 1 parcourue par un courant de gaz neutre entrant par la conduite 18 et sortant par l'orifice 22. A l'intérieur de l'enceinte 1 se trouvent deux électrodes 26 et 28 entre lesquelles on fait jaillir un arc, mais l'électrode 26 est constituée par le matériau qu'on veut traiter. Le jaillissement de l'arc entre ces deux électrodes a pour effet de faire fondre le matériau à l'extrémité 27 de l'électrode 26. Un dispositif de soufflage 30 permet de projeter un gaz, de préférence un gaz neutre, sur la partie fondue 27 de l'électrode 26 et de projeter ainsi des particules liquides du matériau à élaborer 3 devant l'orifice 8 de la buse 6, cette dernière étant comme précédemment reliée par les canalisations 12 et 16 aux réservoirs de gaz liquéfié et de gaz porteur respectivement. La buse 6 est disposée au-dessus du jet de particules 3 de manière à projeter des gouttelettes de gaz liquéfié sur ces particules, ce qui a pour effet de les refroidir suffisamment pour qu'elles se solidifient, et de les faire tomber sous forme de poudre dans le réceptacle 24.

Dans le cas de la figure 3, la buse 6 et le réceptacle 24 sont disposés comme dans la figure 2, mais les particules liquides du matériau à traiter 3 sont obtenues à l'aide d'un chalumeau à plasma 32 relié à un système de contrôle et de production de plasma non représenté. Le fonctionnement du dispositif de la figure 3 est identique au fonctionnement du dispositif de la figure 2.

La figure 4 illustre un autre moyen permettant d'amener le matériau à traiter sous forme de par-

ticules liquides devant la buse de refroidissement. Dans ce mode de réalisation, l'enceinte étanche 1 a la forme d'une enveloppe cylindrique 34 dont la partie inférieure 36 a une forme en tronc de cône, constituant ainsi un réceptacle pour les particules solidifiées du matériau à traiter. A la partie supérieure du récipient 34 se trouve un réservoir 38 ayant la forme d'un cylindre limité par deux disques plans horizontaux 39 et 40 reliés par une paroi latérale 42. Le réservoir 38 est mobile en rotation autour d'un axe vertical grâce à un moteur 44 et on peut y introduire le matériau à élaborer sous forme liquide par la canalisation 46. Ce dernier arrive donc dans le réservoir 38 et, comme la paroi latérale 42 de ce dernier est percée de trous de faible diamètre 48, le liquide s'échappe par ces orifices sous l'effet de la force centrifuge. Du fait que le diamètre de ces orifices est très faible, ce sont des particules liquides qui s'échappent.

On voit sur la figure qu'on a disposé un certain nombre de buses de refroidissement identiques aux buses décrites en référence aux figures précédentes tout autour du récipient 34 : seules les deux buses 6a et 6b sont visibles sur le dessin. Les gouttelettes de gaz liquéfié projetées par ces dernières frappent les particules liquides à leur sortie du réservoir 38 et ce sont donc des particules solides qu'on recueille à la partie inférieure 36 de l'enveloppe 34.

Enfin, la figure 5 représente un dernier mode de réalisation du dispositif de l'invention dans lequel le matériau à traiter 3 est placé sous forme solide à l'intérieur d'un creuset 50. Le dispositif comporte une source d'électrons 52, par exemple un canon à électrons, disposée de manière à envoyer un

faisceau d'électrons à la surface du matériau contenu dans le creuset 5 pour faire fondre ce matériau en surface. Un dispositif de soufflage, qui peut être le même que le dispositif 30 décrit en référence à la figure 2, permet d'envoyer un jet de gaz à la surface du matériau contenu dans le creuset 50 et de projeter des particules liquides de ce matériau devant l'orifice 8 de la buse 6, cette dernière étant placée de la même manière que dans le cas des figures 2 et 3. Le fonctionnement est le même que dans le cas de ces deux figures, les gouttelettes liquides issues de l'orifice 8 venant frapper les particules liquides du matériau 3, ce qui a pour effet de les refroidir et de les solidifier avant qu'elles ne tombent dans le réceptacle 24.

Ainsi, le procédé et le dispositif objets de l'invention présentent de nombreux avantages puisqu'ils permettent des opérations de trempe avec un refroidissement très efficace, ce qui diminue donc la durée de cette opération et permet de réaliser des économies sur l'ensemble du procédé d'élaboration du matériau. D'autre part, le fait d'opérer le refroidissement avec des gouttelettes d'un gaz neutre liquéfié dans une atmosphère contrôlée évite toute réaction chimique parasite avec le matériau à traiter, ce qui permet d'obtenir une plus grande pureté.

Quant au domaine d'application, il est extrêmement vaste et couvre presque tous les procédés d'élaboration dans lesquels un matériau doit être soumis à un traitement de trempe. C'est ainsi que le procédé de l'invention s'applique à la trempe d'oxydes sous-stoechiométriques utilisables pour la photographie ou la catalyse ou pour la trempe de poudres de métaux ou de composés métalliques dans un état métastable pour l'obtention de poudres actives en vue du

frittage. Par exemple, avec le dispositif comportant un pistolet à plasma tel que celui de la figure 3, on a pu figer du bore sous sa forme amorphe et obtenir de l'oxyde de lutétium sous-stoechiométrique : alors que
5 la forme stable de ce composé correspond à un produit de couleur blanche et de formule chimique Lu_2O_3 , on a pu obtenir l'oxyde métastable bleu dont la formule chimique s'écrit Lu_2O_x , x étant un nombre variable mais voisin de 2,8. Le procédé objet de l'invention
10 s'applique encore à la trempe de lingots après cuisson ou pressage ou pour fragiliser des matériaux avant leur destruction par broyage. Il peut encore avantageusement être utilisé pour le refroidissement de dépôts plasma ou pour l'élaboration de matériaux supra-
15 conducteurs, de verres métalliques ou pour la trempe du verre.

REVENDEICATIONS

5 1. Procédé de refroidissement d'un matériau (3) caractérisé en ce qu'on projette sur ce matériau (3) un liquide de refroidissement se trouvant à une température proche de sa température de saturation, ce liquide se présentant sous forme de gouttelettes et étant projeté à l'aide d'un gaz porteur.

10 2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que ledit liquide proche de sa température de saturation est un gaz liquéfié.

3. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que ledit gaz liquéfié est choisi dans le groupe comprenant l'azote et l'argon.

15 4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce qu'on règle le débit et la pression du liquide de refroidissement et du gaz porteur pour que les gouttelettes de liquide aient un diamètre inférieur ou égal à 40 microns.

20 5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce qu'on opère sous atmosphère contrôlée.

25 6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce qu'on prépare le matériau à traiter (3) sous forme particulière avant de le soumettre à l'action du liquide de refroidissement.

30 7. Procédé d'élaboration d'un matériau réfractaire, du genre de ceux qui comportent au moins une étape dans laquelle le matériau à élaborer est soumis à un traitement de trempe, caractérisé en ce que cette trempe est effectuée par le procédé de refroidissement selon l'une quelconque des revendications 1 à 6.

35 8. Dispositif pour la mise en oeuvre du procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7,

caractérisé en ce qu'il comprend au moins une buse (6) comportant un orifice (8) pour la sortie du liquide de refroidissement et reliée à au moins une source (10) de liquide de refroidissement par une première canalisation (12) et à au moins une source de gaz porteur (14) par une deuxième canalisation (16).

9. Dispositif selon la revendication 8, caractérisé en ce que ladite buse (6) comprend :

- un raccord d'entrée (56) du gaz liquéfié,
- 10 - un premier orifice (62) reliant le raccord d'entrée (56) du gaz liquéfié à une chambre de détente (64),
- un conduit (66) reliant ladite chambre de détente (64) à un deuxième orifice (68),
- 15 - une cavité (70) dans laquelle débouche le deuxième orifice (68), cette cavité (70) étant en communication avec l'extérieur par ledit orifice (8) de sortie du liquide de refroidissement,
- un raccord d'entrée (58) du gaz porteur, et
- 20 - un conduit (72) reliant le raccord d'entrée (58) du gaz porteur à ladite cavité (70).

10. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 8 et 9, caractérisé en ce que les dimensions de ladite première canalisation (12) sont telles que le liquide de refroidissement se trouve sous forme monophasique à son entrée dans la buse (6).

11. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 8 à 10, caractérisé en ce que ladite première canalisation (12) est une canalisation à double enveloppe.

12. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 10 et 11, caractérisé en ce que ladite première canalisation (12) présente une longueur inférieure ou égale à 5 mètres et un diamètre de passage du liquide de refroidissement inférieur ou égal à 12 mm lorsque la pression de ce dernier est comprise

entre 1 et 1,5 bars.

5 13. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 8 à 12, caractérisé en ce que la buse (6) et le matériau à traiter (3) sont mobiles l'un par rapport à l'autre.

10 14. Dispositif selon la revendication 13, caractérisé en ce qu'il est agencé de telle sorte que la distance entre l'orifice (8) de la buse (6) et le matériau à traiter (3) est constante pendant toute la durée du déplacement relatif de la buse (6) et du matériau (3).

15 15. Dispositif selon la revendication 14, caractérisé en ce que la distance entre l'orifice (8) de la buse (6) et le matériau à traiter est comprise entre 5 et 100 mm.

16 16. Dispositif selon la revendication 15, caractérisé en ce que la distance entre l'orifice (8) de la buse (6) et le matériau à traiter est comprise entre 5 et 50 mm.

20 17. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 8 à 16, caractérisé en ce qu'il comporte en outre un écran de confinement destiné à protéger thermiquement le matériau à élaborer dans la zone où l'on effectue le refroidissement.

25 18. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 8 à 17, caractérisé en ce qu'il comprend en outre une enceinte étanche (1) à l'intérieur de laquelle se trouvent ladite buse (6) et le matériau à traiter (3).

30 19. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 8 à 18, caractérisé en ce qu'il comporte des moyens permettant d'amener le matériau à traiter (3) devant la buse (6).

35 20. Dispositif selon la revendication 19, caractérisé en ce que lesdits moyens permettant d'ame-

ner le matériau à élaborer (3) devant la buse (6) comprennent un creuset (2) contenant ce matériau sous forme liquide et lui permettant de s'écouler par gravité devant la buse (6).

5 21. Dispositif selon la revendication 19, caractérisé en ce que lesdits moyens permettant d'amener le matériau à élaborer devant la buse (6) comprennent :

- 10 - une première électrode (26) réalisée dans ce matériau,
- une deuxième électrode (28) disposée de manière à faire jaillir un arc entre elle-même et la première électrode (26) afin de fondre une partie (27) du matériau constituant cette première électrode (26),
- 15 et
- des moyens de soufflage (30) pour projeter la partie fondue (27) de la première électrode (26) sous forme de particules liquides devant la buse (6).

20 22. Dispositif selon la revendication 19, caractérisé en ce que les moyens permettant d'amener le matériau à élaborer devant la buse (6) comprennent un chalumeau à plasma (32) apte à envoyer un jet de particules fondues de ce matériau devant la buse (6).

25 23. Dispositif selon la revendication 19, caractérisé en ce que les moyens permettant d'amener le matériau à élaborer devant la buse (6) comprennent un réservoir cylindrique (38) mobile en rotation autour de son axe et constitué de deux disques plans parallèles (39, 40) reliés par une paroi latérale (42), le matériau à élaborer étant introduit dans ce

30 réservoir sous forme liquide et ladite paroi latérale (42) étant percée d'un certain nombre de trous (48) pour permettre la sortie du liquide sous forme de particules par centrifugation, ces particules passant ensuite

35 devant la buse (6).

24. Dispositif selon la revendication 19, caractérisé en ce que les moyens permettant d'amener le matériau à traiter devant la buse (6) comprennent :

- 5 - un creuset (50) contenant ce matériau sous forme solide,
- une source d'électrons (52) apte à envoyer un faisceau d'électrons sur le matériau (3) contenu dans ce creuset (50) afin de le faire fondre en surface, et
- 10 - des moyens de soufflage (30) pour projeter la partie fondue du matériau à élaborer devant la buse (6).

FIG. 1

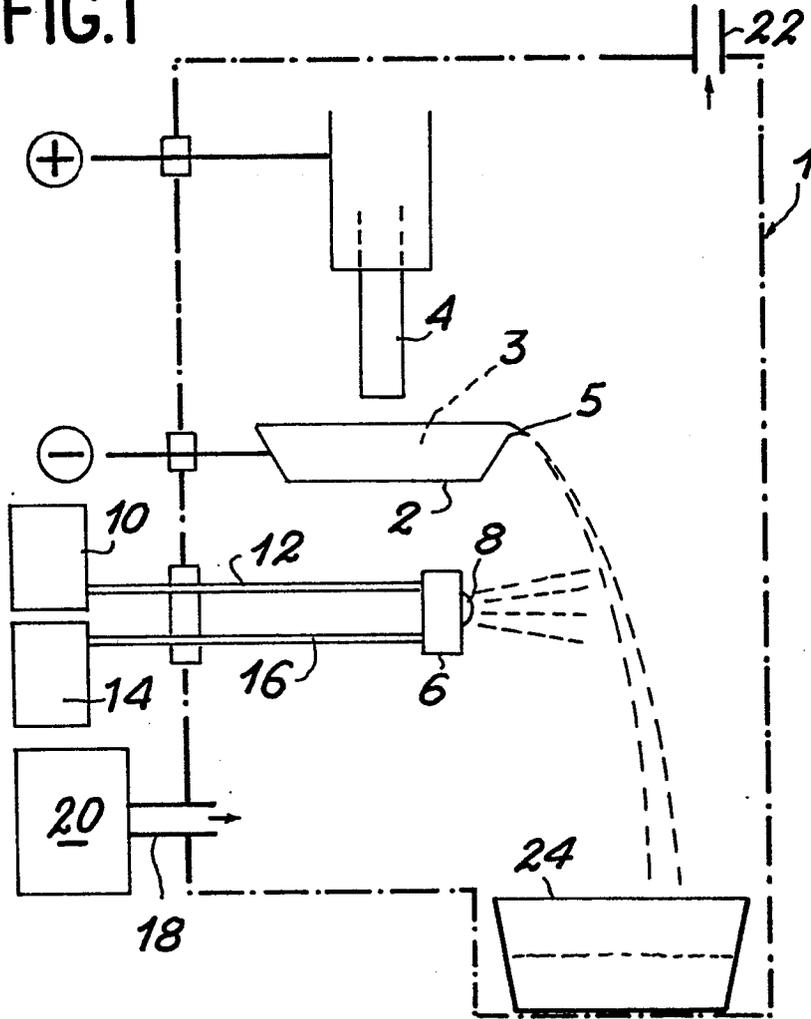
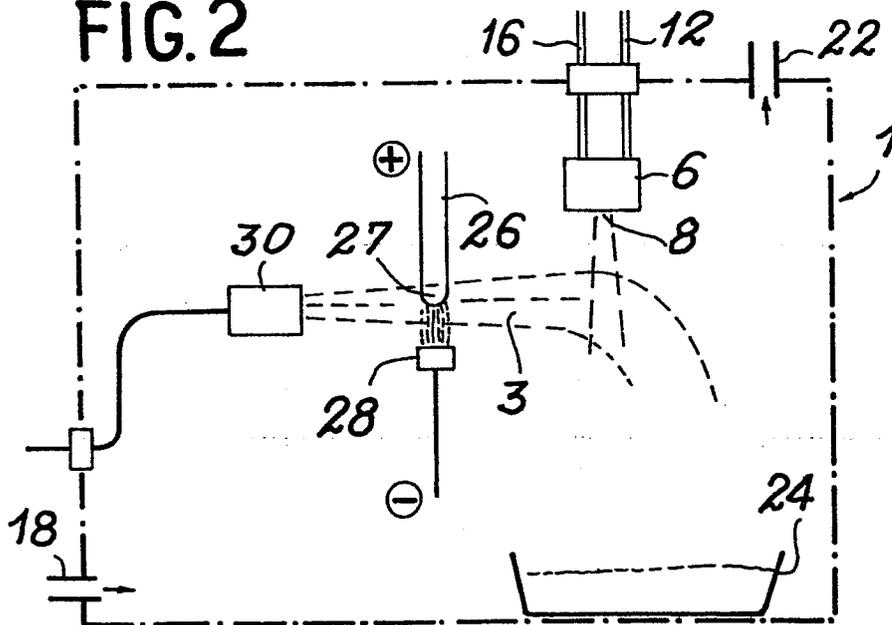


FIG. 2



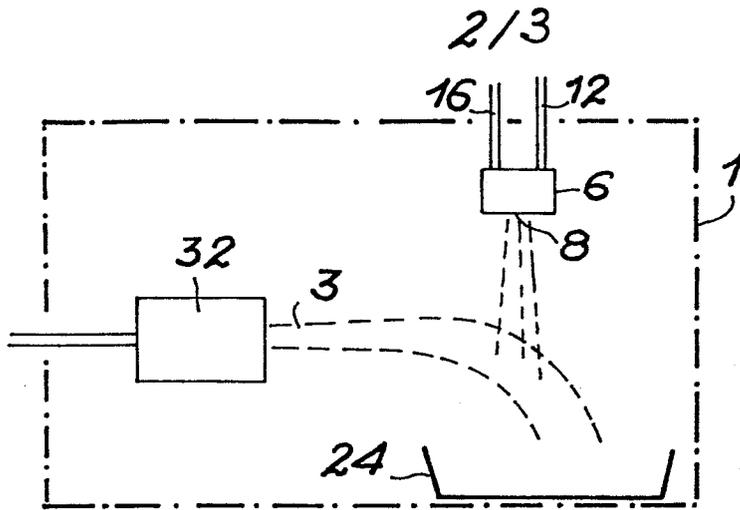


FIG. 3

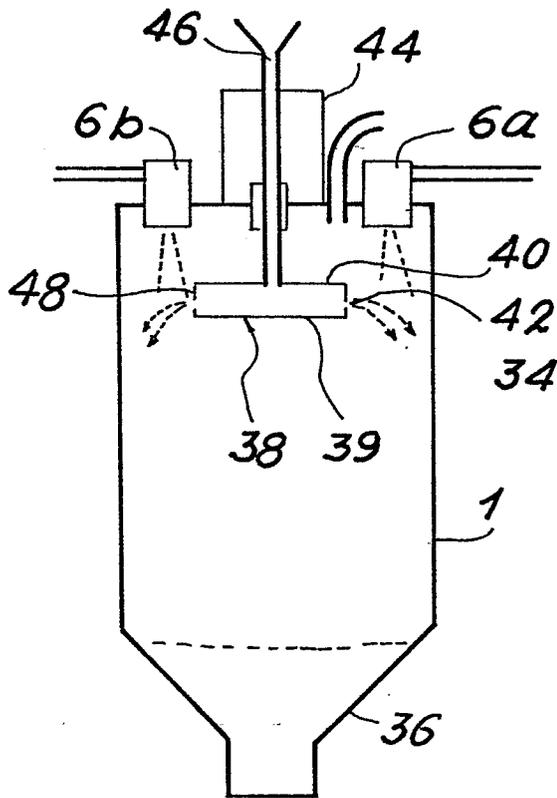


FIG. 4

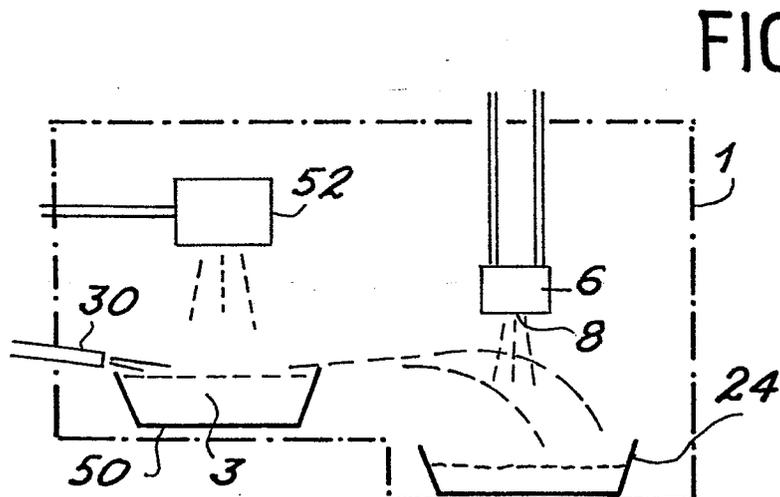


FIG. 5

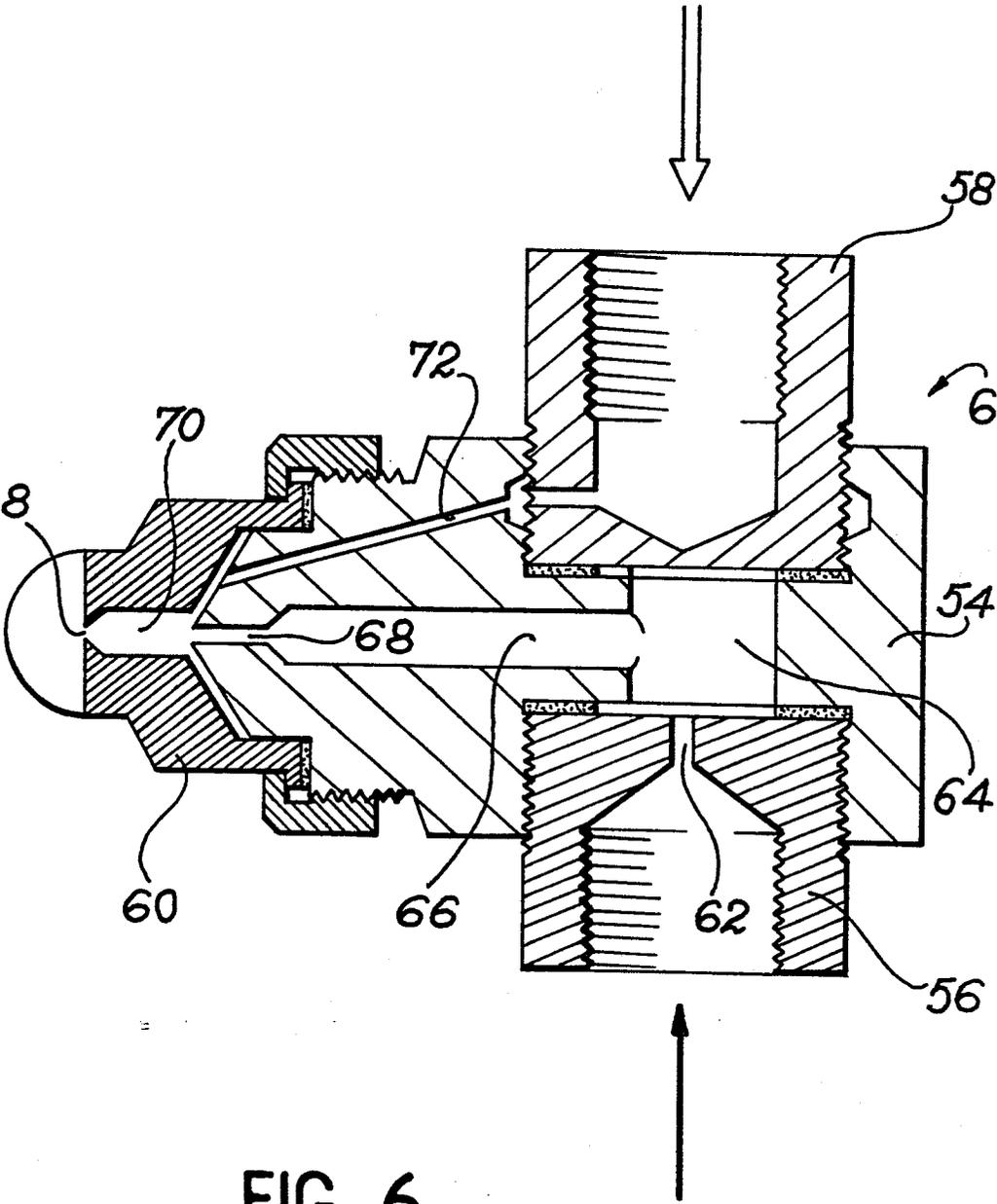


FIG. 6



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)
Y	US-A-2 020 719 (BOTTOMS) * En entier *	1,2,5, 6,8,11	F 25 D 3/10
Y	GB-A-1 413 651 (SINGER) * En entier *	1,2,5, 6,8,11 ,17-19	
A	FR-A-2 449 859 (LINDE AG) * En entier *	3,10	
A	FR-A-2 098 951 (ANVAR) * En entier *	7	
A	US-A-2 460 992 (LE BRASSE et al.) * En entier *	8,19, 20	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl. 3)
A	DE-B-2 140 758 (CERVA et al.) * En entier *	9	F 25 D F 25 C B 22 F B 05 B
A	US-A-1 475 340 (DAVIS) * En entier *	9	
A	FR-A-2 348 933 (B.P. CHEMICALS LTD.) * En entier *	9	
	--- -/-		
Le présent rapport de recherche a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 26-07-1984	Examineur SILVIS H.
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	



DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl. 7)
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	
A	US-A-3 041 672 (LYLE) * En entier *	21	
A	US-A-4 374 075 (YOLTON et al.) * En entier *	22	
A	FR-A-1 395 562 (REYNOLDS METAL CO.) * En entier *	23	
A	FR-A-2 317 040 (LEYBOLD-HERAEUS) * En entier *	24	
A	DE-C- 460 898 (HARTSTOFF-METALL AG)		
A	US-A-3 111 011 (BARLOW)		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl. 7)
A	US-A-4 284 394 (THOMPSON)		
A	GB-A- 713 009 (THE GLACIER METAL CO. LTD.)		
Le présent rapport de recherche a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 26-07-1984	Examineur SILVIS H.
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	

OEB Form 1803 (03.82)