

⑫ **FASCICULE DE BREVET EUROPÉEN**

④⑤ Date de publication du fascicule du brevet:
24.02.88

⑤① Int. Cl.⁴: **F 25 D 3/10**

②① Numéro de dépôt: **84400824.3**

②② Date de dépôt: **24.04.84**

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

③① Priorité: **29.04.83 FR 8307164**

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

④⑤ Mention de la délivrance du brevet:
24.02.88 Bulletin 88/8

⑧④ Etats contractants désignés:
AT BE CH DE GB IT LI SE

⑤⑥ Documents cités:
DE-B-2 140 758
DE-C-460 898
FR-A-1 395 562
FR-A-2 098 951
FR-A-2 317 040
FR-A-2 348 933
FR-A-2 449 859
GB-A-713 009
GB-A-1 413 651
US-A-1 475 340
US-A-2 020 719
US-A-2 460 992
US-A-3 041 672
US-A-3 111 011
US-A-4 284 394
US-A-4 374 075

⑦③ Titulaire: **COMMISSARIAT A L'ENERGIE**
ATOMIQUE, 31/33, rue de la Fédération, F-75015
Paris (FR)

⑦② Inventeur: **Boncoeur, Marcel, 22, rue Marsoulan,**
F-75012 Paris (FR)
Inventeur: **Hansz, Bernard, 28, rue Marcel Charon,**
F-91710 Vert-le-Petit (FR)

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

EP 0 125 964 B1

Il est rappelé que: Dans un délai de neuf mois à compter de la date de publication de la mention de la délivrance du brevet européen toute personne peut faire opposition au brevet européen délivré, auprès de l'Office européen des brevets. L'opposition doit être formée par écrit et motivée. Elle n'est réputée formée qu'après paiement de la taxe d'opposition (Art. 99(1) Convention sur le brevet européen).

Description

La présente invention a pour objet un procédé et un dispositif pour la 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 trempes au cours de sa fabrication.

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 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 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 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 le 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.

Le document GB-A-1 413 651 décrit un procédé de ce type dans lequel on envoie un gaz sur un métal liquide qui s'écoule depuis un orifice prévu à la partie inférieure d'un creuset.

Le document US-A-2 020 719 décrit un procédé de solidification dans lequel on projette des gouttelettes d'un gaz liquéfié sur des gouttelettes du matériau à refroidir: ces dernières se solidifient et on obtient le matériau sous forme de poudre.

La présente invention a pour objet une amélioration aux procédés actuels permettant un refroidissement encore plus efficace et donc une plus grande rapidité de l'opération, ce qui conduit à une meilleure pureté des produits traités et à une gamme d'applications beaucoup plus large.

Selon la principale caractéristique du procédé de refroidissement d'un matériau à l'aide d'un gaz liquéfié objet de l'invention, celui-ci comprend les étapes suivantes consistant à :

(a) - amener le gaz liquéfié dans une buse, ce gaz liquéfié étant à une température inférieure à sa température de saturation et dont l'écart avec cette dernière ne dépasse pas 15°C,

(b) - détendre ce gaz liquéfié afin d'obtenir des gouttelettes,

(c) - briser ces gouttelettes en envoyant sur elles un gaz porteur, le débit et la pression du liquide de refroidissement et du gaz porteur étant réglés de sorte que les gouttelettes obtenues aient un diamètre inférieur ou égal à 40 microns,

et

(d) - projeter les gouttelettes obtenues à l'étape (c) sur le matériau afin de refroidir ce dernier.

5 Le gaz liquéfié est généralement l'azote ou l'argon. La température de saturation d'un liquide est définie comme 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.

10 Afin d'assurer un refroidissement efficace, 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 a-coups dans les canalisation et rend plus facile l'obtention de gouttelettes ayant des dimensions homogènes. Les gaz liquéfiés étant généralement stockés à des températures proches de leur température d'ébullition, donc proche de leur température de saturation, la température d'utilisation est inférieure à la température 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 saturation ne dépasse pas 15°C. On évite ainsi que la vapeur ne se dégage avant que le liquide se mélange au gaz porteur. Par exemple, lorsque le liquide de refroidissement est de l'azote sous un bar, on opère à -206°C pour une température de saturation de -196°C environ, cette dernière étant déterminée expérimentalement. Le tableau ci-dessous indique les températures utilisées en fonction de la pression pour l'azote et l'argon.

Tableau

Pression (bar)	Azote	Argon
1	-206°C	-198°C
2	-199°C	-191°C
3	-195°C	-187°C

50 Quant au gaz porteur, il a pour effet non seulement d'entraîner les gouttelettes de gaz liquéfié, 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'hélium ou un mélange (hélium et argon par exemple) sera choisi par l'homme de l'art en fonction de chaque cas particulier.

60 D'autre part, il peut s'avérer nécessaire d'opérer sous atmosphère contrôlée et le procédé trouve une application intéressante lorsque le matériau à "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.

Ce dispositif comprend, de manière connue, au moins une buse 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, cette buse comportant:

- un orifice pour la sortie du liquide de refroidissement,
- un raccord d'entrée du gaz liquéfié,
- un premier orifice reliant le raccord d'entrée du gaz liquéfié à une chambre de détente,
- 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,
- un raccord d'entrée du gaz porteur, et
- un conduit reliant le raccord d'entrée du gaz porteur à ladite cavité.

Selon l'invention, les dimensions de la 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.

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.

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 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.

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 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.

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 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 refroidissement efficace, il fallait que les gouttelettes de gaz liquéfié projetées à partir de la buse 6 soient sphériques et aient un diamètre inférieur ou égal à 40 microns.

Enfin, pour mieux régler la tension superficielle 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 régle la pression et le débit afin que la tension superficielle des gouttelettes reste dans les limites prescrites. D'autre part, pour que les gouttelettes restent suffisamment 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. Dans le cas de gaz liquéfiés comme l'argon ou l'azote, on a pu déterminer que cette distance devait être comprise entre 5 et 100 millimètres et de préférence entre 5 et 50 millimètres.

La figure 6 montre plus en détail la constitution de la buse utilisée dans le dispositif de l'invention. 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 porteur. Une tête 60, sur laquelle se trouve l'orifice 8 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 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.

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 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 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 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 matériau 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 laquelle 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 particules 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 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 contenue 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 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 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-conducteurs, de verres métalliques ou pour la trempe du verre.

Revendications

1. Procédé de refroidissement d'un matériau (3) à l'aide d'un gaz liquéfié, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes, consistant à :

(a) - amener le gaz liquéfié dans une buse (8), ce gaz liquéfié étant à une température inférieure à sa température de saturation et dont l'écart avec cette dernière ne dépasse pas 15° C,

(b) - détendre ce gaz liquéfié afin d'obtenir des gouttelettes,

(c) - briser ces gouttelettes en envoyant sur elles un gaz porteur, le débit et la pression du liquide de refroidissement et du gaz porteur étant réglés de sorte que les gouttelettes obtenues aient un diamètre inférieur ou égal à 40 microns, et

(d) - projeter les gouttelettes obtenues à l'étape (c) sur le matériau (3) afin de refroidir ce dernier.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que ledit gaz liquéfié est choisi dans le groupe comprenant l'azote et l'argon.

3. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 et 2, caractérisé en ce qu'on opère sous atmosphère contrôlée.

4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, 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.

5. 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 4.

6. Dispositif pour la mise en oeuvre du procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4 comprenant au moins une buse (6) 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), ladite buse (6) comportant:

- un orifice (8) pour la sortie du liquide de refroidissement,

- un raccord d'entrée (56) du gaz liquéfié,

- 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),

- 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
- un conduit (72) reliant le raccord d'entrée (58) du gaz porteur à ladite cavité (70),

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).

7. Dispositif selon la revendication 6, caractérisé en ce que ladite première canalisation (12) est une canalisation à double enveloppe.

8. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 6 et 7, 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.

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

10. Dispositif selon la revendication 9, 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).

11. Dispositif selon la revendication 10, 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.

12. Dispositif selon la revendication 11, 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.

13. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 6 à 12, 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.

14. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 6 à 13, 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).

15. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 6 à 14, caractérisé en ce qu'il comporte des moyens permettant d'amener le matériau à traiter (3) devant la buse (6).

16. Dispositif selon la revendication 15, caractérisé en ce que lesdits moyens permettant d'amener 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).

17. Dispositif selon la revendication 15, caractérisé en ce que lesdits moyens permettant d'amener le matériau à élaborer devant la buse (6) comprennent:

- 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), 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).

18. Dispositif selon la revendication 15,

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).

19. Dispositif selon la revendication 15, 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 réservoir sous forme liquide et ladite paroi latérale (42) étant percée d'un certain nombre de trous (45) pour permettre la sortie du liquide sous forme de particules par centrifugation, ces particules passant ensuite devant la buse (6).

20. Dispositif selon la revendication 15, caractérisé en ce que les moyens permettant d'amener le matériau à traiter devant la buse (6) comprennent:

- 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
- des moyens de soufflage (30) pour projeter la partie fondue du matériau à élaborer devant la buse (6).

Patentansprüche

1. Verfahren zur Kühlung eines Material (3) mit Hilfe eines verflüssigten Gases, dadurch gekennzeichnet, daß es die folgenden Schritte umfaßt, die bestehen in:

- (a) - Zuführen des verflüssigten Gases in eine Düse (8), wobei dieses verflüssigte Gas eine niedrigere Temperatur als seine Sättigungstemperatur aufweist und wobei der Unterschied zu dieser 15°C nicht überschreitet
- (b) - Entspannen dieses verflüssigten Gases, um Tröpfchen zu erhalten,
- (c) - Zerschlagen dieser Tröpfchen, indem auf sie ein Trägergas geschickt wird, wobei die Durchflußleistung und der Druck der Kühlflüssigkeit und des Trägergases derart geregelt werden, daß die erhaltenen Tröpfchen einen Durchmesser von kleiner oder gleich 40 µm aufweisen, und
- (d) - Aufschleudern der beim Schritt (c) erhaltenen Tröpfchen auf das Material (3), um letzteres zu kühlen.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das verflüssigte Gas aus der Stickstoff und Argon enthaltenden Gruppe ausgewählt wird.

3. Verfahren nach irgendeinem der Ansprüche 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß man bei einer gesteuerten Atmosphäre arbeitet.

4. Verfahren nach irgendeinem der Ansprüche

1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß man das zu bearbeitende Material (3) in Teilchenform vorbereitet, bevor man es der Wirkung der Kühlflüssigkeit aussetzt.

5. Verfahren zur Herstellung eines feuerfesten Materials, welches wenigstens einen Schritt umfaßt, bei dem das herzustellende Material einer Abschreckbehandlung ausgesetzt wird, dadurch gekennzeichnet, daß dieses

10 Abschrecken durch das Kühlverfahren nach irgendeinem der Ansprüche 1 bis 4 durchgeführt wird.

6. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach irgendeinem der Ansprüche 1 bis 4, mit wenigstens einer Düse (6), die mit wenigstens einer Kühlflüssigkeitsquelle (10) über eine erste Leitung (12) und mit wenigstens einer Trägergasquelle (14) über eine zweite Leitung (16) verbunden ist, wobei die Düse (6) umfaßt:

- eine Öffnung (8) für den Austritt der Kühlflüssigkeit,
- einen Einlaßanschluß (56) für das verflüssigte Gas,
- eine erste Öffnung (62), die den Einlaßanschluß (56) für das verflüssigte Gas mit einer Entspannungskammer (64) verbindet,
- einen Durchlaß (66), der die Entspannungskammer (64) mit einer zweiten Öffnung (68) verbindet,
- eine Kammer (70), in die die zweite Öffnung (68) mündet, wobei diese Kammer (70) mit dem Äußeren über die Austrittsöffnung (8) für die Kühlflüssigkeit in Verbindung steht,
- ein Einlaßanschluß (58) für das Trägergas, und
- ein Durchlaß (72), der den Einlaßanschluß (58) für das Trägergas mit der Kammer (70) verbindet, dadurch gekennzeichnet, daß die Abmessungen der ersten Leitung (12) derart sind, daß sich die Kühlflüssigkeit bei ihrem Eintritt in die Düse (6) in einphasiger Form befindet.

7. Vorrichtung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß die erste Leitung (12) eine Leitung mit einem doppelten Mantel ist.

8. Vorrichtung nach irgendeinem der Ansprüche 6 oder 7, dadurch gekennzeichnet, daß die erste Leitung (12) eine Länge kleiner oder gleich 5 m und einen Durchtrittsdurchmesser für die Kühlflüssigkeit kleiner oder gleich 12 mm aufweist, wenn der Druck der letzteren zwischen 1 und 1,5 Bar liegt.

9. Vorrichtung nach irgendeinem der Ansprüche 6 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß die Düse (6) und das zu behandelnde Material (3) relativ zueinander bewegbar sind.

10. Vorrichtung nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß sie derart ausgestaltet ist, daß der Abstand zwischen der Öffnung (8) der Düse (6) und dem zu behandelnden Material (3) während der gesamten Dauer der relativen Bewegung zwischen der Düse (6) und des Materials (3) konstant ist.

11. Vorrichtung nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß der Abstand zwischen der Öffnung (8) der Düse (6) und dem zu behandelnden Material zwischen 5 und 100 mm

liegt.

12. Vorrichtung nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, daß der Abstand zwischen der Öffnung (8) der Düse (6) und dem zu behandelnden Material zwischen 5 und 50 mm liegt.

13. Vorrichtung nach irgendeinem der Ansprüche 6 bis 12, dadurch gekennzeichnet, daß sie ferner eine Abschirmungswand umfaßt, die das herzustellende Material in dem Bereich wärmemäßig schützen soll, wo man die Kühlung durchführt.

14. Vorrichtung nach irgendeinem der Ansprüche 6 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß sie ferner eine dichte Umschließung (1) aufweist, in deren Inneren sich die Düse (6) und das zu behandelnde Material (3) befinden.

15. Vorrichtung nach irgendeinem der Ansprüche 6 bis 14, dadurch gekennzeichnet, daß sie Einrichtungen umfaßt, die ermöglichen, das zu behandelnde Material (3) vor die Düse (6) zu bringen.

16. Vorrichtung nach Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet, daß die Einrichtungen, die ermöglichen, das herzustellende Material (3) vor die Düse (6) zu bringen, einen Behälter (2) umfassen, der das Material im flüssigen Zustand enthält und ihm ermöglicht, durch die Schwerkraft vor die Düse (6) zu strömen.

17. Vorrichtung nach Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet, daß die Einrichtungen, die ermöglichen, das herzustellende Material vor die Düse (6) zu bringen umfassen:

- eine erste, aus diesem Material hergestellte Elektrode (26),
- eine zweite Elektrode (28), die so angeordnet ist, daß sie einen Bogen zwischen sich selbst und der ersten Elektrode (26) überschlagen läßt, um einen Teil (27) des diese erste Elektrode (26) bildenden Materials zu schmelzen, und
- Blaseinrichtungen (30), um den von der ersten Elektrode (26) geschmolzenen Teil (27) in der Form von Flüssigkeitsteilchen vor die Düse (6) zu schleudern.

18. Vorrichtung nach Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet, daß die Einrichtungen, die ermöglichen, das herzustellende Material vor die Düse (6) zu bringen, einen Plasmabrenner (32) umfassen, mit dem ein Strom geschmolzener Teilchen dieses Materials vor die Düse (6) geschickt werden kann.

19. Vorrichtung nach Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet, daß die Einrichtungen, die ermöglichen, das herzustellende Material vor die Düse (6) zu bringen, einen zylindrischen Behälter (38) umfassen, der um seine Achse drehbeweglich ist und von zwei ebenen, parallelen Scheiben (39, 40) gebildet ist, die durch eine Seitenwand (42) miteinander verbunden sind, das herzustellende Material in diesen Behälter im flüssigen Zustand eingebracht wird und die Seitenwand (42) mit einer gewissen Anzahl von Löchern (48) durchbohrt ist, um den Austritt der Flüssigkeit in Teilchenform durch Zentrifugierung zur ermöglichen, wobei diese

Teilchen anschließend vor die Düse (6) gelangen.

20. Vorrichtung nach Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet, daß die Einrichtungen, die ermöglichen, das zu behandelnde Material vor die Düse (6) zu bringen, umfassen:

- einen Tiegel (50), der dieses Material im festen Zustand enthält,
- eine Elektronenquelle (52), die einen Elektronenstrahl auf das in diesem Tiegel (50) enthaltene Material (3) schicken kann, um es an der Oberfläche zu schmelzen, und
- Blaseinrichtungen (30), um den geschmolzenen Teil des herzustellenden Materials vor die Düse (6) zu schleudern.

Claims

1. Process for cooling a material (3) with the aid of a liquefied gas, characterized in that it comprises the following stages:

(a) bringing the liquefied gas into a nozzle (8), said liquefied gas being at a temperature below its saturation point and whereof the variation from the latter does not exceed 15°C,

(b) expanding said liquefied gas in order to obtain droplets,

(c) shattering these droplets by applying thereto a carrier gas, the flow rate and pressure of the cooling liquid and the carrier gas being regulated in such a way that the droplets obtained have a diameter equal to or below 40 microns and

(d) spraying the droplets obtained in stage (c) onto material (3) in order to cool the latter.

2. Process according to claim 1, characterized in that said liquefied gas is chosen in the group including nitrogen and argon.

3. Process according to any one of the claims 1 and 2, characterized in that working takes place under a controlled atmosphere.

4. Process according to any one of the claims 1 to 3, characterized in that the material to be treated (3) is prepared in a particular form before subjecting it to the action of the cooling liquid.

5. Process for producing a refractory material of the type involving at least one stage in which the material to be produced is subject to a tempering treatment, characterized in that said tempering is performed by the cooling process according to any one of the claims 1 to 4.

6. Apparatus for performing the process according to any one of the claims 1 to 4 comprising at least one nozzle (6) connected to at least one cooling liquid source (10) by a first pipe (12) and to at least one carrier gas source (14) by a second pipe (16), said nozzle (6) having:

- an orifice (8) for the discharge of the cooling liquid,

- an intake connection (56) for the liquefied gas,

- a first orifice (62) connecting the intake connection (56) for the liquefied gas to an expansion chamber (64),

- a duct (66) connecting the expansion chamber (64) to a second orifice (68),

- a cavity (70) into which issues the second orifice (68), said cavity (70) being linked with the outside by the cooling liquid discharge orifice (8),

- an intake connection (58) for the carrier gas and

- a duct (72) linking the intake connection (58) for the carrier gas to said cavity (70),

characterized in that the dimensions of the first pipe (12) are such that the cooling liquid is in monophasic form when it enters nozzle (6).

7. Apparatus according to claim 6, characterized in that the first pipe (12) has a double envelope.

8. Apparatus according to any one of the claims 6 and 7, characterized in that said first pipe (12) has a length equal to or less than 5 metres and a cooling liquid passage diameter equal to or less than 12 mm when the pressure of the latter is between 1 and 1.5 bar.

9. Apparatus according to any one of the claims 6 to 8, characterized in that nozzle (6) and the material (3) to be treated are mobile with respect to one another.

10. Apparatus according to claim 9, characterized in that it is arranged in such a way that the distance between the orifice (8) of nozzle (6) and the material (3) to be treated is constant throughout the duration of the relative displacement of nozzle (6) and material (3).

11. Apparatus according to claim 10, characterized in that the distance between orifice (8) of nozzle (6) and the material to be treated is between 5 and 100 mm.

12. Apparatus according to claim 11, characterized in that the distance between orifice (8) of nozzle (6) and the material to be treated is between 5 and 50 mm.

13. Apparatus according to any one of the claims 6 to 12, characterized in that it also has a confinement shield for thermally protecting the material to be produced in the area where cooling takes place.

14. Apparatus according to any one of the claims 6 to 13, characterized in that it also comprises a tight enclosure (1) within which is located a nozzle (6) and the material (3) to be treated.

15. Apparatus according to any one of the claims 6 to 14, characterized in that it has means making it possible to bring the material (3) to be treated in front of nozzle (6).

16. Apparatus according to claim 15, characterized in that the means making it possible to bring the material (3) to be produced in front of nozzle (6) comprise a crucible (2) containing said material in liquid form and enabling it to flow by gravity in front of nozzle (6).

17. Apparatus according to claim 15, characterized in that the means making it possible to bring the material to be produced in front of nozzle (6) comprise:

- a first electrode (26) made from said material,
- a second electrode (28) arranged in such a

way as to strike an arc between itself and the first electrode (26) in order to melt part (27) of the material constituting said first electrode (26) and

- blowing means (30) for spraying the melted part (27) of the first electrode (26) in the form of liquid particles in front of nozzle (6).

18. Apparatus according to claim 15, characterized in that the means making it possible to bring the material to be produced in front of nozzle (6) comprise a plasma torch (32) able to pass a jet of melted particles of this material in front of nozzle (6).

19. Apparatus according to claim 15, characterized in that the means making it possible to bring the material to be produced in front of nozzle (6) comprise a cylindrical tank (38) mobile in rotation about its axis and formed from two parallel, planar disks (39, 40) connected by a side wall (42), the material to be produced being introduced into said tank in liquid form and said side wall (42) having a certain number of holes (48) to permit the discharge of the liquid in the form of particles by centrifuging, said particles then passing in front of nozzle (6).

20. Apparatus according to claim 15, characterized in that the means making it possible to bring the material to be treated in front of nozzle (6) comprise:

- a crucible (50) containing said material in solid form,
- an electron source (52) able to pass an electron beam onto the material (3) contained in crucible (50) in order to surface melt the same and
- blowing means (30) for spraying the melted part of the material to be produced in front of nozzle (6).

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

9

FIG.1

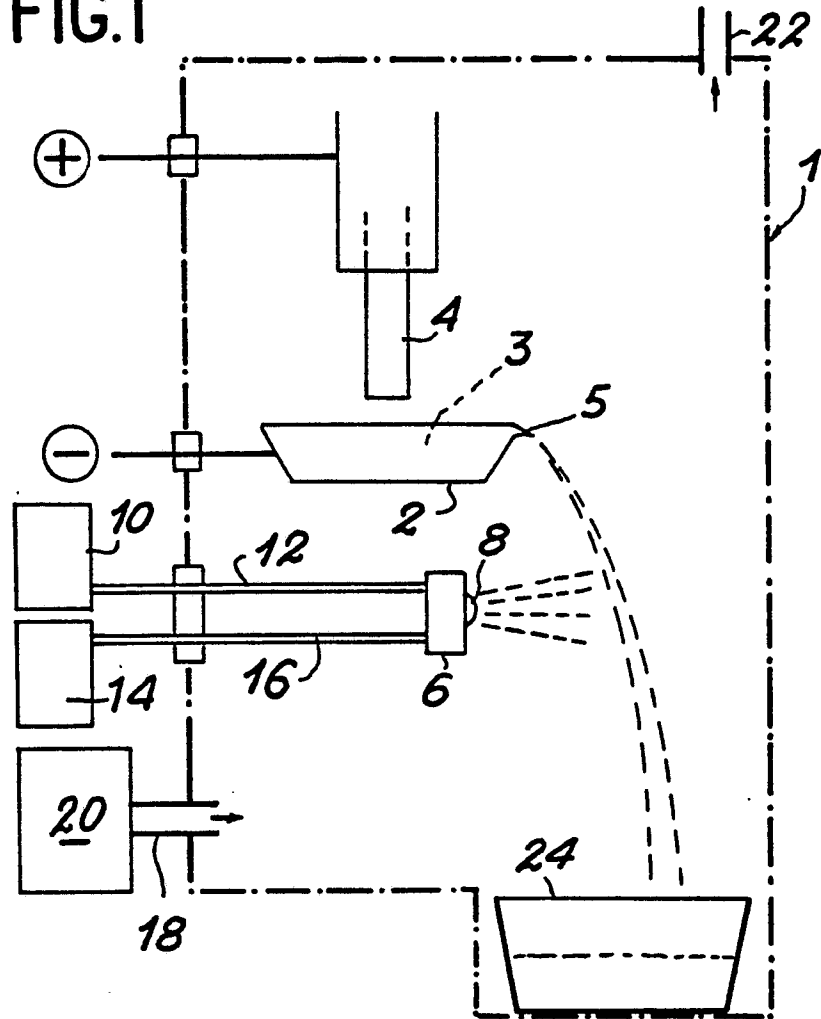
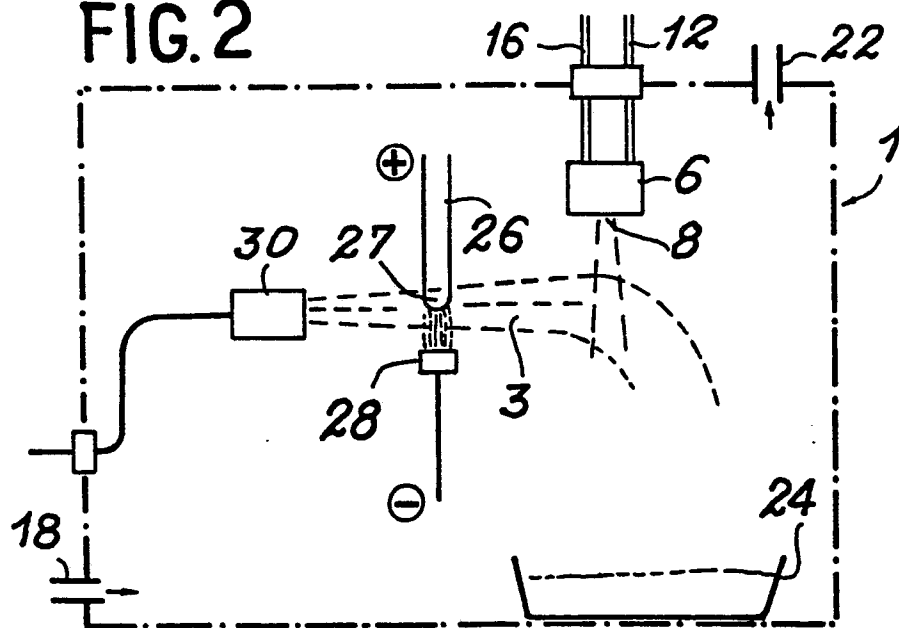


FIG.2



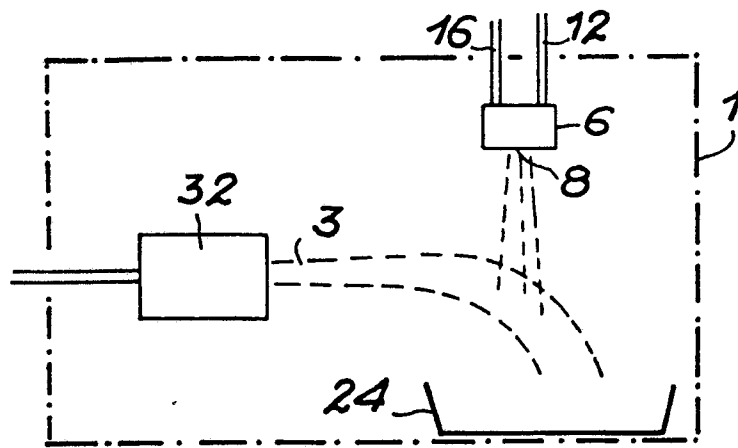


FIG. 3

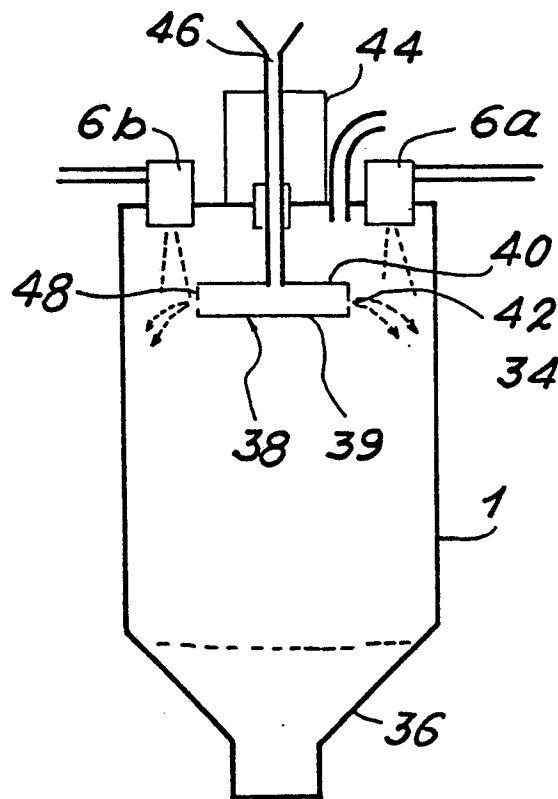


FIG. 4

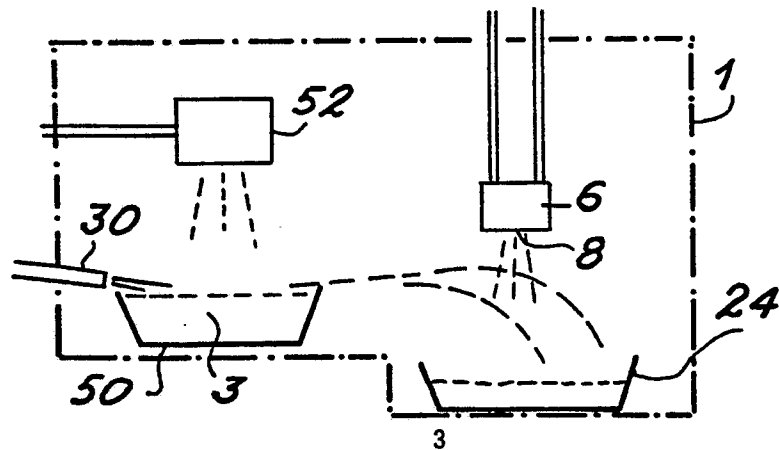


FIG. 5

