

⑫

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

⑰ Numéro de dépôt: **86420032.4**

⑤① Int. Cl.⁴: **C 22 C 32/00**

⑳ Date de dépôt: **30.01.86**

③① Priorité: **01.02.85 FR 8501856**

⑦① Demandeur: **CEGEDUR SOCIETE DE TRANSFORMATION DE L'ALUMINIUM PECHINEY, 23, Rue Balzac, F-75008 Paris (FR)**

④③ Date de publication de la demande: **20.08.86**
Bulletin 86/34

⑦② Inventeur: **Faure, Jean-François Résidence "Le Chopin", 21, rue du Général Rambaud, F-38500 Voiron (FR)**

⑧④ Etats contractants désignés: **BE CH DE GB IT LI LU NL**

⑦④ Mandataire: **Vanlaer, Marcel et al, PECHINEY 28, rue de Bonnel, F-69433 Lyon Cédex 3 (FR)**

⑤④ **Procédé d'obtention par la métallurgie des poudres d'un matériau à base d'alliage d'aluminium et d'au moins une céramique destiné à la confection de pièces soumises à frottement.**

⑤⑦ La présente demande est relative à un procédé d'obtention par la métallurgie des poudres d'un matériau à base d'alliage d'aluminium, de lubrifiant solide et d'au moins une céramique.

Ce procédé est caractérisé en ce que l'on utilise une céramique en poudre de granulométrie comprise entre 1 et 10 µm.

Il trouve son application dans la confection de pièces soumises à frottement, notamment à chaud, telles que des chemises de moteurs en vue d'obtenir principalement un compromis optimum entre les valeurs du coefficient de frottement et de la résistance au grippage et à l'usure.

EP 0 191 707 A1

PROCEDE D'OBTENTION PAR LA METALLURGIE DES POUDRES D'UN
MATERIAU A BASE D'ALLIAGE D'ALUMINIUM ET D'AU MOINS UNE
CERAMIQUE DESTINE A LA CONFECTION DE PIECES SOUMISES A
FROTTEMENT

5

La présente invention est relative à un procédé d'obtention par la métallurgie des poudres d'un matériau à base d'alliage d'aluminium, d'un lubrifiant solide et d'au moins une céramique destiné à la confection de pièces soumises à frottement, telles que par exemple les chemises de moteurs à combustion interne.

L'homme de l'art sait que les pièces soumises à frottement doivent posséder un certain nombre de propriétés dont les principales sont :

- 15 - un faible coefficient de dilatation et de frottement,
 - une résistance au grippage et à l'usure suffisante,
 - une bonne usinabilité,
 - un bon comportement vis-à-vis des pièces sur lesquelles elles frottent et dites "pièces antagonistes" de façon à en limiter l'usure,
- 20 - une bonne tenue mécanique notamment lorsqu'il s'agit de chemises de moteur.

Malheureusement, dans ce domaine, la plupart des alliages classiques d'aluminium sont particulièrement désavantagés en raison de leur coefficient de dilatation relativement élevé, de leur forte tendance au grippage et à l'usure et leur coefficient de frottement élevé.

C'est pourquoi, lorsqu'on a voulu appliquer ce métal à la confection de pièces soumises à frottement, on s'est orienté vers les alliages d'aluminium-silicium à cause de leur coefficient de dilatation plus faible que celui des autres alliages, ce qui est évidemment intéressant dans le cas de pièces se mouvant les unes par rapport aux autres avec un jeu faible et contrôlé et dont la température évolue en cours de fonctionnement.

De plus, ces alliages présentent l'avantage, lorsqu'ils contiennent du silicium en quantité hypereutectique, de conduire lors de leur fabrication par coulée à la formation de cristaux primaires de silicium durs distribués dans une matrice en aluminium plus tendre, ce qui renforce leur résistance à l'usure et au grippage.

Cependant, ces cristaux, lorsqu'ils se forment dans une masse d'alliage coulé, sont généralement grossiers et rendent difficile l'usinage des pièces ainsi obtenues. C'est pourquoi la demanderesse dans son brevet français 2 343 895 préconise de fabriquer ces alliages à partir de poudres obtenues par atomisation,

5 par exemple, car ainsi, on peut, en raison des grandes vitesses de refroidissement atteintes lors de leur fabrication, former des cristaux de silicium d'une taille inférieure à 20 μm . Lorsque ces poudres sont mises en forme par filage ou par frittage, elles conduisent à la formation de pièces qui s'usinent plus facilement et présentent par ailleurs un coefficient de frottement amélioré.

10

Cette technique est également favorable à l'incorporation dans l'alliage de produits lubrifiants solides tels que le graphite, l'étain ou encore d'agents durcisseurs tels que le carbure de silicium par exemple.

15 Par ailleurs, on peut augmenter la résistance mécanique de tels alliages en ajoutant d'autres éléments d'addition tels que le cuivre, le magnésium, etc...

Par la suite, la demanderesse dans son brevet français 2 528 910 a proposé de nouveaux perfectionnements aux pièces obtenues avec de tels alliages par la

20 métallurgie des poudres. Elle a en effet constaté que ces alliages d'aluminium - silicium atomisés contenaient une forte proportion de particules de silicium inférieures à 5 μm et que ces dernières, en raison de leur grande finesse, nuisaient à une bonne compatibilité entre les pièces en mouvement. Pour résoudre ce problème, elle a enseigné l'utilisation de mélanges de poudres

25 d'aluminium et de grains de silicium soigneusement calibrés dans une fourchette de granulométrie comprise entre 20 et 50 μm .

Plus récemment, on a vu apparaître, toujours fabriqués à partir de poudres d'alliages d'aluminium, de nouveaux matériaux composites dans lesquels sont

30 incorporés des produits désignés sous le nom de "céramique" et qui regroupe notamment le corindon, le carbure de silicium et la zircone. De tels matériaux sont enseignés dans la demande de brevet japonais 59/38350 qui revendique un alliage d'aluminium fritté contenant 0,5 à 30 % de lubrifiant solide (plomb, graphite, sulfure de molybdène ou de tungstène, sulfate de cuivre, nitrure de

35 bore); 0,2 à 20 % d'une phase dure (SiO_2 , Al_2O_3 , ZrO_2 , carbures et nitrures des mêmes éléments); 0,2-20 % d'éléments durcissants (cuivre, magnésium, silicium, étain, zinc); 0,2-20 % de Fe, Ni, Cr pour améliorer la résistance à l'usure.

Il est connu que la présence d'une phase dure permet d'améliorer la résistance à l'usure et au grippage des matériaux soumis à frottement par rapport aux alliages hypersiliciés mais, elle entraîne corrélativement une mauvaise usinabilité et un coefficient de frottement très élevé conduisant à une usure rapide de la
5 pièce antagoniste. C'est pourquoi d'ailleurs, de tels matériaux ont été réservés dans la demande de brevet japonaise à la confection de pièces telles que des mâchoires de freins, par exemple, et non à des chemises de moteur pour la confection desquelles ils sont tout à fait contre-indiqués.

10 La demanderesse ayant pour but, sans recourir à la technique des particules de silicium calibrés mais, tout en gardant la technique mise au point dans son brevet 2 343 895, de trouver un matériau présentant un compromis optimum entre les valeurs du coefficient de frottement et de la résistance au grippage tout en maintenant par ailleurs les autres propriétés à un niveau convenable,
15 n'était donc guère encouragée à incorporer des céramiques ayant un coefficient de frottement élevé dans un matériau destiné notamment à la confection de chemises de moteurs. Mais, voulant néanmoins bénéficier de certains avantages de ces produits, elle a cherché à les utiliser en essayant sinon d'en supprimer les inconvénients, du moins de les atténuer.

20

C'est ainsi que la demanderesse a trouvé que la solution résidait dans l'utilisation d'une céramique en poudre de granulométrie comprise entre 1 et 10 μm .

25 L'invention consiste donc à introduire dans le mélange de poudres constituées par l'alliage d'aluminium et le lubrifiant solide, une céramique de granulométrie comprise entre 1 et 10 μm mais de préférence ne dépassant pas 7 μm . Ce choix particulier de granulométrie vient de la constatation surprenante faite par la demanderesse suivant laquelle lorsqu'on utilise une poudre de granulométrie
30 décroissante dans la fourchette indiquée, certes le coefficient de frottement du matériau décroît comme on pouvait s'y attendre mais que à la différence de ce que nous avons dit plus haut, il n'y a pas dégradation corrélative de la résistance au grippage et tout au contraire amélioration de cette résistance.

35 Par contre, au-delà des limites de cette fourchette, on retrouve les variations attendues de propriétés, c'est-à-dire vers les granulométries croissantes au-delà

de 10 μm une augmentation de la résistance au grippage et du coefficient de frottement et vers les granulométries décroissant au-dessous de 1 μm une diminution de ces propriétés.

- 5 Cette granulométrie particulière peut être obtenue par tout moyen connu de pulvérisation et/ou broyage et tamisage de la céramique utilisée.

Cette céramique peut être notamment du corindon, du carbure de silicium, de la zircone et de la silice.

10

La quantité de céramique ayant donné les meilleurs résultats se situe dans la fourchette de 5 à 25 % en poids par rapport au matériau final et de préférence entre 7 et 15 %. Au-delà de 25 %, on constate une dégradation des propriétés mécaniques à laquelle on pourrait remédier en faisant un traitement spécial de
15 frittage sous charge en présence d'une phase liquide mais, on augmente alors sensiblement le prix du matériau ainsi fabriqué. En-dessous de 5 %, la céramique n'exerce pas d'effet suffisant.

- 20 Les matériaux de l'invention peuvent également contenir un lubrifiant solide suivant une proportion inférieure à 10 % de la masse du matériau final, ces lubrifiants, étant par exemple, le bisulfure de molybdène, le graphite, le nitrure de bore.

- 25 L'alliage d'aluminium auquel on mélange le lubrifiant solide et la céramique, peut être tout alliage disponible sous forme de poudre préalliée ou prémélangée.

Les matériaux selon l'invention sont obtenus puis mis sous forme de chemise ou autre pièce destinée à être soumise à frottement de la façon suivante :

- 30 La poudre d'alliage d'aluminium obtenue par atomisation à l'air ou sous gaz inerte de granulométrie comprise entre 20 et 300 μm est mélangée avec le lubrifiant solide puis, on y ajoute la céramique de granulométrie comprise entre 1 et 10 μm que l'on disperse dans la masse d'alliage de façon la plus régulière possible avec tout moyen connu de brassage.

35

Le mélange obtenu est alors comprimé à froid soit dans une presse uniaxiale, soit dans une presse isostatique, puis filé à chaud dans une presse à extruder

sous forme de lopins ou de billettes que l'on usine aux cotes de la pièce souhaitée ou encore fritté à chaud à partir d'une ébauche possédant les cotes convenables. Suivant les caractéristiques désirées, les pièces ainsi obtenues sont soumises à des traitements thermiques tels que mise en solution, trempe et
5 revenu.

La présente invention peut être illustrée à l'aide des exemples d'application suivants :

- 10 A partir d'un produit formé de poudre d'alliage d'aluminium du type A-U₄SG de granulométrie comprise entre 60 et 250 μ m et de graphite de granulométrie comprise entre 20 et 100 μ m utilisé à raison de 3 % en poids par rapport à l'alliage, on a réalisé huit mélanges différents en ajoutant à quatre d'entre eux 10 % de corindon de granulométrie moyenne respective 3-10-20-50 μ m et aux
15 quatre autres 10 % de carbure de silicium ayant les 4 mêmes granulométries moyennes. Ces mélanges ont été soumis séparément d'abord à une compression à froid dans une presse uniaxiale sous une pression de 300 MPa pour obtenir des ébauches de dimensions ϕ 60 mm; ces ébauches ont été filées à 450°C pour donner des pièces que l'on a chauffées à 500°C pendant 2 heures puis trempées
20 jusqu'à 20°C et enfin traitées à une température de revenu de 175°C pendant 8 heures.

Les huit pièces ainsi obtenues ont alors été soumises à des essais de résistance au grippage d'une part et à des mesures du coefficient de frottement d'autre
25 part.

Les essais de grippage ont été réalisés au moyen d'un tribomètre alternatif PLINT basé sur le principe suivant : on fait froter sur une face plane, horizontale et lubrifiée de la pièce soigneusement immobilisée, un segment
30 métallique animé d'un mouvement rectiligne alternatif et on observe s'il y a grippage ou non.

Cet essai est répété 10 fois sur chacune des pièces de manière à assurer une bonne reproductibilité de la mesure. On en déduit un pourcentage de cas n'ayant pas donné lieu au grippage et c'est cette grandeur qui permet de quantifier la
35 résistance au grippage. Quant à la détermination du coefficient de frottement, elle est obtenue au moyen du même tribomètre après lubrification de la pièce

dans des conditions de lubrification limite et par mesure à l'aide d'un capteur de force piézoélectrique.

Les résultats de ces essais figurent dans les deux tableaux suivants relatifs pour le premier aux pièces contenant du corindon et pour le deuxième à celles contenant du carbure de silicium.

TABLEAU I

10

	Granulométrie moyenne Al_2O_3 (μm)	Résistance au grippage (en %)	Coefficient de frottement
	3	75	0,12
15	10	20	0,14
	20	25	0,16
	50	30	0,17

20 TABLEAU 2

	Granulométrie moyenne moyenne SiC (μm)	Résistance au grippage (en %)	Coefficient de frottement
25	3	75	0,06
	10	50	0,10
	20	35	0,12
	50	30	0,13

30

Ces résultats montrent que, contre toute attente, les céramiques de granulométrie 3 μm améliorent considérablement la résistance au grippage par rapport aux céramiques plus grossières. Il en est également de même pour les coefficients de frottement de sorte que la présente invention a pour effet une évolution dans un sens favorable de deux propriétés qui souvent évoluent dans des sens opposés tandis que par ailleurs d'autres propriétés telles que

35

l'usinabilité, la résistance à l'usure de la pièce sont également améliorées tout en conduisant à une usure relativement faible de la pièce antagoniste.

La présente invention trouve son application dans la confection de pièces
5 soumises à frottement, telles que des chemises de moteur en vue d'obtenir un compromis optimum entre les valeurs du coefficient de frottement et de la résistance au grippage et à l'usure.

REVENDICATIONS

1. Procédé d'obtention par la métallurgie des poudres d'un matériau à base d'alliage d'aluminium, d'un lubrifiant solide et d'au moins une céramique caractérisé en ce que l'on utilise une céramique en poudre de granulométrie comprise entre 1 et 10 μm .
5
2. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que la granulométrie est de préférence comprise entre 1 et 7 μm .
3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la céramique
10 appartient au groupe constitué par le corindon, le carbure de silicium, le zircon et la silice.
4. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que la céramique est ajoutée suivant une proportion de 5 à 25 % en poids par rapport au matériau
15 final.
5. Procédé selon la revendication 4 caractérisé en ce que la céramique est ajoutée de préférence suivant une proportion de 7 à 15 % en poids par rapport au matériau final.
20
6. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le lubrifiant solide appartient au groupe constitué par le bisulfure de molybdène, le graphite, le nitrure de bore.
- 25 7. Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que le lubrifiant solide représente moins de 10 % de la masse du matériau final.



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

0 19 1797
Numero de la demande

EP 86 42 0032

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. 4)
X	GB-A-2 112 813 (NISSAN MOTOR CO.) * Revendications 1-3; page 6, exemples 3,4 *	1-5	C 22 C 32/00
Y		6,7	
Y	US-A-3 885 959 (F.A. BADIA et al.) * Revendications 8-10,14-20; colonne 7, ligne 8 - colonne 8, ligne 52 *	1-7	
Y	DE-A-1 296 805 (R. SCHNEIDER et al.) * Revendications 1-4 *	1-7	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl. 4)
			C 22 C 32/00 C 22 C 1/04
Le présent rapport de recherche a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 10-04-1986	Examineur SCHRUEERS H. J.
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES			
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		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 & : membre de la même famille, document correspondant	