

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11) Numéro de publication:

0 394 091
A1

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(21) Numéro de dépôt: **90400966.9**(51) Int. Cl.⁵: **B03D 3/00**(22) Date de dépôt: **10.04.90**(30) Priorité: **17.04.89 FR 8905034**(43) Date de publication de la demande:
24.10.90 Bulletin 90/43(84) Etats contractants désignés:
AT BE CH DE ES FR GB IT LI NL SE

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

(72) Inventeur: **Karinthi, Pierre**
66, rue Anatole France
F-78350 Jouy-en-Josas(FR)

(74) Mandataire: **Le Moenner, Gabriel et al**
L'AIR LIQUIDE, Société Anonyme pour l'etude et l'exploitation des procédés Georges Claude 75, Quai d'Orsay
F-75321 Paris Cédex 07(FR)

(54) **Procédé de restructuration d'un ensemble de particules fines.**

(57) Procédé de restructuration d'un ensemble de particules fines, de granulométries inférieures à 100 microns, caractérisé en ce qu'on place lesdites particules à restructurer dans un bain de liquide cryogénique inerte à l'égard desdites particules, on assure l'opération de restructuration proprement dite, après quoi on procède au retrait du liquide cryogénique par exemple par évaporation.

Applications à la réalisation d'alliages métalliques, de polymères spéciaux, de peintures, d'encre, de noir de carbone, de céramiques spéciales et de produits pharmaceutiques ou alimentaires.

EP 0 394 091 A1

La présente invention concerne la restructuration de poudres fines, de granulométrie inférieure à 100 microns (μm), et notamment inférieure à 10 μm .

On sait qu'il est généralement très difficile de mélanger des poudres fines de natures différentes, qu'elles soient métalliques ou non ; il est encore plus difficile de trier des poudres de granulométries différentes dès qu'elles sont inférieures à 100 microns. Pour les granulométries inférieures à 1 micron, les grains s'agglomèrent ou s'alignent sous l'effet de forces de tension superficielle ou de forces électriques : le tri, le mélange et l'utilisation à l'échelle du grain de poudre deviennent donc impossibles.

La présente invention vise un procédé de restructuration de poudres ou particules fines, de granulométries inférieures à 100 microns, qui permet de réaliser les opérations usuelles de restructuration, à savoir la fourniture de poudre fine sous forme homogène, de mélanges intimes de poudres ou une séparation - tri de poudres de granulométrie et/ou de natures différentes.

Selon l'invention, on place les particules à restructurer dans un bain de liquide cryogénique inerte à l'égard des dites particules, on assure l'opération de restructuration proprement dite, après quoi on procède au retrait du liquide cryogénique, par exemple par évaporation.

On a en effet observé que, placées dans un liquide cryogénique, tel que azote, argon, hélium, CO_2 , N_2O , CH_4 , ou dans un liquide cryoscopique tel qu'un mélange de neige carbonique et d'acétone, d'éther ou d'alcool, les poudres se séparent grain à grain à cause de la très basse tension superficielle, ce qui réduit grandement les risques de floculation. De plus, la plupart de ces liquides sont inertes vis-à-vis des produits pulvérulents utilisés et leur élimination pour récupérer des poudres sèches et homogènes est très aisée.

On a également observé que la vitesse de décantation à granulométrie égale, est 10 fois plus grande que dans un liquide tel que l'eau, grâce à la faible viscosité des liquides cryogéniques purs.

Ces observations permettent d'utiliser les liquides cryogéniques pour traiter les poudres fines de différentes façons, hors de portée des moyens habituels.

EXEMPLES DE MISE EN OEUVRE:

1 -SEPARATION

La vitesse de décantation étant élevée, on peut aisément séparer des particules métalliques de 1 micron de particules de 0,1 micron, en les plaçant

dans un liquide cryogénique tel que l'azote liquide. Les premières décantent de 15 par heure, les secondes de 0,15 par heure : dans l'eau, aucune des deux granulométries ne décante.

Du point de vue pratique, on peut accélérer encore le phénomène par centrifugation.

De plus, du fait que les grains ne sont pas agglomérés, on peut trouver des filtres qui laissent passer 0,01 micron et qui arrêtent 0,1 micron.

2 - HOMOGENEISATION

On disperse dans un liquide cryoscopique une poudre de très fines particules, on brasse, on laisse reposer et on extrait le liquide, par exemple par évaporation naturelle ou forcée. La poudre recueillie est exempte d'agréats et parfaitement fluide, ce qui permet son exploitation, notamment après filtration, sans risques de colmatage ou de coalescence, en particulier dans des procédés de projection.

3 - MELANGES

Placées dans un liquide cryogénique ou cryoscopique, les particules sont séparées et il est aisé de mélanger de façon très homogène et intime des poudres de natures différentes.

Il est ainsi aisé de réaliser un mélange très intime de particules métalliques et/ou non métalliques dans un mélange d'acétone et de neige carbonique à -86°C . Des résultats particulièrement intéressants ont été obtenus pour un mélange très intime de zircone (ZrO_2) de granulométrie 0,1 μm avec du noir de carbone de granulométrie 0,2 μm , de silice de granulométrie 0,2 μm avec du noir de carbone de granulométrie 0,2 μm , et de silice et de zircone ainsi que d'alumine et de zircone, tous deux de granulométrie 0,2 μm . Ces mélanges homogènes de poudres sont particulièrement adaptés pour l'obtention de céramiques, réalisées par extrusion ou moulage par injection, sensiblement exemptes de dislocations après frittage.

On a également réalisé des mélanges intimes de particules d'alumine et de zircone de granulométrie inférieure à 0,2 μm dans de l'azote liquide, l'homogénéisation de la suspension étant accélérée par l'application d'ultrasons de faible puissance.

Le procédé selon l'invention trouve également son application avec des composés polymères, notamment de polyéthylène ou de polystyrène : placés un bain cryogénique inerte vis-à-vis d'elles, des particules de polymères offrent un plus nombre de radicaux libres disponibles que dans un milieu de suspension à température ambiante, ce qui favorise des réassociations stables lorsque le

liquide cryogénique est évaporé.

Comme autre application, on citera également le mélange de tel les particules de polymères avec des pigments minéraux ou organiques.

4 - APPLICATIONS

Quand on évapore progressivement le 1 liquide cryogénique, la densité de la suspension augmente. Si on place une suspension épaisse sur un support chaud (par rapport au liquide cryogénique), la suspension n'entre pas en contact avec le support tant qu'il reste du liquide, par suite du phénomène de caléfaction. Ce phénomène peut être mis à profit pour répartir de façon régulière et homogène de la poudre sur une surface-support.

Les domaines d'applications de ce procédé sont vaste et on peut citer en particulier la préparation de :

- poudres métalliques, alliages mécaniques,
- polymères spéciaux,
- peintures,
- encres, noir de carbone,
- céramiques spéciales,
- pharmacie,
- alimentation.

Dans ces deux derniers domaines, les mélanges de particules s'effectuent plus rapidement et de façon plus intime que dans les suspensions acqueuses qui nécessitent l'emploi de surfactants et un séchage ultérieur prolongé et coûteux en énergie.

Revendications

1. Procédé de restructuration d'un ensemble de particules fines, de granulométries inférieures à 100 microns, caractérisé en ce qu'on place les particules à restructurer dans un bain de liquide cryogénique inerte à l'égard des particules, on assure l'opération de restructuration proprement dite, après quoi on procède au retrait du liquide cryogénique, par exemple par évaporation.

2. Procédé selon la revendication 1, du genre où l'opération de restructuration est une opération de séparation des particules en fonction de leur granulométrie, caractérisé en ce que ladite opération s'effectue par décantation différentielle dans le liquide cryogénique.

3. Procédé selon la revendication 1, du genre où l'opération de restructuration proprement dite est une opération de mélange de particules fines de granulométrie différentes, caractérisé en ce que ladite opération est assurée en brassant les particules dans le liquide cryogénique, que l'on évapore ensuite progressivement.

4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que le liquide cryogénique est choisi parmi les liquides suivants : azote, argon, hélium, gaz carbonique, monoxyde d'azote, méthane ou autres hydrocarbures, mélange de neige carbonique et d'acétone, alcool ou éther.

5. Applications du procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4 à l'obtention de poudres fines de granulométrie spécifiées, pour la réalisation d'alliages métalliques, de polymères spéciaux, de peintures, d'encres, de noir de carbone, de céramiques spéciales et de produits pharmaceutiques ou alimentaires.



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.5)
A	DE-A-1404993 (WALTER) * page 2, ligne 12 - page 3, ligne 14 * * page 4, ligne 13 - page 6, ligne 6 * ---	1, 3, 5	B03D3/00
A	US-A-4619699 (PETKOVIC-LUTON ET AL) * colonne 5, lignes 29 - 61 * ---	1, 3-5	
A	EP-A-0015151 (GENERAL TECHNOLOGY APPLICATIONS, INC.) * page 2, lignes 18 - 24 * * page 7, ligne 31 - page 8, ligne 11; figure 1 * ---	1, 3-5	
A	EP-A-0245744 (ALFRED HEMPEL GMBH & CO. KG) * colonne 2, lignes 22 - 54; figure 1 * -----	2	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5)
			B03D B29B B01F B22F
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 19 JUILLET 1990	Examineur VAN DER ZEE W.T.
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 I : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant			