



⑫ **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

⑳ Numéro de dépôt : **90420550.7**

⑤① Int. Cl.⁵ : **C22B 9/10, C21C 7/00,
F27D 23/04, C22C 1/10**

㉔ Date de dépôt : **17.12.90**

③① Priorité : **18.12.89 FR 8917536**

④③ Date de publication de la demande :
24.07.91 Bulletin 91/30

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

⑦① Demandeur : **PECHINEY RECHERCHE**
(Groupement d'Intérêt Economique régi par
l'Ordonnance du 23 Septembre 1967)
Immeuble Balzac
10, place des Vosges
F-92400 Courbevoie, La Défense 5 (FR)

⑦② Inventeur : **Gonda, Richard**
Rue Bayard
F-38690 Le Grand Lemps (FR)
Inventeur : **Jouet-Pastre, Laurent**
23 Bd. Maréchal Leclerc
F-38000 Grenoble (FR)

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

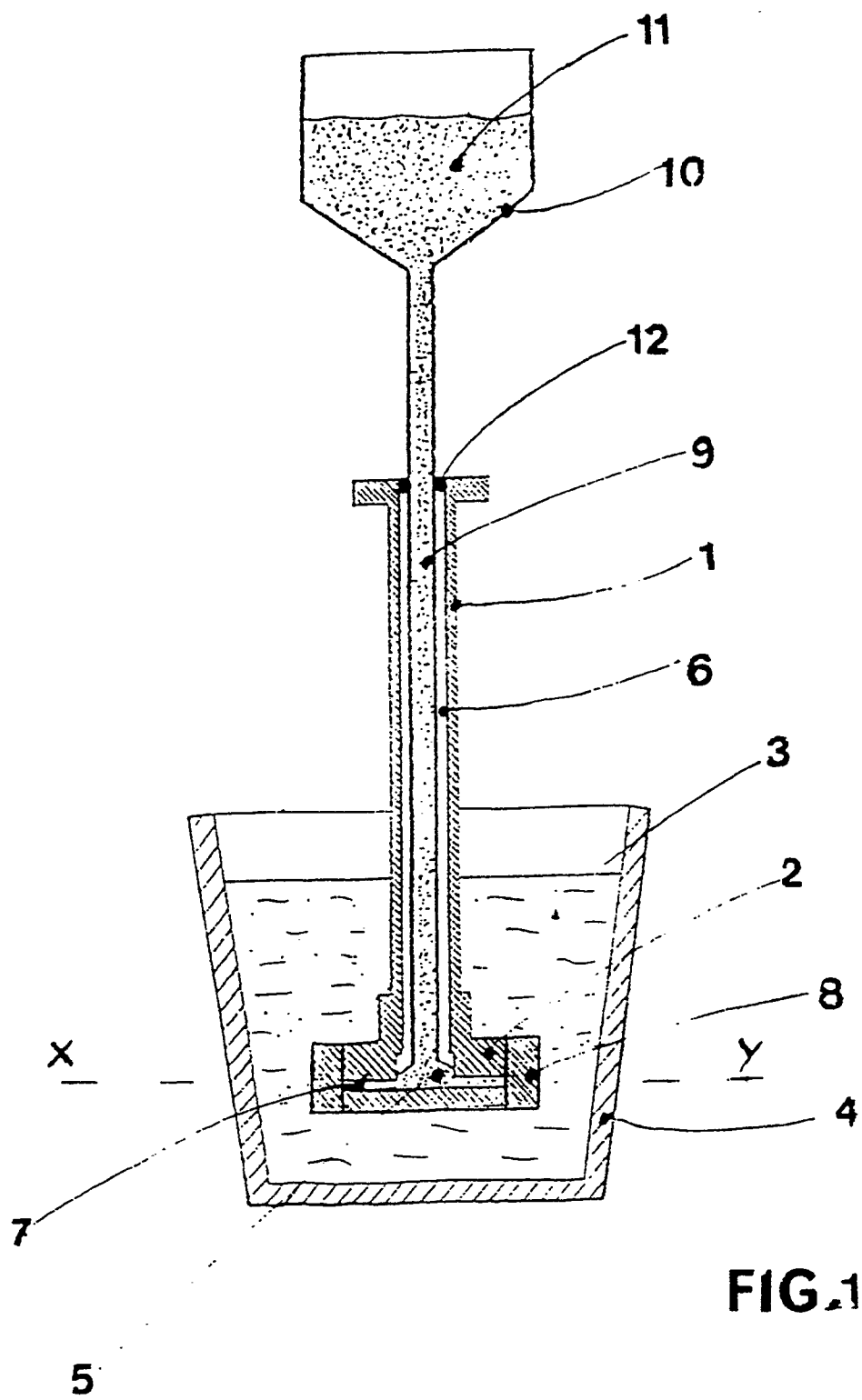
⑤④ **Procédé et dispositif d'élaboration de produits composites à matrice métallique.**

⑤⑦ L'invention est relative à un procédé et à un dispositif d'élaboration de produits composites à partir d'un bain métallique au moins partiellement liquide soumis à un brassage dans lequel on introduit des matériaux pulvérulents insolubles.

Dans ce procédé, on amène par gravité suivant une direction pratiquement rectiligne ledit produit au sein dudit bain, on lui applique une force centrifuge sensiblement perpendiculaire à la direction d'amenée, on le met en contact avec le bain autour de ladite direction sous forme de veine en lui imprimant un mouvement de rotation dont la conjugaison avec le brassage provoque la dispersion du produit dans le bain.

Le dispositif comporte un rotor (1) creux muni à sa partie inférieure d'un disque (2) dans lequel est percée une chambre (5) qui communique par des canaux (7) avec le bain. A l'intérieur du rotor se trouve un stator (9) qui débouche dans la chambre et communique à sa partie supérieure avec un système d'alimentation (10) en produit (11).

Cette invention permet de fabriquer des composites dans lesquels les matériaux insolubles sont répartis uniformément dans la matrice.



PROCEDE ET DISPOSITIF D'ELABORATION DE PRODUITS COMPOSITES A MATRICE METALLIQUE

La présente invention est relative à un procédé et à un dispositif d'élaboration de produits composites à matrice métallique constituée notamment par l'aluminium et ses alliages.

L'homme de l'art sait que dans la majeure partie de leurs applications, les métaux sont utilisés sous forme d'alliages afin d'améliorer en particulier leurs caractéristiques mécaniques.

Mais, étant donné l'évolution des techniques, les exigences des utilisateurs du point de vue de ces caractéristiques deviennent de plus en plus grandes et ces alliages présentent alors des insuffisances telles qu'une mauvaise tenue à température élevée, une résistance faible à la fatigue ou à l'usure par frottement ou encore un module d'élasticité trop faible.

C'est pourquoi l'homme de l'art a eu alors recours aux produits composites, c'est-à-dire à des produits dans lesquels la matrice métallique est renforcée, par exemple, par une dispersion de matériaux pulvérulents généralement insolubles dans le métal.

Mais, pour que les matériaux pulvérulents jouent efficacement leur fonction de renforcement, il importe de résoudre le problème de leur répartition régulière dans la matrice de façon à conférer aux composites obtenus les caractéristiques les plus homogènes possibles. Certes, il existe déjà différentes façons d'élaborer ces composites à matrice métallique.

Ainsi, les techniques les plus mûres aujourd'hui mettent en oeuvre des procédés tels que la métallurgie des poudres, le moulage-forgeage, etc... Mais, ils sont complexes et coûteux et sont donc réservés à des produits "haut de gamme".

Or, un marché potentiel se profile également pour des produits renforcés plus courants. Pour ceux-ci des techniques plus simples doivent être utilisées. La plus séduisante consiste à disperser de fines particules directement dans le métal liquide ou dans l'intervalle liquide-solide. Malheureusement, cette technique se révèle extrêmement difficile à appliquer et ce pour plusieurs raisons :

Tout d'abord, les particules de renforcement que ce soit des oxydes, des carbures, des nitrures ou d'autres composés réfractaires, ont beaucoup de mal à être mouillées par le métal. Il est donc très difficile, d'une part de les introduire dans le métal et c'est parfois même impossible en dehors de conditions opératoires très strictes, et d'autre part de disperser une fois dans le métal, les amas néfastes sur un plan métallurgique, qui se sont formés lors de cette difficile introduction.

Ensuite, il se révèle très délicat de ne pas amener, en même temps que l'on introduit les particules, une oxydation et un gazage inadmissibles du métal. En effet, plusieurs causes de pollution sont possibles :

- la désorption de surface des particules introdui-

tes

- l'air présent entre les particules, si celles-ci rentrent dans le métal par paquets

- et éventuellement le dispositif lui-même d'introduction et de dispersion des particules.

5 Les procédés d'élaboration connus jusqu'à présent ont un point commun : ils cherchent à immerger des particules jetées en surface du bain de métal. On peut citer par exemple les procédés décrits dans les brevets des Etats Unis n° 4473103 et n° 4759995.

10 Or, une immersion de la sorte est toujours perturbée par la présence fatale en surface du bain d'une peau d'oxyde :

- cette peau forme une barrière et un piège pour les particules à introduire, d'où une difficulté supplémentaire venant s'ajouter aux problèmes de mouillabilité.

15 - quand les particules pénètrent finalement dans le métal, elles entraînent avec elles une partie de cette peau, d'où une pollution du métal, et des difficultés accrues à disperser les amas, si des paquets de particules se sont faits littéralement "emballer" par cette peau.

20 Deux méthodes de base sont couramment employées pour cette immersion. La première peut être qualifiée de mécanique, puisque la poudre est poussée sous la surface par des palettes animées de mouvements divers. La deuxième peut être qualifiée d'hydraulique puisqu'elle repose sur l'aspiration d'un vortex créé dans le métal liquide.

25 Mais ces deux méthodes ont malheureusement la même tendance à générer par elles-mêmes davantage de crasses en surface du bain et à accentuer la pollution interne du métal.

Elles présentent donc le paradoxe de rendre plus délicates et plus mauvaises encore les conditions d'introduction des particules et elles ne conduisent naturellement pas à de très bons résultats.

30 La mise sous atmosphère contrôlée (vide, argon, etc...) ainsi que diverses précautions opératoires (écrémage, dégazage préalable, etc...) améliorent la situation mais ne suffisent pas à rendre ces méthodes vraiment performantes. Ils se forme toujours une peau d'oxyde en surface, la poudre est fatalement immergée par paquets, et la durée de l'opération reste très longue.

35 Les produits ainsi réalisés présentent donc toujours :

- des porosités,
- des oxydes,
- des amas de particules globulaires (et souvent sans métal entre les grains) ou en chapelet (pris à la même peau d'oxyde).

L'introduction n'est d'ailleurs pas le seul problème. Une fois introduites, les particules doivent être

dispersées par un brassage et/ou un cisaillement intense du métal. Certes, un brassage intense est facile à obtenir si l'introduction s'opère par un mode mécanique : les 2 opérations sont alors compatibles.

Par contre, la formation d'un vortex nécessite une centrifugation du métal, ce qui est incompatible avec un brassage intense, et tend même à favoriser une décantation de la poudre introduite sur les parois latérales. La dispersion des particules ne peut alors être effective qu'en remplaçant l'impossible brassage par un cisaillement intense, obtenu en travaillant non plus avec du métal intégralement liquide, mais avec du métal pâteux, comprenant une fraction solide non négligeable.

Face à ces inconvénients, la demanderesse a donc été amenée à mettre au point un procédé et un dispositif d'élaboration.

Suivant l'invention, il s'agit d'un procédé où on part d'un bain métallique au moins partiellement liquide soumis à un brassage et dans lequel on introduit des matériaux pulvérulents insolubles et qui est caractérisé en ce que l'on amène par gravité et suivant une direction pratiquement rectiligne, ledit produit au sein dudit bain, on lui applique une force centrifuge sensiblement perpendiculaire à la direction d'amenée, on le met en contact avec le bain autour de ladite direction sous forme de veines et en lui imprimant un mouvement de rotation dont la conjugaison avec le brassage provoque la dispersion du produit dans le bain.

Ainsi, dans l'invention, les produits sont introduits à l'état pulvérulent et la poudre est amenée directement sous la surface du bain, c'est-à-dire à l'abri des peaux d'oxyde.

Du fait de la force centrifuge, ces particules acquièrent une grande vitesse, elles ne peuvent donc pas former de paquets et arrivent dans le bain quasiment détachées les unes des autres.

De plus, en raison de leur entraînement autour de la direction d'amenée, elles ont un point d'impact avec le bain qui se déplace continuellement, ce qui conjugué avec le brassage, favorise leur introduction et leur dispersion.

L'introduction sous la surface du bain s'effectue de préférence de manière à mettre le produit en contact avec le bain suivant au moins deux veines, ce qui favorise la dispersion des particules.

De préférence également, ces particules sont désorbées de leur humidité avant d'être introduites dans le bain afin d'éviter tout phénomène d'oxydation qui contribue à développer les peaux d'oxyde.

En outre, on peut également amener des produits d'une trémie de distribution au sein du bain sous une atmosphère inerte vis à vis du métal du bain et ce sans que l'ensemble de l'enceinte qui contient le bain soit lui-même sous atmosphère contrôlée.

L'introduction des particules peut être favorisée en exerçant sur ces dernières et suivant la direction

d'amenée, une pression de gaz qui coopère au moins partiellement avec l'action de la gravité, puis de la force centrifuge.

Le mouvement de rotation imprimé au produit s'effectue de préférence suivant une vitesse comprise entre 300 et 1500 tours par minute ; une vitesse inférieure à cette limite donne lieu à une force centrifuge trop faible, qui ne permet pas une bonne dispersion. Une vitesse supérieure à cette limite peut d'une part engendrer une force centrifuge trop grande qui entrave le bon écoulement des veines, et d'autre part entraîner des effets de vortex, alors qu'un des objets de l'invention est justement de s'en affranchir.

Le bain peut également être continuellement renouvelé par adjonction de bain métallique neuf d'un côté et soutirage du composite de l'autre ; c'est le cas par exemple lorsque le bain se trouve placé dans une poche de traitement disposée entre un four et un poste de coulée.

Dans ce cas, le débit d'introduction du produit est lié au débit du bain métallique neuf ajouté pour le renouvellement du bain. Tous les produits pulvérulents peuvent être mis en oeuvre dans ce procédé, mais de préférence on choisit les oxydes, les carbures, les nitrures, les borures, les siliciures, le carbone et le graphite.

Afin d'obtenir une dispersion homogène, on met en oeuvre de préférence des particules ayant une granulométrie comprise entre 1 μm et 5 mm, les particules plus fines se mouillant mal et ayant des difficultés à s'écouler en veines, et les particules plus grosses se dispersant de façon irrégulière.

Les meilleurs résultats sont néanmoins obtenus dans une fourchette plus étroite comprise entre 5 μm et 100 μm . En ce qui concerne le pourcentage en produit de renforcement du bain, il est de préférence compris entre 3 et 30% en volume, les faibles pourcentages ne permettent guère de modifier les propriétés de la matrice métallique et les pourcentage plus élevés conduisant à des mélanges plus ou moins hétérogènes.

L'invention s'applique de préférence aux alliages d'aluminium et à leur composite avec l'alumine et le carbure de silicium.

L'invention concerne également un dispositif de mise en oeuvre du procédé.

Ce dispositif, dans lequel on associe des moyens de brassage du bain et des moyens d'introduction de particules et qui comporte un rotor creux relié à sa partie inférieure à un disque circulaire immergé dans le bain contenu dans une enceinte dont le plan est perpendiculaire à l'axe du rotor, dont la paroi latérale est munie d'au moins deux pales, dont la masse est échancrée sur le dessus et au voisinage de son centre de manière à former une chambre de répartition communiquant avec la partie creuse du rotor et pourvue sur sa paroi latérale de canaux sensiblement radiaux qui débouchent dans le bain, est caractérisé

en ce qu'à l'intérieur du rotor et sans être solidaire de ce dernier, s'allonge un stator creux qui débouche dans la chambre et communique à sa partie supérieure avec un système d'alimentation en produit.

Ainsi le dispositif selon l'invention se distingue de l'art antérieur constitué par exemple par l'USP 4802656 par la présence à l'intérieur du rotor d'un stator qui assure le transfert par gravité des particules du produit entre un système d'alimentation et une chambre, et le transfert, sous l'action de la force centrifuge créée dans la chambre, desdites particules vers le bain par l'intermédiaire de canaux.

Suivant cette disposition, les particules descendent plus facilement par gravité sans être freinées par la force centrifuge. En effet, si c'était le rotor lui-même qui servait de conduite de descente, la force centrifuge tendrait à plaquer la poudre sur les parois latérales et ralentirait donc la descente.

Dans le cas où on veut éviter la rentrée d'air avec le produit, on utilise un système d'alimentation constitué par une trémie fermée, maintenue sous atmosphère de gaz sec et inerte vis à vis du métal et reliée de façon étanche au stator et on ferme l'espace qui sépare le stator du rotor en y plaçant un joint tournant.

Le rotor comporte des pales à sa périphérie destinées à mettre le bain en mouvement. Le brassage est intensifié et la tendance au vortex réduite par un choix judicieux de l'orientation des pales et/ou par l'introduction d'au moins un baffle dans l'enceinte qui contient le bain.

Ces pales, grâce à des effets hydrodynamiques des zones en périphérie du rotor permettent également aux particules de sortir plus facilement du rotor et évitent ainsi le bouchage des canaux.

Bien que l'ensemble rotor-stator ait pour fonction essentiellement la dispersion des particules dans le bain, il exerce également en raison du mouvement de rotation un certain brassage dudit bain. Cependant, ce brassage peut être insuffisant. Par ailleurs, il a été observé que lorsque la vitesse de rotation devient trop grande, les canaux peuvent s'engorger de particules, d'où un blocage au niveau de leur distribution dans le bain. Il faut donc limiter cette vitesse et de ce fait le brassage du bain peut devenir également insuffisant. C'est pourquoi on a recours dans certains cas à des moyens de brassage différents du rotor de distribution qui peuvent être :

- soit une turbine de brassage fixée sur le rotor et dont le diamètre est suffisant pour lui conférer une vitesse périphérique convenable ;
- soit un système de brassage rotatif indépendant immergé dans le bain ;
- soit un système de brassage électromagnétique qui équipe l'enceinte et agit sur le bain.

Pour avoir une sécurité totale contre la pollution par l'atmosphère environnante, il est aussi préférable d'avoir au-dessus du bain une atmosphère de gaz sec et inerte vis à vis du métal.

De tels dispositifs peuvent être installés aussi bien dans des fours que dans des poches ou des têtes de coulée.

L'invention sera mieux comprise à l'aide de la planche de dessins ci-jointe et qui représente à la figure 1 une vue en coupe verticale axiale d'un dispositif selon l'invention dont le rotor est immergé dans un bain métallique liquide contenu dans un creuset et à la figure 2 une vue en coupe du rotor suivant un plan horizontal de trace X Y sur la figure 1.

De façon plus détaillée, on distingue sur la figure 1 un rotor creux 1 muni à sa partie inférieure d'un disque 2 circulaire immergé dans un bain métallique 3 liquide contenu dans un creuset 4. Ce disque présente au voisinage de son centre une chambre 5 de répartition qui communique avec la partie creuse 6 du rotor. Cette chambre est munie sur sa paroi latérale de canaux 7 sensiblement radiaux qui débouchent dans le bain sur la paroi latérale du disque, sur et/ou entre ces pales 8 dont est équipée ladite paroi. A l'intérieur du rotor et sans liaison avec sa paroi intérieure s'allonge un stator 9 dont la partie basse débouche dans la chambre de répartition et dont la partie haute communique avec une trémie 10 d'alimentation en produit 11 à dissoudre ou à disperser dans la masse du bain.

Un joint tournant 12 placé entre le stator et le rotor permet d'isoler la chambre par rapport à l'atmosphère. Le mécanisme d'entraînement du rotor n'est pas représenté.

Sur la figure 2, on voit le disque 2 muni de pales 8 présentant au voisinage de son centre une chambre 5 de répartition munie sur sa paroi latérale de canaux 7 qui débouchent dans le bain entre les pales 8.

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

EXEMPLE 1

Dans un four ont été élaborés 3 kgs d'alliage d'aluminium AS7G 0,3 (alliage contenant en poids 7% de silicium et 0.3% de magnésium). A ce métal de base ont été rajoutés, par la présente méthode utilisée dans sa version la plus simple (trémie à l'air), 10% en poids de particules de carbure de silicium de granulométrie F240 (environ 50 μ m). L'introduction a duré 8 min et n'a engendré aucune détérioration de la qualité du métal. Les particules étaient correctement réparties et ne présentaient pas d'amas. Le rotor utilisé, de diamètre 60 mm, comprenait 4 pales ainsi que 4 trous de diamètre 1,5 mm pour l'introduction des particules. La vitesse de rotation était de 700 tr/min.

EXEMPLE 2

Dans un four ont été élaborés 3 kgs d'alliages d'aluminium A-S7G 0,3. A ce métal de base ont été rajoutés 10% en poids de particules de carbure de sili-

cium de granulométrie F600 (environ 10 µm). Compte tenu de la finesse des particules, la présente méthode a cette fois été utilisée dans la version où la trémie est sous atmosphère neutre (argon). L'introduction a duré 25 min et n'a engendré aucune détérioration de la qualité du métal. Les particules étaient correctement réparties et ne présentaient pas d'amas. Le rotor utilisé, de diamètre 60 mm, comprenait 4 pales, ainsi que 8 canaux de diamètre 2,0 mm pour l'introduction des particules. La vitesse de rotation était de 700 tr/min.

Revendications

1. Procédé d'élaboration de produits composites à partir d'un bain métallique au moins partiellement liquide soumis à un brassage et dans lequel on introduit des matériaux pulvérulents insolubles caractérisé en ce que l'on amène par gravité et suivant une direction pratiquement rectiligne ledit produit au sein dudit bain, on lui applique une force centrifuge sensiblement perpendiculaire à la direction d'amenée, on le met en contact avec le bain autour de ladite direction sous forme de veines en lui imprimant un mouvement de rotation dont la conjugaison avec le brassage provoque la dispersion du produit dans le bain.
2. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que l'on met le produit en contact avec le bain suivant au moins deux veines.
3. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que l'on désorbe le produit de son humidité avant de l'amener au sein du bain.
4. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que l'on amène le produit sous atmosphère de gaz inerte vis à vis du métal.
5. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que l'on exerce une pression de gaz sur le produit suivant la direction d'amenée.
6. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que le mouvement de rotation s'effectue à une vitesse comprise entre 300 tours/min et 1500 tours /min.
7. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que le bain est continuellement renouvelé par adjonction de bain métallique neuf d'un côté et soutirage du produit composite de l'autre.
8. Procédé selon la revendication 7 caractérisé en ce que le débit d'introduction du produit est lié au débit de bain métallique neuf ajouté pour le

renouvellement du bain.

9. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que le produit appartient au groupe constitué par les oxydes, les carbures, les nitrures, les borures, les siliciures, le carbone et le graphite.
10. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que le produit a une granulométrie comprise entre 1 µm et 5 mm.
11. Procédé selon la revendication 9 caractérisé en ce que la granulométrie est comprise entre 5 µm et 100 µm.
12. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la proportion de produit dans le bain est comprise entre 3 et 30% en volume.
13. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que le bain métallique est un alliage d'aluminium.
14. Procédé selon la revendication 13, caractérisé en ce que le produit appartient au groupe constitué par l'alumine et le carbure de silicium.
15. Dispositif pour la mise en oeuvre du procédé selon la revendication 1 dans lequel on associe des moyens de brassage du bain et des moyens d'introduction de particules et qui comporte un rotor creux (1) relié par sa partie inférieure à un disque (2) circulaire immergé dans le bain (3) contenu dans une enceinte (4) dont le plan est perpendiculaire à l'axe du rotor dont la paroi latérale est munie d'au moins deux pales et dont la masse est échancrée sur le dessus et au voisinage de son centre de manière à former une chambre (5) de répartition communiquant avec la partie creuse du rotor et pourvue sur sa paroi latérale de canaux (7) sensiblement radiaux qui débouchent dans le bain caractérisé en ce qu'à l'intérieur du rotor et sans être solidaire de ce dernier s'allonge un stator (9) creux qui débouche dans la chambre et communique à sa partie supérieure avec un système d'alimentation (10) en produit (11).
16. Dispositif selon la revendication 15 caractérisé en ce qu'un joint tournant est placé entre le rotor et le stator.
17. Dispositif selon la revendication 15 caractérisé en ce que le système d'alimentation est une trémie fermée et maintenue sous atmosphère de gaz sec et inerte vis à vis du métal.
18. Dispositif selon la revendication 15 caractérisé en

ce que l'enceinte est équipée intérieurement d'au moins une baffle.

19. Dispositif selon la revendication 15 caractérisé en ce que le rotor est équipé sur son axe d'une turbine de brassage. 5
20. Dispositif selon la revendication 15 caractérisé en ce que le rotor est associé à au moins un système de brassage rotatif immergé dans le bain. 10
21. Dispositif selon la revendication 15 caractérisé en ce que l'enceinte est équipée d'un système de brassage électromagnétique du bain. 15
22. Dispositif selon la revendication 15 caractérisé en ce que le bain est placé dans l'enceinte sous une atmosphère de gaz sec et inerte vis à vis du métal. 20
23. Dispositif selon la revendication 15 caractérisé en ce que l'enceinte appartient au groupe constitué par les fours, les poches, les têtes de coulée. 25

25

30

35

40

45

50

55

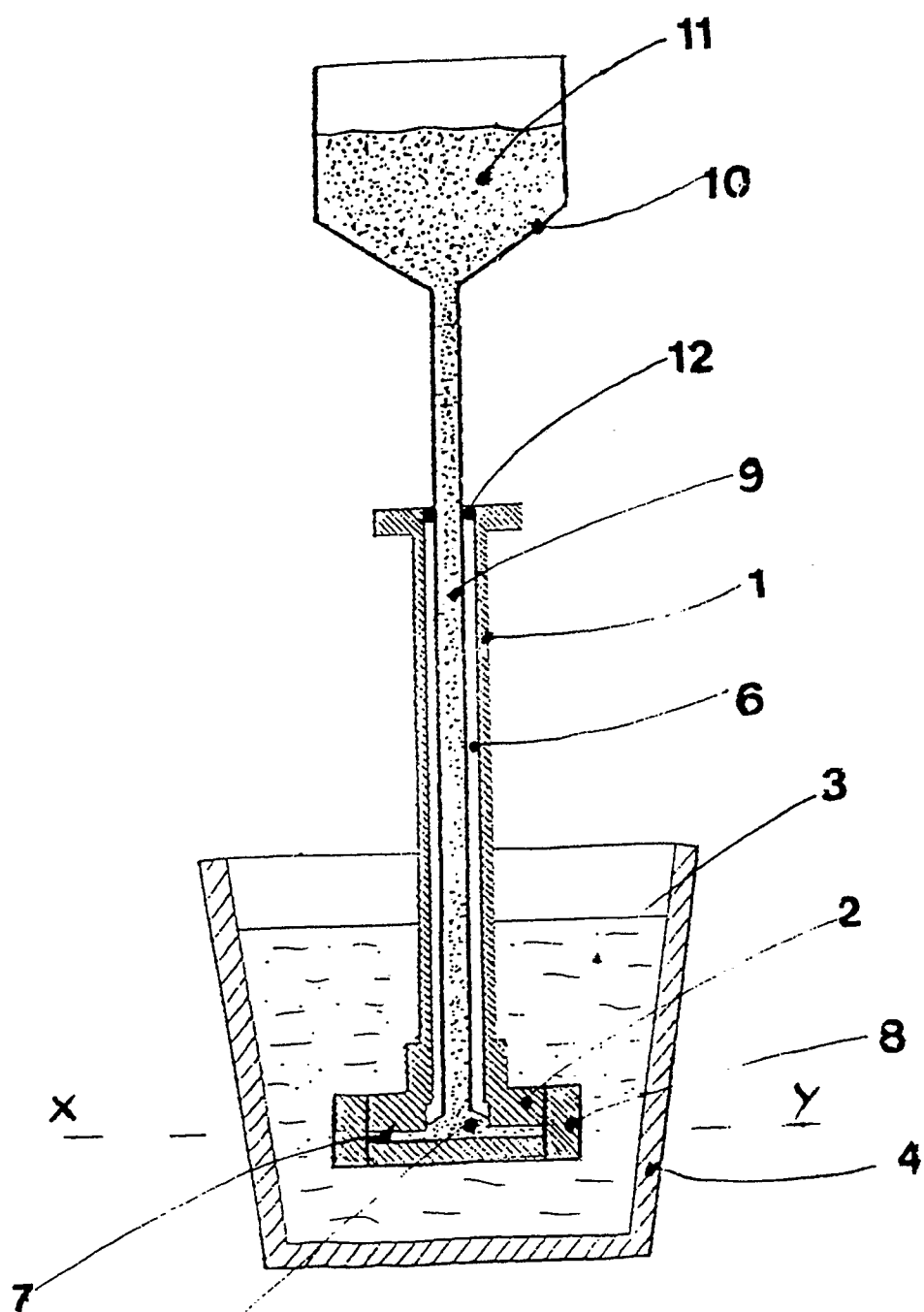


FIG. 1

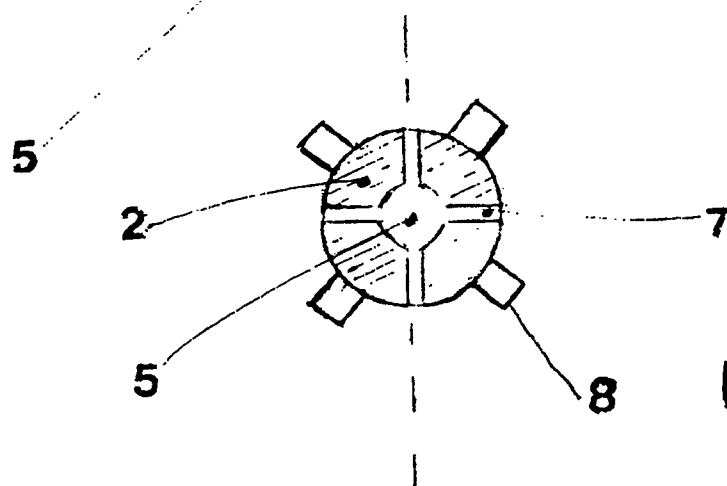


FIG. 2



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numero de la demande

EP 90 42 0550

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)
X	BE-A- 532 248 (KARL SCHMIDT METALLSCHMELZWERK) * Résumé; page 8, lignes 1-39; figure 4 *	1,4-5, 13,15, 17,19, 20,22- 23	C 22 B 9/10 C 21 C 7/00 F 27 D 23/04 C 22 C 1/10
A,D	US-A-4 759 995 (M.D. SKIBO) * Revendications *	1-23	
A	EP-A-0 073 729 (PECHINEY) * Revendications; figures *	1-2,15, 19-20, 23	
A	EP-A-0 245 601 (SHOWA ALUMINIUM) * Revendications; figure 1 *	18	
A	EP-A-0 332 292 (FOSECO INTERNATIONAL) * Revendications; figure 2 *	15	
A	DE-A-2 728 173 (R. KOPPATZ) * Revendication 18; figure 1 *	1,2,13, 15,19- 20,23	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5) C 22 B C 21 C C 22 C F 27 D
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 26-03-1991	Examineur WITTBLAD U.A.
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	

EPO FORM 1503 03.92 (P0402)