



(12) **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

(21) Numéro de dépôt : **92402141.3**

(51) Int. Cl.⁵ : **B22F 9/10**

(22) Date de dépôt : **24.07.92**

(30) Priorité : **25.07.91 FR 9109462**

(43) Date de publication de la demande :
27.01.93 Bulletin 93/04

(84) Etats contractants désignés :
DE FR GB SE

(71) Demandeur : **Aubert & Duval Société anonyme dite:**
41, rue de Villiers
F-92200 Neuilly-Sur-Seine (FR)

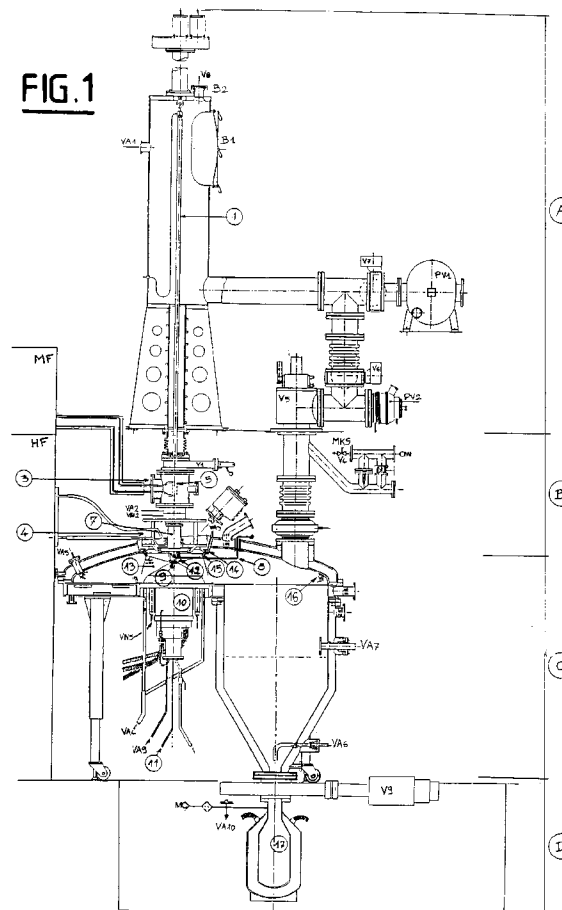
(72) Inventeur : **Accary, André**
15, quai de la Gironde
F-75019 Paris (FR)
Inventeur : **Coutiere, Jean L.**
15 Avenue des Volcans
F-63780 St Geroges de Mons (FR)
Inventeur : **Lacour, André**
6Bis, rue Hyppolite Mollet
F-63130 Royat (FR)

(74) Mandataire : **Hasenrader, Hubert et al**
Cabinet BEAU DE LOMENIE 55, rue
d'Amsterdam
F-75008 Paris (FR)

(54) **Procédé et dispositif de production de poudres et notamment de poudres métalliques par atomisation.**

(57) Dispositif de production de poudres métalliques par atomisation comprenant des moyens de fusion (B) du matériau à atomiser, une enceinte d'atomisation (C) dans laquelle est disposée une tête de dispersion (9) tournant à grande vitesse pour diffuser le matériau en fusion sous forme atomisée, des moyens de refroidissement du matériau atomisé et de la tête (9) et des moyens de collecte (17) du matériau en poudre refroidie ainsi obtenu, lesdits moyens de fusion (B) comprenant au moins un four vertical à plasma inductif (4) produisant une enveloppe de gaz plasmagènes (12) contenant la face supérieure de la tête de dispersion et lesdits moyens de refroidissement comprenant une première série d'organes de distribution (15,16) d'un fluide de refroidissement disposée dans la partie supérieure de l'enceinte d'atomisation pour créer une zone froide (13) à la périphérie de l'enveloppe (12) et une seconde série d'organes de circulation (11) d'un fluide de refroidissement disposée dans la partie inférieure de l'enceinte (C) pour créer une zone froide à la face inférieure de la tête (9).

FIG. 1



La présente invention concerne un procédé et un dispositif de production de poudres et notamment de poudres métalliques par atomisation.

Il existe déjà des installations de production de poudres métalliques, dans lesquelles on utilise des techniques d'atomisation. Selon ces techniques connues, on verse du métal en fusion sur un disque horizontal entraîné en rotation par une broche tournant autour d'un axe vertical. Le métal est alors projeté vers l'extérieur du disque sous l'effet de la force centrifuge et se divise en fines gouttelettes de métal qui se solidifient au contact d'un fluide ou d'une paroi froide.

Cependant, quelles que soient les techniques actuelles, les principaux inconvénients sont, d'une part, le problème de la pollution des poudres lors des opérations de fusion, d'atomisation, de trempe et de collecte, d'autre part, les difficultés rencontrées pour atomiser un liquide de matériau parfaitement homogène.

La présente invention a pour but de surmonter ces problèmes techniques et notamment de pouvoir disperser un liquide métallique suffisamment chaud, sans qu'il y ait une quelconque interaction chimique entre les moyens de dispersion et le liquide, de créer une zone de trempe éliminant toute possibilité de pollution du métal atomisé, et de prévoir une "chaîne du froid" permettant d'utiliser les poudres obtenues sans les polluer avant de fabriquer le produit massif final, après compaction et frittage.

Ce but est atteint selon l'invention au moyen d'un dispositif de production de poudres et notamment de poudres métalliques par atomisation comprenant des moyens de fusion du matériau à atomiser, une enceinte d'atomisation dans laquelle est disposée une tête de dispersion tournant à grande vitesse pour diffuser le matériau en fusion sous forme atomisée, des moyens de refroidissement du matériau atomisé et de la tête et des moyens de collecte du matériau en poudre refroidie ainsi obtenu caractérisé en ce que lesdits moyens de fusion comprennent au moins un four vertical à plasma inductif produisant une enveloppe de gaz plasmagènes contenant la face supérieure de la tête de dispersion et lesdits moyens de refroidissement comprennent une première série d'organes de distribution d'un fluide de refroidissement disposée dans la partie supérieure de l'enceinte d'atomisation pour créer une zone froide à la périphérie de l'enveloppe et une seconde série d'organes de circulation d'un fluide de refroidissement disposée dans la partie inférieure de l'enceinte pour créer une zone froide à la face inférieure de la tête.

Selon une caractéristique avantageuse de l'invention, ladite première série d'organes de distribution d'un fluide de refroidissement est constituée d'une rampe de buses produisant des jets de fluide tangentiels à la surface de ladite enveloppe et de buses produisant un lavage tangentiel à l'enceinte.

Selon une autre caractéristique de l'invention ladite enveloppe de gaz plasmagènes est constituée d'un tube cylindrique dont l'axe vertical est parallèle à l'axe vertical de la tête rotative, et de préférence l'axe du tube cylindrique est confondu avec l'axe de la tête.

Selon encore une autre caractéristique, ledit four vertical à plasma inductif est disposé au-dessus de la face supérieure de la tête rotative.

Un autre objet de l'invention est un procédé de fabrication de poudres et notamment de poudres métalliques par atomisation, comprenant la fusion continue du matériau à atomiser s'écoulant verticalement et de façon coaxiale au-dessus d'une tête de dispersion tournant à grande vitesse destinée à diffuser le matériau en fusion sous forme atomisée, dans une enveloppe de gaz plasmagènes, puis la trempe du matériau atomisé et la collecte du matériau en poudre refroidie ainsi obtenu, caractérisé en ce que l'on réalise l'atomisation du matériau en fusion en le dispersant par frottement sur la face supérieure de la tête rotative et la trempe par passage dudit matériau atomisé dans un vortex réfrigérant situé à la périphérie de l'enveloppe de gaz plasmagènes.

Encore un autre objet de l'invention réside dans les poudres métalliques ultra pures obtenues par le procédé précédent.

Grâce à la tête de dispersion refroidie tournant avec une vitesse pouvant aller jusqu'à 125 000 tr/min, le dispositif de l'invention peut absorber un flux de chaleur important produit par un chalumeau plasma et sur lequel vient tomber le matériau liquide. Le matériau atomisé pénètre ensuite dans une zone de trempe à la périphérie de la tête formée par un tube cylindrique de gaz plasmagènes se déplaçant parallèlement à l'axe vertical de la tête et enveloppé de fluide froid. Enfin, les poudres obtenues sont récupérées dans une zone de collecte comprenant au moins une chambre renfermant un gaz neutre à l'état gazeux, liquide ou solide, avant leur utilisation dans des produits formés ou façonnés.

Les poudres obtenues par le procédé de l'invention avec un refroidissement très rapide sont ultra pures et possède une granulométrie très fine.

L'invention sera mieux comprise à la lecture de la description qui va suivre et se rapportant aux dessins annexés.

La figure 1 est une représentation schématique du dispositif d'atomisation de la présente invention.

La figure 2 est une vue agrandie de la partie centrale du dispositif de la figure 1.

La figure 3 représente la zone de trempe avec les organes de distribution du fluide de refroidissement.

Les figures 4a et 4b représentent de façon schématique des modes de réalisation des moyens de fusion

et d'alimentation en métal fondu de l'enceinte d'atomisation.

Comme représenté sur les figures 1 et 2, le matériau à fondre et à atomiser est introduit par des moyens d'alimentation A dans l'appareil par exemple sous forme initiale d'un barreau cylindrique 1 dont le diamètre est en rapport avec la puissance des moyens de fusion, constitués notamment d'un four plasma B.

5 Selon des variantes de mise en oeuvre du procédé le matériau à atomiser est initialement sous forme de morceaux de tailles variées, de poudres, de grenailles ou bien encore peut être directement amené à l'état fondu dans le dispositif.

10 Le barreau 1 est placé verticalement dans l'axe du four B, la vanne V1 étant alors fermée, maintenant le four B et l'enceinte C sous atmosphère neutre. Après avoir fait le vide et purgé plusieurs fois la chambre d'alimentation du barreau A la vanne V1 est ouverte. Le barreau 1 est alors descendu avec un vérin hydropneumatique ou électromécanique régulé à la vitesse qui correspond au débit de coulée désiré. Il est préchauffé dans le four de préchauffage 3 par les courants induits avec une ou plusieurs spires inductrices 5 à une fréquence comprise entre 10 et 30 kHz, selon son diamètre.

15 On peut aussi réaliser la fusion du matériau à atomiser au moyen d'un dispositif de fusion par induction directe en cage froide avec confinement électromagnétique de la charge fondue comme décrit dans le brevet français 88 04 460.

20 Le barreau pénètre ensuite dans le four à plasma inductif 4. Le plasma est allumé en créant un arc électrique entre le barreau porté à haute tension et une électrode mobile escamotable 8 se trouvant à la masse. Selon la position plus ou moins avancée du barreau dans la flamme, lors de la coulée, la veine ou les gouttes liquides de matériaux fondus traversent plus ou moins longtemps la partie la plus chaude du plasma pour, d'une part, atteindre une surchauffe et, d'autre part, traverser la zone la plus réactive du four.

25 On utilise de préférence une cage froide 7 pour protéger l'enceinte du four, et polie pour accroître le rendement thermique du plasma. Le barreau 1 est ainsi chauffé à sa périphérie par induction directe des champs HF -effet de peau-, et par conduction et convection thermiques des gaz plasmagènes. Il fond en cône, pointe dirigée vers le bas, avec un angle dont l'ouverture est fonction de la nature des gaz plasmagènes. On a ainsi une coulée qui est, selon la puissance du four et la pénétration du barreau dans le plasma, continue ou non et parfaitement axiale. Quant au diamètre de la veine liquide ou des gouttes, il est fonction du débit de liquide et de l'ouverture du cône.

30 Dans ces conditions, le matériau à atomiser est d'abord reçu en fusion dans un creuset froid (comme dans le brevet français 2 697 050) d'où il s'écoule par gravité en passant par une busette électromagnétique et/ou composite avant de pénétrer dans l'enceinte d'atomisation comme représenté sur les figures 4a et 4b. La busette électromagnétique et/ou composite constitue un moyen d'alimentation et de régulation du débit de métal fondu et permet éventuellement de maintenir le métal à l'état thermique désiré.

35 Le dispositif représenté sur les figures 4a et 4b comprend des moyens de fusion B du matériau (métal) solide M constitués par exemple d'une torche plasma. Le matériau fondu s'écoule ensuite dans un creuset froid 100 pour former un bain de métal fondu. Les pertes thermiques à la surface du bain sont éventuellement compensées par des moyens de chauffe complémentaires B'. Le matériau à l'état fondu s'écoule ensuite verticalement par le fond du creuset au travers d'une busette électromagnétique 101 (figure 4a) ou composite 102 (figure 4b).

40 Le brevet français n° 87 00 866 décrit déjà une busette composite 102 utilisé pour le contrôle d'un débit de métal liquide fonctionnant par exemple avec une bobine 102b sous 450 kHz.

45 La busette électromagnétique 101 comprend une bobine périphérique 101b induisant un champ à haute fréquence de façon à créer une striction de la veine liquide entraînant ainsi une variation du débit de matériau fondu. Le matériau fondu pénètre ensuite dans l'enceinte d'atomisation pour venir au contact de la tête de dispersion 9.

50 Sur les figures 1 et 2, le matériau fondu s'écoule dans l'enceinte d'atomisation C au centre de la face supérieure d'une tête de dispersion ou d'atomisation entraînée en rotation par la broche 10 à une vitesse pouvant aller jusqu'à 125 000 tr/min. La forme de la tête de dispersion 9 est déterminée en fonction de la cartographie thermique optimale et de manière avantageuse, elle est réalisée sous la forme d'un cylindre dont les dimensions sont déterminées par la nature de la matière constitutive et la température recherchée sur la face supérieure entrant en contact avec le matériau en fusion en fonction de la granulométrie recherchée pour les poudres. La face supérieure de la tête est située de préférence dans un plan sensiblement horizontal et est traversée verticalement par un flux thermique généré par les gaz plasmagènes chauffés par induction par l'inducteur 6. La zone plasma est constituée d'une enveloppe de gaz plasmagène en forme de tube cylindrique dont l'axe vertical est parallèle, en étant voisin ou confondu avec l'axe vertical de ladite tête 9. La face inférieure de la tête cylindrique 9 et la broche 10 sont refroidies par circulation axiale 11 d'un fluide de refroidissement qui peut être soit de l'eau pour les flux thermiques les plus importants, soit un gaz ou un gaz liquéfié comme l'argon ou l'hélium par exemple, dans le cas où l'on désire une température superficielle de la tête plus élevée.

La tête cylindrique d'atomisation 9 est soit en cuivre, soit en tungstène, soit en alliage réfractaire ou non selon la température superficielle que l'on doit atteindre.

La face inférieure du cylindre constituant ladite tête 9 est avantageusement pourvue d'une cavité hémisphérique léchée par le fluide de refroidissement 11 circulant de façon axiale. Le refroidissement de la face inférieure de la tête 9 crée un gradient de température dans la masse de celle-ci qui est compris pour du cuivre entre 60 et 180°C/cm et entre 200 et 500°C/cm pour du tungstène.

L'apport de chaleur par le plasma au métal liquide jusqu'à la surface même de la tête et la résistance thermique entre le matériau liquide et ladite tête font que le matériau dispersé reste liquide (malgré la chaleur extraite à travers la tête)

Pour accroître la résistance thermique et, d'une part avoir une tête de dispersion la plus froide possible eu égard à ses propriétés mécaniques, d'autre part, avoir un liquide à disperser suffisamment chaud pour rester homogène, l'atomisation s'effectue par "érosion", l'"érosion" consistant à diffuser et disperser le liquide par frottement et éviter ainsi son "mouillage" avec la face supérieure de la tête.

L'utilisation de la "torche" plasma permet de :

- a. fondre le matériau dans des conditions géométriques et thermocinétiques optimales, pour obtenir une coulée parfaitement axiale et stable ;
- b. surchauffer la veine liquide pour obtenir un liquide homogène ;
- c. créer un flux thermique à travers la face supérieure de la tête d'atomisation 9 et assurer une cartographie thermique compatible avec la tenue mécanique de ladite tête ;
- d. maintenir la pureté des produits lors de l'atomisation jusqu'à la trempe.

Après atomisation, les particules liquides passent directement de la zone plasma 12 qui enveloppe la tête, à une zone de trempe 13 constituée d'un milieu réfrigérant, diphasique ou non, formant un vortex autour du plasma. A cet effet une série de buses 15 placées sur une rampe circulaire 14 dans le haut de l'enceinte d'atomisation C, envoie le fluide de refroidissement tangentiellement au tube de gaz plasmagènes 12.

Selon un mode de réalisation avantageux tel que représenté sur la figure 3 on dispose d'une rampe de dix huit buses 15 distribuant un débit total d'argon liquide suffisant pour obtenir un refroidissement complet des poudres. L'axe d'éjection X des buses 15 est incliné par rapport au plan de la face supérieure de la tête 9 avec une largeur de jet déterminée de façon à obtenir un refroidissement rapide et un effet de rotation de sens contraire (contra-rotatif) à celui de la tête 9 afin de freiner le mouvement des poudres.

L'orifice d'éjection des buses 15 est situé au-dessus du triangle d'éjection des poudres.

Le passage de la zone plasma constituée de l'enveloppe de gaz plasmagènes 12 à haute température, à la zone de trempe 13 à basse température, d'une part, élimine les réactions chimiques qui se produisent entre 1 500°C et 200°C et tout particulièrement celles d'oxydation dans le cas de métaux et alliages et, d'autre part, évite la formation de phases intermédiaires ne permettant pas d'obtenir des structures microcristallines et même amorphes.

Le vortex réfrigérant 13 ainsi constitué entraîne les particules liquides, puis solides, dans des trajectoires en spirales, évitant ainsi, d'une part, les chocs directs avec les parois de l'enceinte C, d'autre part, les turbulences des gaz vers le haut de l'appareil, turbulences qui risquent de perturber le plasma et l'atomisation.

Les buses 16 orientées vers les parois de l'enceinte, projettent sur celles-ci un brouillard d'argon qui ruisselle le long des parois, entraînant ainsi les poudres vers le bas et assurant ainsi un lavage tangentiel à l'enceinte.

Le mélange de liquide et de poudre se dépose dans le bas de l'enceinte C.

La poudre obtenue se dépose donc au fond de l'enceinte C et est récupérée dans le conteneur 17.

Le refroidissement et la collecte de la poudre sont ainsi réalisés en utilisant un gaz neutre à l'état gazeux, liquide ou solidifié après immersion de la poudre collectée en phase liquide.

L'invention prévoit également la possibilité de combiner dans une même unité plusieurs dispositifs d'atomisation disposés autour des sources énergétiques : générateur de préchauffage moyenne fréquence (MF) et générateur de la torche plasma (HF).

La description qui va suivre illustre un exemple de mode opératoire du procédé de l'invention en référence au dispositif illustré sur la figure 1.

Exemple

Elaboration dans le dispositif de l'invention, de 10 kg de poudre d'alliage avec deux barreaux de 24 mm de diamètre.

L'opération est semi-continue, par séquence de 2 barreaux.

On commencera par l'opération de chargement du barreau n° 1 puis par celle de préchauffage par le four Moyenne Fréquence de 10 kHz de 30 kW, suivie de celles de fusion par la torche plasma de 100 kW, de dis-

persion centrifuge et de refroidissement par de l'argon liquide dans l'hélium gazeux, enfin par celle de récupération de la poudre dans un collecteur refroidi par azote liquide.

Dans toute la suite, D désigne un débit, P une pression, T une température, V une vanne, B une bride.

5 Opérations PRELIMINAIRES :

- Dégazage à la température ambiante avec la pompe PV1, puis à la pompe moléculaire PV2 pour obtenir dans l'enceinte le collecteur, le disperseur ou tête rotative, les conduites d'argon et l'accumulateur d'argon liquide, un vide statique de 10-5 torr ;
- Balayage par l'argon U à 1 bar ;
- Fermeture de la vanne V1
- Vide à 10-3 torr ;
- Remplissage avec l'hélium par la vanne V4 via un dispositif de régulation de pression (MKS) pour maintien à 2 bars ;
- Ouverture de la vanne VA9 du palier à gaz du disperseur, avec PA9 = 2 bars ;
- Mise en rotation du disperseur à basse vitesse, à 5 000 tr/min environ ;
- Introduction de l'eau de refroidissement de la tête, à un débit DE1 = 10 g/s ;
- Mise en froid de l'enceinte et du collecteur à l'azote liquide à 3 bars ;
- Mise en froid de l'accumulateur à 2 bars ;
- Remplissage de l'accumulateur par condensation de l'argon U
- Introduction d'argon gazeux dans la cage froide de la torche plasma par la vanne VA2 à un débit DA2 = 0,3 l/s ;
- Mise en pression, PA6 = 3 bars, de l'accumulateur d'argon (non représenté) et ouverture des vannes VA3, VA4 et VA5 pour dégazage des canalisations d'argon liquide et amorçage des pompes cryogéniques ;
- Remplissage des réservoirs d'expansion d'azote liquide (non représenté) jusqu'aux niveaux "ni" respectivement aux pressions PNi = 2 bars, pour i = 1 à 6.

		DUREE
		secondes
30	Opérations A : <u>CHARGEMENT</u>	
	A1 Introduction et fixation du barreau n° 1	20
	A2 Fermeture des brides B1 et B2 et de la vanne V8	10
35	A3 Mise en route de la pompe à vide PV1	
	A4 Ouverture de la vanne V7 : vide < 0,01 torr	30
	A5 Fermeture de la vanne V7 et ouverture de la vanne VA1, Remplissage du sas à 3 bars, fermeture de la vanne VA1	10
40	A6 Purgeage : ouverture de la vanne V7 pour vide à moins de 0,1 torr	
	A7 Fermeture de V7 et arrêt de la pompe à vide PV1	
45	A8 Ouverture de la vanne enceinte-sas V1 pour remplissage du sas en hélium par la vanne V4 du dispositif régulateur de pression (MKS) à 2 bars	40
50		----
		110

55

Opérations B et C : <u>PRECHAUFFAGE, FUSION ET DISPERSION</u>		DUREE
<u>CENTRIGUGE</u>		secondes
5	B1 Mise en route du générateur MF de 30 kW	5
	B2 Descente du barreau : à une vitesse Vb de 5 cm/s jusqu'à l'inducteur HF I2(2)	10
10	C2 Introduction des gaz dans la tête de la torche plasma : ouverture de la vanne VA2, la vanne VH2 étant fermée Argon U : DA = 0,3 l/s ; Hydrogène : DH2 = 0	
15	LN2 (LN2 = azote liquide) Pression azote dans le capot du disperseur : PN5 = 6 bars	
20	C3 Allumage du plasma à 18 kW par arc électrique HF de 6 kV entre le barreau et une électrode mobile à la masse, puis, remontée du barreau jusqu'à l'inducteur MF, I1(1)	20
	C4 Montée à 50 % de la puissance maximale du plasma	
25		
30		
35		
40		
45		
50		
55		

5	C5 Augmentation du débit d'argon à $DA2 = 0,5 \text{ l/s}$ et introduction de l'hydrogène-ouverture de VH2- avec $DH2 = 0,0025 \text{ l/s}$	5
10	LN2 Baisse des températures et donc des pressions d'azote dans - la jaquette supérieure de l'enceinte : $PN1 = 1 \text{ bar}$, - la jaquette inférieure de l'enceinte : $PN2 = 1,6 \text{ bar}$, - la jaquette de l'accumulateur : $PN4 = 1,6 \text{ bar}$, - la jaquette des canalisations d'argon : $PN6 = 1 \text{ bar}$	
15	C6 Ouverture de la vanne argon liquide haute pression VA3 : $DA3 = 0,075 \text{ l/s}$ ($PA3 = 10 \text{ bars}$)	10
20	B3 Montée en puissance du générateur MF, PMo, pour obtenir Tb	5
25	B4 Lorsque la température du barreau est à Tb fixée, descente du barreau à la vitesse $Vb = 0,27 \text{ cm/s}$ (10 g/s) ajuster la puissance PMo pour garder Tb au défilé ;	100
30	C7 Idem C4 à 100 % et C5 avec les débits : $DH2 = 0,005 \text{ l/s}$, $DA2 = 1 \text{ l/s}$	10
	Montée en vitesse de la tête rotative : $Vrd = 1 \text{ 000 tr/s}$	
	C8 Argon liquide des buses de refroidissement : $DA = 0,15 \text{ l/s}$; $PA3 = 20 \text{ bars}$	
35	C9 Course du barreau de 125 cm dans le plasma à $Vb = 0,27 \text{ cm/s}$	455
	C10 Arrêt du préchauffage	
	C11 Course de 10 cm du barreau dans le plasma à $Vb = 0,27 \text{ cm/s}$	40
40	D1 Remontée du barreau (140 cm) à la vitesse $Vb = 20 \text{ m/s}$	
	D2 Fermeture de la vanne de séparation enceinte-sas, V1	
	C12 Baisse du générateur plasma à 18 % de la puissance maximale $DH2 = 0$ et $DA2 = 0,3 \text{ l/s}$,	
45	Diminution de la vitesse de la tête $Vrd = 80 \text{ tr/s}$	
	LN2 $PN1 = 1,6 \text{ bar}$, $PN2 = 2 \text{ bars}$, $PN3 = 2 \text{ bars}$, $DA5 = 10 \text{ g/s}$, $PN6 = 2 \text{ bars}$	
50	Durée de la fusion	----- 660

		DUREE
	secondes	
Opérations E, D et A : <u>LAVAGE, DECHARGEMENT, CHARGEMENT</u>		
5 D3 Dépressurisation du sas : ouverture de la vanne V8		
D4 Refroidissement du barreau ; ouverture de la vanne VA1		
E1 Ouverture de VA4, VA7 étant fermée pour le lavage		
10 du bas de l'enceinte, débit DA4 = 1 l/s	20	
E2 2 secondes après l'ouverture de VA4 et pendant 5 secondes		
ouverture de VA5, débit DA5 = 1 l/s		
E5 Sédimentation partielle de la poudre (supérieure à 30 μm)	50	
15 D5 Ouverture de la bride B2		
D6 Fermeture de la vanne VA1		
D7 Ouverture de la porte B1		
20 D8 Dégoupillage et extraction du "mégot" du barreau	----	
	70	
E6 Deux possibilités se présentent		
25 - sédimentation totale de la poudre supérieure à 5 μm	1200	
- réapprovisionnement de l'accumulateur en		
argon liquide :	60	
30 Pendant ce temps sont effectuées les opérations A,		
de A1 à A7, pour le barreau n° 2.		
A8 Ouverture de la vanne VA1 pour remplir le sas à 2 bars		
35	----	
	1260	
Opérations B et C : <u>PRECHAUFFAGE, FUSION ET DISPERSION</u>	DUREE	
<u>CENTRIFUGE</u>	secondes	
A9 Ouverture de la vanne d'enceinte-sas, V1	5	
45 C4 Montée à 50 % de la puissance maximale du plasma		
C5 DA2 = 0,5 l/s et introduction de l'hydrogène,		
DH2 = 0,0025 l/s	5	
50 LN2 Baisse des températures et donc des pressions d'azote dans		
- la jaquette supérieure de l'enceinte : PN1 = 1 bar,		
- la jaquette inférieure de l'enceinte : PN2 = 1,6 bar,		
- la jaquette de l'accumulateur : PN4 = 1,6 bar,		
55		

	- la jaquette des canalisations d'argon : PN6 = 1 bar	
5	C6 Ouverture de la vanne argon liquide haute pression VA3 : DA3 = 0,075 l/s (PA3 = 10 bars)	10
	B3 Montée en puissance du générateur MF, PMo, pour obtenir Tb ;	5
10	B4 Lorsque la température du barreau est à Tb fixée, descente du barreau 25 cm à la vitesse Vb = 0,27 cm/s (10 g/s)	100
15	C7 Idem C4 à 100 % et C5 avec les débits : DH2 = 0,0051 l/s, Montée en vitesse de la tête : Vrd = 1 000 tr/s	10
	C8 Argon liquide des buses de refroidissement : DA3 = 0,15 l/s ; PA3 = 20 bars	
20	C9 Course de 125 cm du barreau dans le plasma à Vb = 0,27 cm/s	455
	C10 Arrêt du préchauffage	
25	C11 Course de 10 cm du barreau dans le plasma à Vb = 0,27 cm/s	40
	C12 Arrêt ou baisse du générateur plasma à 18 % de la puissance maximale avec arrêt de H2 et baisse de l'argon à DA2 = 0,3 l/s, Diminution de la vitesse de la tête Vrd = 80 tr/s	
30	LN2 PN1 = 1,6 bar, PN2 = 2 bars, PN3 = 2 bars, DA5 = 10 g/s, PN6 = 2 bars	

Durée de la fusion : 630

40	Opérations E, D, A et G : <u>LAVAGE, DECHARGEMENT,</u> <u>CHARGEMENT, TETE</u>	DUREE secondes
45	D1, D2, D3, D4, E1, D2, E5, D5, D6, D7, D8, E6 Sédimentation de la poudre Opérations A : A1, A2, A3, A4, A5, A6, A7, A8 ; Changement de tête de dispersion si nécessaire :	
50	Opération G	

	G1 Obturation de la tête du capot par la capsule-électrode	
	G2 Fermeture des vannes VE1 et VN5,	1200
5	Vidangeage de l'eau et de l'azote	

		1200
10	G3 Arrêt puis extraction du moteur	
	G4 Changement de tête de dispersion	
	ou	
	Polissage de la tête	
15	G5 Remise en place du disperseur	
	G6 Dégazage et remise en pression de l'enceinte disperseur	

		DUREE
	Opérations F : <u>DEPOTAGE</u>	secondes
25	F1 Vidange du bas du réservoir par ouverture de la	30
	vanne VA6 (Utilisation d'un réservoir accumulateur	
	cryogénique annexe)	
30	F2 Fermeture des vannes VA6 et V9	20
	F3 Extraction du collecteur et remplacement par un 2 ^e	60
	F4 Réchauffage du 1 ^{er} collecteur par vidange de l'azote	
	liquide et passage d'air chaud dans la jaquette,	
35	Dégazage par le vide du 2 ^e collecteur, VA10 ouverte	120
	F6 Refroidissement par l'azote liquide du 2 ^e collecteur	
		230

- 40 Pour obtenir 10 kg de poudre d'alliage dans un collecteur, il faut
- 1 h 8 min en décantant entre 2 barreaux ou
 - 48 min en remplissant l'accumulateur d'argon liquide avec de l'argon liquide en réserve.
- 45 Le procédé et le dispositif de l'invention permettent de fabriquer des poudres de diverses familles de matériaux et notamment de superalliages à base de nickel, de titane et d'alliages de titane, d'aluminium, d'alliages de Niobium....

Revendications

- 50 1. Dispositif de production de poudres et notamment de poudres métalliques par atomisation comprenant des moyens de fusion (B) du matériau à atomiser (1), une enceinte d'atomisation (C) dans laquelle est
- 55 disposée une tête de dispersion (9) tournant à grande vitesse pour diffuser le matériau en fusion sous forme atomisée, des moyens de refroidissement du matériau atomisé et de la tête (9) et des moyens de collecte (17) du matériau en poudre refroidie ainsi obtenu, caractérisé en ce que lesdits moyens de fusion (B) comprennent au moins un four vertical à plasma inductif (4) produisant une enveloppe de gaz plas-
- magènes (12) contenant la face supérieure de la tête de dispersion et lesdits moyens de refroidissement comprennent une première série d'organes de distribution (15,16) d'un fluide de refroidissement disposée

dans la partie supérieure de l'enceinte d'atomisation pour créer une zone froide (13) à la périphérie de l'enveloppe (12) et une seconde série d'organes de circulation (11) d'un fluide de refroidissement disposée dans la partie inférieure de l'enceinte (C) pour créer une zone froide à la face inférieure de la tête (9).

- 5 **2.** Dispositif selon la revendication 1, caractérisé en ce que ladite première série d'organes de distribution d'un fluide de refroidissement est constituée d'une rampe de buses (15) produisant des jets de fluide tangentiels à la surface de ladite enveloppe et de buses (16) produisant un lavage tangentiel à l'enceinte.
- 10 **3.** Dispositif selon la revendication 2, caractérisé en ce que lesdites buses de la première série sont placées au-dessus du triangle d'éjection des poudres et possèdent un axe d'éjection X incliné par rapport au plan de la face supérieure de la tête de dispersion (9).
- 15 **4.** Dispositif selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que ladite enveloppe de gaz plasmagènes est constituée d'un tube cylindrique dont l'axe vertical est parallèle à l'axe vertical de la tête rotative (9).
- 20 **5.** Dispositif selon la revendication 3, caractérisé en ce que l'axe vertical du tube cylindrique est voisin ou confondu avec l'axe vertical de la tête.
- 25 **6.** Dispositif selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que ledit four vertical à plasma inductif (4) est disposé au-dessus de la face supérieure de la tête rotative (9).
- 30 **7.** Dispositif selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que ladite tête de dispersion est cylindrique et sa face supérieure est disposée dans un plan sensiblement horizontal.
- 35 **8.** Dispositif selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que ledit four à plasma inductif (4) est associé à un four de préchauffage (3) à courants induits.
- 40 **9.** Dispositif selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'il comporte en outre un creuset froid (100) disposé sous les moyens de fusion (A) pour recevoir le matériau à atomiser à l'état fondu et une busette (101,102) de réglage du débit dudit matériau fondu pour alimenter l'enceinte d'atomisation (C).
- 45 **10.** Procédé de fabrication de poudres et notamment de poudres métalliques par atomisation, comprenant la fusion continue du matériau à atomiser s'écoulant verticalement et de façon coaxiale au-dessus d'une tête de dispersion tournant (9) à grande vitesse destinée à diffuser le matériau en fusion sous forme atomisée, dans une enveloppe de gaz plasmagènes, puis la trempe du matériau atomisé et la collecte du matériau en poudre refroidie ainsi obtenu, caractérisé en ce que l'on réalise l'atomisation du matériau en fusion en le dispersant par frottement sur la face supérieure de la tête rotative (9) et la trempe par passage dudit matériau atomisé dans un vortex réfrigérant situé à la périphérie de l'enveloppe de gaz plasmagènes.
- 50 **11.** Procédé selon la revendication 10, caractérisé en ce qu'on effectue la collecte des poudres dans un gaz neutre à l'état gazeux, liquide ou solide.
- 55 **12.** Procédé selon l'une des revendications 10 ou 11, caractérisé en ce qu'on réalise l'atomisation à des pressions supérieures à la pression atmosphérique.
- 60 **13.** Procédé selon l'une des revendications 10 à 12, caractérisé en ce qu'on allume le plasma par création d'un arc électrique haute tension entre le matériau à atomiser (1) et une électrode placée dans l'axe du four (4).
- 65 **14.** Procédé selon l'une des revendications 10 à 13, caractérisé en ce qu'on effectue la trempe du matériau atomisé par contact avec un fluide froid, gazeux, liquide ou diphasique permettant d'obtenir des structures microcristallines ou amorphes.
- 70 **15.** Procédé selon l'une des revendications 10 à 14, caractérisé en ce qu'on liquéfie les gaz produits lors de la trempe dans un condenseur et on récupère les poudres avec une partie des gaz liquéfiés dans au moins un conteneur permettant de maintenir le mélange à l'état liquide ou solide.
- 75 **16.** Procédé selon l'une des revendications 10 à 15, caractérisé en ce qu'on effectue la rotation de la tête de

dispersion (9) à une vitesse comprise entre 30 000 et 125 000 t/mn.

- 5 17. Procédé selon l'une des revendications 10 à 16, caractérisé en ce qu'on réalise, dans la tête de dispersion (9), un gradient de température de 60 à 180°C/cm pour une tête en cuivre et de 200 à 500°C/cm pour une tête en tungstène.
- 10 18. Procédé selon l'une des revendications 10 à 17, caractérisé en ce qu'on effectue la trempe du matériau atomisé au moyen de buses (15) distribuant un débit total d'argon liquide suffisant pour obtenir un refroidissement complet des poudres ; l'axe d'éjection desdites buses étant incliné par rapport au plan de la face supérieure de ladite tête de dispersion (9) et la largeur du jet étant déterminé de façon à produire un effet contra-rotatif à celui de ladite tête (9) pour freiner le mouvement des poudres.
- 15 19. Procédé selon l'une des revendications 10 à 18, caractérisé en ce que le matériau à atomiser est initialement sous forme d'un barreau cylindrique (1).
- 20 20. Procédé selon l'une des revendications 10 à 19, caractérisé en ce que le matériau à atomiser est d'abord reçu à l'état fondu dans un creuset froid (100) d'où il s'écoule au travers d'une busette (101,102) de réglage du débit vers l'enceinte d'atomisation (C).
21. Poudres métalliques ultra pures obtenues par le procédé selon l'une des revendications 10 à 20.

25

30

35

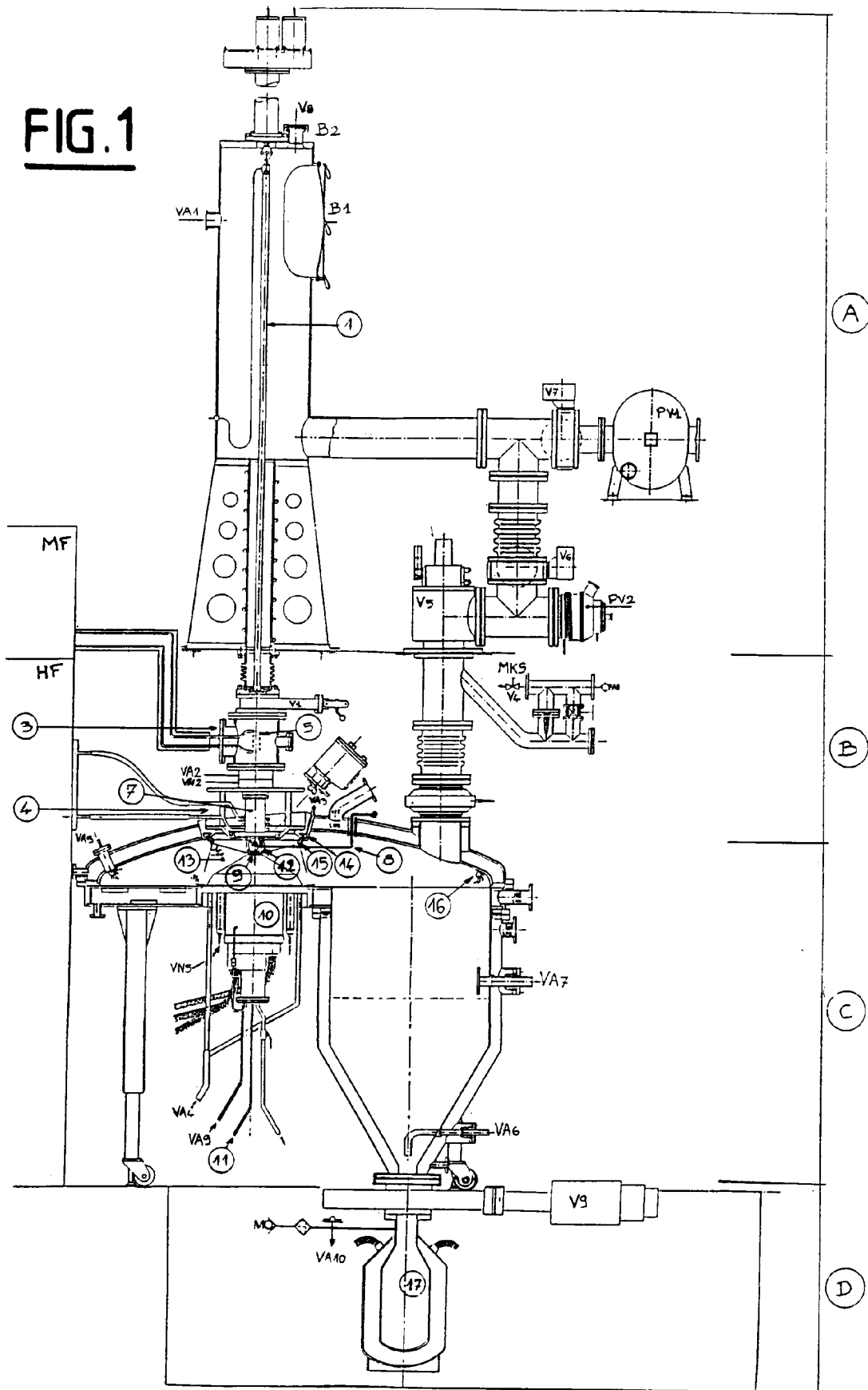
40

45

50

55

FIG. 1



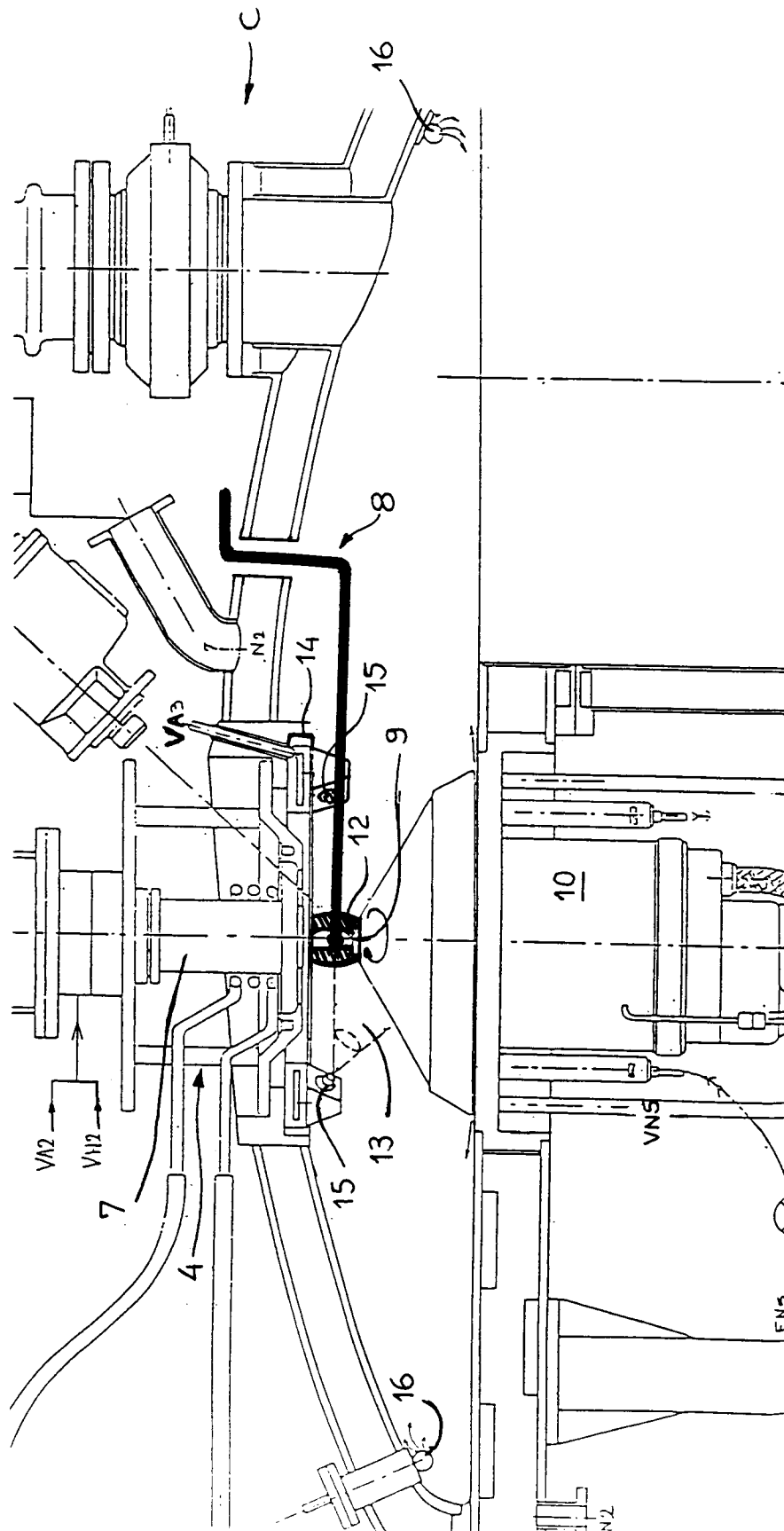
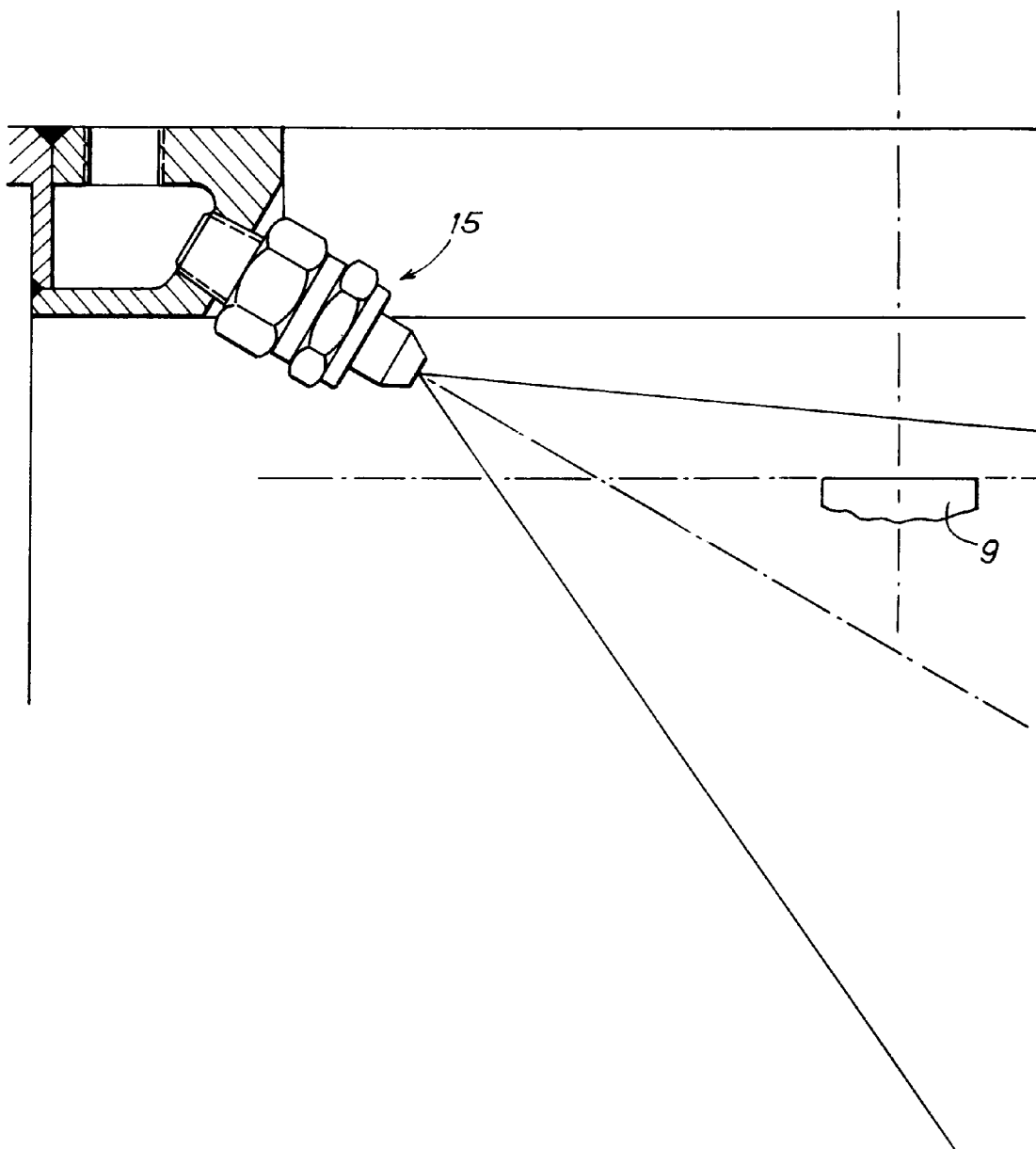


FIG. 2

FIG. 3



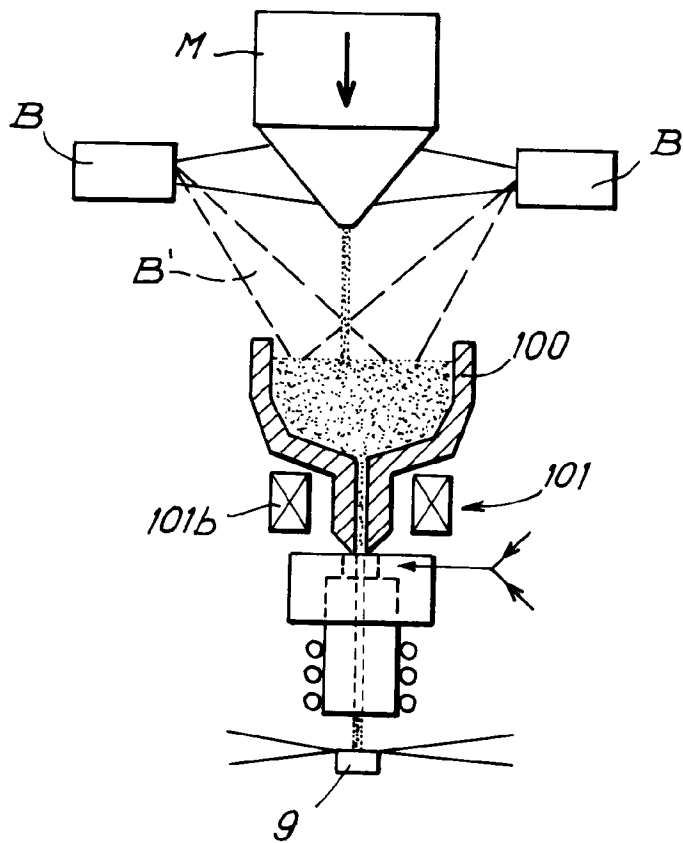
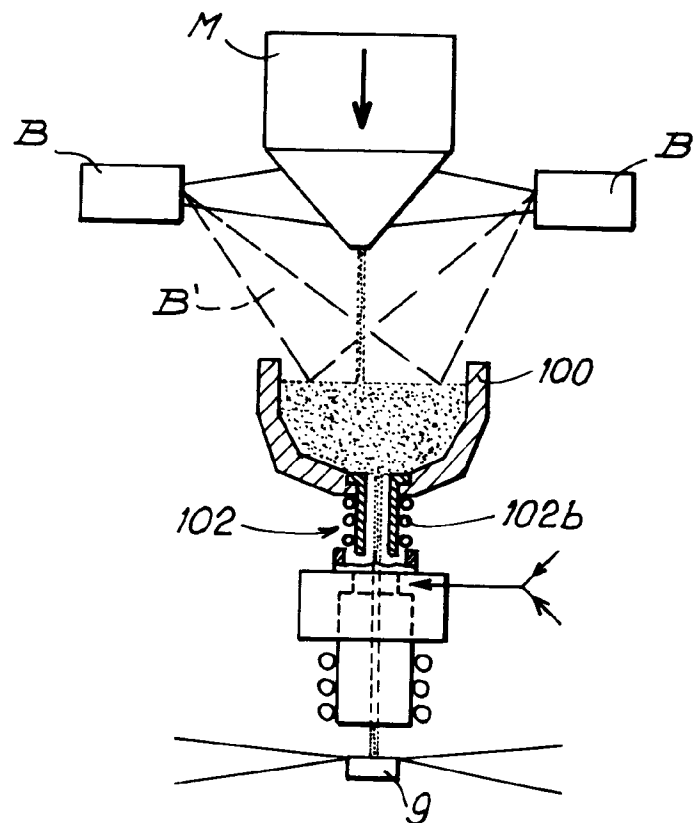


FIG. 4a

FIG. 4b





Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numero de la demande

EP 92 40 2141

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	FR-A-2 629 573 (ACIERIES AUBERT & DUVAL) * page 6, ligne 3 - ligne 10; figures * ---	1,10,21	B22F9/10
A	FR-A-2 595 595 (ACIERIES AUBERT ET DUVAL) * page 5, ligne 8 - ligne 14; figure 1 * ---	1,10,21	
A	WO-A-8 705 548 (CHENEY) * page 17; figure 2 * ---	1,10,21	
A	FR-A-2 276 121 (UK SECRETARY OF STATE FOR DEFENCE) * page 4; figure 1 * -----	1,10,21	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5)
			B22F
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 06 NOVEMBRE 1992	Examineur ASHLEY G.W.
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	
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			

EPO FORM 1503 01.82 (P0402)