



(11)

EP 2 398 609 B2

(12)

NOUVEAU FASCICULE DE BREVET EUROPEEN

Après la procédure d'opposition

(45) Date de publication et mention de la décision concernant l'opposition:
19.01.2022 Bulletin 2022/03

(45) Mention de la délivrance du brevet:
31.10.2012 Bulletin 2012/44

(21) Numéro de dépôt: 10707100.3

(22) Date de dépôt: 15.02.2010

(51) Classification Internationale des Brevets (IPC):
B22D 11/10 (2006.01) **B22D 11/117** (2006.01)
B22D 21/00 (2006.01)

(52) Classification Coopérative des Brevets (CPC):
B22D 11/003; B22D 11/04; B22D 11/117;
B22D 11/12

(86) Numéro de dépôt international:
PCT/FR2010/000122

(87) Numéro de publication internationale:
WO 2010/094852 (26.08.2010 Gazette 2010/34)

(54) PROCÉDÉ DE COULÉE POUR ALLIAGES D'ALUMINIUM

GIESSVERFAHREN VON ALUMINIUMLEGIERUNGEN

CASTING PROCESS OF ALUMINIUM ALLOYS

(84) Etats contractants désignés:
**AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR
HR HU IE IS IT LI LT LU LV MC MK MT NL NO PL
PT RO SE SI SK SM TR**

(30) Priorité: 20.02.2009 FR 0900780
15.12.2009 US 286594 P

(43) Date de publication de la demande:
28.12.2011 Bulletin 2011/52

(73) Titulaire: **Constellium Issoire
63500 Issoire (FR)**

(72) Inventeurs:

- **BES, Guillaume
F-38430 Moirans (FR)**
- **REY-FLANDRIN Robert
F-38960 Saint Etienne-de-Crossey (FR)**
- **RIBAUD, Olivier
F-38140 Renage (FR)**
- **VERNEDE, Stéphane
F-3800 Grenoble (FR)**

(74) Mandataire: **Constellium - Propriété Industrielle
C-TEC Constellium Technology Center
Propriété Industrielle
Parc Economique Centr'Alp
725, rue Aristide Bergès
CS10027
38341 Voreppe (FR)**

(56) Documents cités:
EP-A- 0 402 692 EP-A1- 0 216 393

**GB-A- 745 769 GB-A- 1 065 806
JP-A- H0 237 954 JP-A- S62 240 141
JP-A- 2000 176 606 US-A- 2 160 393
US-A- 4 534 807 US-A- 4 607 679
US-A- 4 670 050 US-A- 4 709 740
US-A1- 2005 000 677**

- **DATABASE CA[Online] CHEMICAL ABSTRACTS SERVICE, COLUMBUS, OHIO, US; 1969, DANILKIN, V. A. ET AL: "Solubility of hydrogen from a water vapor atmosphere in molten aluminum" XP002548727 extrait de STN Database accession no. 1970:92802 & TSVETNYE METALLY (MOSCOW, RUSSIAN FEDERATION) , 42(12), 47-50 CODEN: TVMTAX; ISSN: 0372-2929, 1969,**
- **DATABASE CA[Online] CHEMICAL ABSTRACTS SERVICE, COLUMBUS, OHIO, US; 1964, KAWASHIMA, NAMIO ET AL: "Blistering of Al . III. Blistering caused by aqueous vapor in heating atmosphere" XP002548728 extrait de STN Database accession no. 1965:422670 & KEIKINZOKU , 14(66), 231-8 CODEN: KEIKA6; ISSN: 0451-5994, 1964,**
- **Cochran C.N. et al: "Oxidation of Aluminium-Magnesium Melts in Air, Oxygen, Flue Gas and Carbon dioxide", Metallurgical Transactions B, vol. 8B, jun 1977, p. 323-332**
- **Wagstaff, "Air slip air casting technology mold", sales brochure, 2007**

Description**Domaine de l'invention**

5 [0001] L'invention concerne la coulée des alliages d'aluminium, notamment la coulée des alliages contenant du magnésium et / ou du lithium sensibles à l'oxydation.

Etat de la technique

10 [0002] L'oxydation des alliages d'aluminium à l'état liquide a des conséquences néfastes sur le procédé de fonderie. Dans les fours et les chenaux de transfert, l'oxydation du métal a tout d'abord pour résultat une perte nette de métal, appelée perte au feu. De plus, lors de la coulée, une oxydation trop importante du métal liquide engendre des défauts à la surface du lingot coulé qui nuisent à l'utilisation des produits. Ces problèmes sont particulièrement prononcés dans les alliages contenant du magnésium et / ou du lithium.

15 Un défaut principal est le sillon vertical qui est notamment généré par des plissements de la peau d'oxyde en surface du marais. Dans certains cas, et notamment lors de la coulée des alliages 7xxx, ce problème est particulièrement important car les sillons, surtout quand ils sont longs et profonds, initient facilement des fentes de surface. Les sillons et les fentes doivent généralement être éliminés avant la transformation des lingots obtenus lors de la coulée. On peut, par exemple, éliminer les défauts par usinage, ce qui peut être économiquement très défavorable tant par le coût de l'opération que par la perte significative de métal qui en résulte. Dans certains cas, la présence de fente rend le lingot inutilisable et il est nécessaire de le refondre.

20 [0003] Il est connu de longue date que l'ajout de certains éléments permet de limiter l'oxydation et d'améliorer la qualité de surface.

25 Dès 1943, le brevet US 2,336,512 décrivait l'addition de très faibles quantités beryllium à des alliages d'aluminium contenant du magnésium de façon à limiter l'oxydation de la surface de métal liquide.

La demande internationale WO 02/30822 décrit la substitution du beryllium par le calcium dans un but identique de limitation de l'oxydation.

30 [0004] L'ajout d'éléments d'additions peut cependant être la cause d'autres problèmes. Ainsi, le beryllium présente une certaine toxicité ce qui a notamment conduit à sa suppression dans les alliages d'aluminium utilisés en tant qu'emballages alimentaires. Le calcium peut quant à lui être à l'origine de fissures de rive lors du laminage à chaud.

On a également proposé de protéger la surface du métal liquide par différents artifices.

35 Le brevet US 4,582,118 propose d'utiliser une atmosphère non réactive et non combustible, telle que par exemple une atmosphère d'argon, d'hélium, de néon, ou de krypton ou encore d'azote ou de dioxyde de carbone, pour la coulée des alliages aluminium-lithium. La mise en oeuvre de tels procédés est cependant très coûteuse.

40 La demande de brevet EP 0 109 170 A1 décrit l'utilisation d'une chicane sur la périphérie du métier de coulée pour balayer la surface de métal liquide par un gaz inerte (habituellement de l'azote et/ou de l'argon avec ou sans chlore ou un autre halogène). Cependant la mise en oeuvre de ces gaz est délicate et augmente significativement le coût des opérations. L'utilisation de dioxyde de carbone ou de gaz de combustion pour limiter l'oxydation est également connue de C.N. Cochran, D.L. Belitskus et D.L. Kinosz, Metallurgical Transcations B, Volume 8B, 1977, pages 323-331.

45 La demande de brevet EP 1 964 628 A1 décrit une méthode pour produire des lingots d'aluminium dans laquelle au moins une étape du procédé est conduite sous une atmosphère contenant un gaz fluoré. Cependant la mise en oeuvre de gaz fluorés est délicate et crée des risques importants vis-à-vis des personnes.

Le brevet US 5,415,220 décrit l'utilisation de sels fondus de chlorure de lithium et de chlorure de potassium pour protéger la surface d'alliages aluminium-lithium lors de la coulée. Cependant l'utilisation de sels fondus a pour inconvénient le risque de contamination du métal liquide en impuretés ainsi que la difficulté de mise en oeuvre.

50 Le brevet US 7,267,158 décrit l'addition forcée d'un gaz humide, contenant plus de 0,005 kg/m³ d'eau, à la surface du métal fondu de façon à améliorer la qualité de surface des lingots coulés. Ce procédé présente cependant l'inconvénient de mettre en contact la vapeur d'eau et l'aluminium liquide en dépit des dangers d'explosion liés au contact de l'eau et de l'aluminium liquide.

55 Par ailleurs, il est connu de la demande EP 0 216 393 A1 d'utiliser de l'air sec dans une poche de traitement de l'aluminium liquide pour éviter la pénétration d'hydrogène dans le métal fondu lorsqu'un gaz de traitement est injecté dans le métal liquide et provoque la rupture de la couche d'oxyde protégeant sa surface.

[0005] Le document US-A-2005/000677 divulgue un procédé de coulée d'un alliage d'aluminium contenant au moins 0,1 % en poids de Mg dans lequel on met en contact pendant la solidification une surface liquide dudit alliage avec un gaz asséché comprenant au moins environ 2% en volume d'oxygène et dont la pression partielle en eau présente un point de rosée de 0°C.

[0006] Le problème posé est de trouver un procédé de coulée adapté aux alliages d'aluminium les plus oxydables, en particulier les alliages d'aluminium contenant du magnésium et/ou du lithium, qui ne présente pas ces inconvénients

et permette d'obtenir des lingots coulés exempts de défauts de surface et de pollutions, en toute sécurité.

Description de l'invention

5 [0007] Un premier objet de l'invention est un procédé de coulée d'un alliage d'aluminium contenant au moins environ 0,1% de Mg et/ou au moins environ 0,1% de Li selon la revendication 1.

Description des figures

10 [0008]

Figure 1 : schéma général d'une installation de coulée verticale semi-continue.

Figure 2: schéma d'une installation de coulée verticale incluant un dispositif d'approvisionnement d'un flux de gaz asséché.

15 Figure 3 : schéma d'un dispositif d'approvisionnement d'un flux de gaz asséché pour la coulée de plaques.

Figure 4 : schéma de la thermo-balance utilisée dans l'exemple 1.

Figure 5 : évolution de la prise de poids avec le temps pour les expériences réalisées avec l'alliage 7449 dans l'exemple 1.

20 Figure 6: géométrie évolution de la prise de poids avec le temps pour les expériences réalisées avec l'alliage AA5182 dans l'exemple 1.

Figure 7 : évolution de la prise de poids avec le temps pour les expériences réalisées avec l'alliage AA2196 dans l'exemple 1.

Figure 8 : photographies des surfaces obtenues après les essais N° 7 (Fig. 8a) et N°5 (Fig. 8b) de l'exemple 1.

25 **Description détaillée de l'invention**

[0009] La désignation des alliages suit les règles de The Aluminum Association, connues de l'homme du métier. La composition chimique d'alliages d'aluminium normalisés est définie par exemple dans la norme EN 573-3.

Sauf mention contraire, les définitions de la norme européenne EN 12258-1 s'appliquent. On appelle ici « installation de coulée » l'ensemble des dispositifs permettant de transformer un métal sous forme quelconque en demi-produit de forme brute en passant par la phase liquide. Une installation de coulée peut comprendre de nombreux dispositifs tels que un ou plusieurs fours nécessaires à la fusion du métal et/ou à son maintien en température et/ou à des opérations de préparation du métal liquide et d'ajustement de la composition, une ou plusieurs cuves (ou « poches ») destinées à effectuer un traitement d'élimination des impuretés dissoutes et/ou en suspension dans le métal liquide, ce traitement pouvant consister à filtrer le métal liquide sur un média filtrant dans une « poche de filtration » ou à introduire dans le bain un gaz dit « de traitement » pouvant être inerte ou réactif dans une « poche de dégazage », un dispositif de solidification du métal liquide (ou « métier de coulée »), par exemple par coulée semi-continue verticale par refroidissement direct, coulée horizontale, coulée continue de fil, coulée continue de bandes entre cylindres, coulée continue de bandes entre chenilles, pouvant comprendre des dispositifs tels que un moule (ou « lingotière »), un dispositif d'approvisionnement du métal liquide (ou « busette ») un système de refroidissement, ces différents fours, cuves et dispositifs de solidification étant reliés entre eux par des chenaux appelés « goulottes » dans lesquels le métal liquide peut être transporté.

[0010] De manière surprenante, les présents inventeurs ont constaté que, mise en contact avec un gaz asséché comprenant au moins environ 2 % en volume d'oxygène et dont la pression partielle en eau est inférieure à environ 150 Pa, une surface d'aluminium liquide s'oxyde peu ce qui permet de réaliser des coulées exemptes de défauts de surface rédhibitoires. Ce résultat est surprenant car il est communément admis qu'au contraire l'humidité contenue dans l'air permet de limiter l'oxydation des alliages d'aluminium à l'état liquide.

Dans un premier mode de réalisation de l'invention, cet effet surprenant est mis en oeuvre dans un procédé de coulée. Le procédé selon l'invention est utile pour des alliages d'aluminium très oxydables, contenant au moins environ 0,1% de Mg et/ou au moins environ 0,1% de Li. Le procédé selon l'invention est particulièrement utile pour les alliages des familles 2XXX, 3XXX, 5XXX, 6XXX, 7XXX ou 8XXX, notamment quand ces alliages ne contiennent pas d'addition volontaire de beryllium et/ou de calcium. Le procédé selon l'invention est particulièrement avantageux pour les alliages contenant moins de 3 ppm de beryllium ou même moins de 1 ppm de beryllium et/ou moins de 15 ppm de calcium ou même moins de 5 ppm de calcium. Des exemples d'alliages pour lesquels le procédé selon l'invention est particulièrement avantageux sont, dans la famille des alliages 2XXX, les alliages AA2014, AA2017, AA2024, AA2024A, AA2027, AA2139, AA2050, AA2195, AA2196, AA2098, AA2198, AA2214, AA2219, AA2524 dans la famille des alliages 3XXX les alliages AA3003, AA3005, AA3104, AA3915 dans la famille des alliages 5XXX les alliages AA5019, AA5052, AA5083, AA5086, AA5154, AA5182, AA5186, AA5383, AA5754, AA5911 et dans la famille des alliages 7XXX les alliages AA7010,

AA7020, AA7040, AA7140, AA7050, AA7055, AA7056, AA7075, AA7449, AA7450, AA7475, AA7081, AA7085, AA7910, AA7975.

Le gaz asséché doit contenir au moins environ 2 % en volume d'oxygène et avoir une pression partielle en eau inférieure à environ 150 Pa, préférentiellement inférieure à 100 Pa et de manière encore plus préférée inférieure à 70 Pa. Dans un mode de réalisation de l'invention particulièrement avantageux, la pression partielle en eau est même inférieure à 30 Pa, préférentiellement inférieure à 5 Pa et de manière encore plus préférée inférieure à 1 Pa. La pression partielle en eau d'un gaz est également connue sous le nom de pression de vapeur. La pression partielle d'un gaz parfait dans un mélange de gaz parfaits de pression totale P est définie comme la pression qui serait exercée par les molécules du gaz si ce gaz occupait seul tout le volume offert au mélange. Le point de rosée d'un gaz est la température à laquelle, tout en gardant inchangées les conditions barométriques courantes, le gaz devient saturé de vapeur d'eau. Il peut aussi être défini comme la température à laquelle la pression de vapeur serait égale à la pression de vapeur saturante. Une pression partielle en eau de 150 Pa correspond à un point de rosée de -17,9 °C et à une quantité d'eau de 0,0013 kg/m³ à cette température. Une pression partielle en eau de 100 Pa correspond à un point de rosée de -22,6 °C et à une quantité d'eau de 0,0009 kg/m³ à cette température. Une pression partielle en eau de 70 Pa correspond à un point de rosée de -26,5 °C et à une quantité d'eau de 0,0006 kg/m³ à cette température.

Le gaz asséché comprend également de manière avantageuse au moins un gaz choisi parmi air, hélium, argon, azote, dioxyde de carbone, monoxyde de carbone, produits de combustion du gaz naturel, méthane, éthane, propane, gaz naturel, composés fluorés organiques, composés chlorés organiques. L'ajout de dioxyde de carbone au gaz asséché peut dans certains cas améliorer l'effet anti-oxydant. Dans un mode de réalisation de l'invention, le gaz asséché comprend entre 1 et 10 % en volume de CO₂. Cependant, cet effet étant limité et cet addition ayant un coût, la teneur en CO₂ du gaz asséché est inférieure à 1% en volume ou même inférieure à 0,1 % en volume dans un autre mode de réalisation avantageux de l'invention. Dans un mode de réalisation avantageux de l'invention ledit gaz asséché est essentiellement de l'air asséché par tout moyen approprié pour atteindre la pression partielle en eau souhaitée.

Selon l'invention le gaz asséché est mis en contact avec une surface liquide d'alliage d'aluminium pendant l'essentiel de la solidification dudit alliage. La mise en contact du gaz avec la surface est de préférence réalisée de façon à établir au dessus de cette surface une atmosphère dont la teneur en eau est sensiblement égale, généralement différente de moins de 10% ou 20%, à celle du gaz asséché, c'est-à-dire de façon à éviter une diffusion significative de vapeur d'eau provenant de l'air ambiant dans ladite atmosphère.

Ainsi, quand la mise en contact est réalisée à l'aide d'un flux de gaz asséché, il est avantageux que ce flux soit suffisant par rapport à la surface liquide soumise au flux asséché de façon à établir ladite atmosphère, si ce flux est trop faible, la composition de ladite atmosphère peut être trop influencée par l'atmosphère extérieure et sa teneur en eau peut ne plus correspondre à la teneur souhaitée.

Par ailleurs, il n'est en général pas nécessaire de mettre en contact avec le gaz asséché la totalité de la surface liquide de l'alliage d'aluminium disponible, telle qu'illustrée par la figure 1 (14, 15), pour atteindre l'effet avantageux sur la qualité de surface des produits coulés. De manière avantageuse, la surface liquide de l'alliage d'aluminium mise en contact avec le gaz asséché représente au moins 10%, préférentiellement au moins 25 % et de manière encore plus préférée au moins 50% de la totalité de la surface liquide dudit alliage d'aluminium.

[0011] Une surface liquide de l'alliage d'aluminium est maintenue en contact avec le gaz asséché pendant l'essentiel de la solidification. Ainsi, s'il n'est pas nécessaire de mettre en contact une surface liquide avec le gaz asséché dès l'introduction du métal liquide dans le métier de coulée, il est préférable de le réaliser dès l'établissement d'un régime stationnaire. Par exemple, dans le cas de la coulée semi-continue verticale par refroidissement direct, il est préférable de le réaliser au moins dès le début de descente du faux fond ou au moins dès le début de la coulée d'une zone qui ne sera pas coupée lors des opérations ultérieures. Il est possible de faire varier le débit d'un flux de gaz asséché pendant la coulée, notamment si des défauts de surface apparaissent. Ainsi, une augmentation du débit d'un flux de gaz asséché permet dans certains cas de faire disparaître des sillons dans le produit coulé. Le contact entre la surface liquide et le gaz asséché peut éventuellement être supprimé avant la fin de la coulée, notamment quand on atteint une zone qui sera coupée lors des opérations suivantes. En général une surface liquide de l'alliage d'aluminium est maintenue en contact avec le gaz asséché pendant au moins 50% ou même au moins 90% de la solidification.

[0012] La présente invention s'applique à différents procédés de coulée et de préférence à un procédé de coulée choisi parmi la coulée semi-continue verticale par refroidissement direct, la coulée horizontale, la coulée continue de fil, la coulée continue de bandes entre cylindres, la coulée continue de bandes entre chenilles (« belt caster »).

Le procédé semi-continu de coulée verticale par refroidissement direct des alliages d'aluminium, connu de l'homme du métier notamment sous sa dénomination en langue anglaise « Direct Chill casting » ou « DC casting », est un procédé préféré dans le cadre de la présente invention. Dans ce procédé on coule dans une lingotière présentant un faux fond un alliage d'aluminium en déplaçant verticalement et de façon continue le faux fond de manière à maintenir un niveau de métal liquide sensiblement constant pendant la solidification de l'alliage, les faces solidifiées étant refroidies directement avec de l'eau. La figure 1 illustre ce procédé. Un alliage d'aluminium est alimenté par un conduit (4) dans une lingotière (3) posée sur un faux-fond (21). L'alliage d'aluminium se solidifie par refroidissement direct (5). L'alliage

d'aluminium en cours de solidification (1) présente au moins une surface solide (11, 12, 13) et au moins une surface d'alliage d'aluminium à l'état liquide pouvant être recouverte d'oxydes, qui est appelée « surface liquide » dans la présente description (14, 15). Un descenseur (2) permet de faire descendre progressivement l'alliage en cours de solidification de façon à maintenir la position verticale de la surface d'aluminium liquide (14, 15) sensiblement constante.

5 [0013] Le procédé selon l'invention est notamment avantageux pour la coulée de plaques et de billettes par coulée semi-continue verticale par refroidissement direct. Le procédé selon l'invention est particulièrement avantageux pour la coulée de plaques de grandes dimensions, notamment de section supérieure à 0,5 m².

10 [0014] Dans le cas de la coulée semi-continue verticale par refroidissement direct, le dispositif est fixé autour d'un injecteur de métal liquide de façon à introduire le gaz asséché du centre de la surface liquide vers sa périphérie et/ou de la périphérie vers le centre.

15 [0015] Un dispositif pour l'approvisionnement du gaz dans le cas de la coulée semi-continue verticale par refroidissement direct est illustré par la figure 2. Le gaz asséché est approvisionné à l'aide d'un dispositif (6) fixé autour de l'injecteur de métal liquide (4) de sorte que le flux de gaz asséché (7) est orienté du cœur de ladite surface liquide vers sa périphérie et/ou de la périphérie vers le cœur dans la zone d'injection du métal liquide. Avantageusement, le dispositif d'approvisionnement de gaz peut être fixé sur un barrage retenant les oxydes (« barrage à crasse ») qui est positionné autour de la zone d'injection du métal liquide. De cette façon, on peut obtenir un effet du flux de gaz asséché plus important dans la zone où l'oxydation est probablement la plus élevée c'est-à-dire à proximité de l'injecteur de métal liquide, et dans la zone située entre le barrage à crasses et la lingotière, cette zone étant précisément celle la plus susceptible de générer des défauts de surface sur les produits coulés. Par ailleurs cette configuration permet également de limiter la dimension du dispositif.

20 [0016] Le gaz asséché du procédé de coulée selon l'invention peut aussi être utilisé dans d'autres parties d'une installation de coulée sur une surface liquide d'alliages d'aluminium contenant au moins environ 0,1% de Mg et/ou au moins environ 0,1% de Li, afin d'en minimiser l'oxydation. Une installation de coulée comprend plusieurs autres dispositifs dans lesquels des surfaces liquides d'alliage d'aluminium sont en contact avec l'atmosphère. Ainsi le gaz asséché peut avantageusement être utilisé pour limiter l'oxydation de la surface liquide d'alliages dans un four, notamment de fusion ou de maintien, dans une cuve de traitement telles qu'une poche de filtration ou une poche de dégazage ou dans un chenal de transfert tel qu'une goulotte. Dans ces utilisations, on utilise de préférence des conditions de mise en oeuvre du gaz asséché et/ou une composition d'alliage d'aluminium semblables à celles du procédé selon l'invention, notamment concernant l'approvisionnement du gaz asséché. Avantageusement, dans le procédé selon l'invention, le gaz asséché est également utilisé dans au moins un four, notamment de fusion ou de maintien et/ou dans au moins une cuve de traitement telles qu'une poche de filtration ou une poche de dégazage et/ou dans au moins un chenal de transfert tel qu'une goulotte.

25 Les produits obtenus par un procédé selon l'invention et/ou par une utilisation selon l'invention peuvent optionnellement être corroyés notamment par laminage, filage et/ou forgeage, de façon à obtenir en particulier des tôles et des profilés. 30 L'invention permet notamment la coulée des alliages d'aluminium les plus oxydables, en particulier les alliages d'aluminium contenant du magnésium et/ou du lithium, sans utiliser d'additifs tels que le beryllium et/ou le calcium et sans utiliser de dispositif et/ou gaz couteux tout en obtenant des lingots coulés exempts de défauts de surface et de pollutions, 35 en toute sécurité.

40 Exemples

Exemple 1

45 [0017] Dans cet exemple, on a mesuré l'oxydation du métal liquide par analyse thermogravimétrique. Dans ces essais, un creuset contenant le métal liquide est maintenu à une température contrôlée. Ce creuset contient environ 5 kg de métal, pour un diamètre de 100 mm. La taille significative de ces expériences qui permet de prendre en compte des effets macroscopiques peut expliquer des différences avec les expériences réalisées sur de très faibles quantités souvent rapportées dans l'art antérieur. La masse de l'échantillon est pesée en continu. La prise de poids est due à l'oxydation du métal liquide. Un schéma illustrant cette expérience est présenté sur la figure 4.

50 Le gaz asséché (7) est apporté à la surface du métal liquide (14) par un tube métallique (6) de diamètre intérieur 4 mm, disposé obliquement par rapport à cette surface. La balance (92) permet de mesurer en continu le poids du creuset (93) et de son contenu *in situ* dans le four (91). La distance entre l'orifice du tube métallique et la surface du métal liquide était 120 mm. L'air utilisé peut être asséché jusqu'à atteindre une pression partielle en eau inférieure à 70 Pa. Trois alliages ont été étudiés : les alliages AA7449, AA2196 et AA5182. Les conditions des différents essais sont résumées dans le tableau 1. Dans tous les essais, la teneur en beryllium et en calcium étaient semblables et inférieures à 1 ppm et 10 ppm, respectivement.

Tableau 1. Conditions des essais réalisés avec la thermobalance

Essais	alliage	Débit de gaz (1/mn)	Gaz	Pression partielle en eau du gaz injecté (Pa)
1	AA5182	7.9	Air sec	< 70 Pa
2	AA5182	0	Air ambiant	> 600 Pa
3	AA2196	7.9	Air sec	< 70 Pa
4	AA2196	0	Air ambiant	> 600 Pa
5	AA7449	4.1	Air sec	< 70 Pa
6	AA7449	3.8	Air ambiant	> 600 Pa
7	AA7449	0	Air ambiant	> 600 Pa
8	AA7449	4.1	Air sec	180 Pa
9	AA7449	3.8	Air sec	600 Pa

[0018] Les figures 5 à 8 présentent les résultats obtenus.

La figure 5 montre les résultats obtenus avec l'alliage AA7449. Des gains de poids significativement plus faibles sont obtenus pour l'essai 5 pour lequel un flux d'air très sec a été réalisé. La mise en contact d'une surface liquide avec de l'air sec dont la pression partielle en eau est encore de 600 Pa (point de rosée de -0,2 °C, essai 9) ou même de 180 Pa (point de rosée de -15,6 °C, essai 8) ne permettent pas de limiter significativement l'oxydation. De même l'air ambiant ne permet pas de limiter l'oxydation avec ou sans flux (essais 6 et 7), ce qui exclut un effet uniquement mécanique lié à un flux de gaz.

La figure 6 montre les résultats obtenus avec l'alliage AA5182. On constate également pour cet alliage une oxydation significativement plus faible en présence d'un flux d'air très sec.

La figure 7 montre les résultats obtenus avec l'alliage AA2196. On constate à nouveau pour cet alliage une oxydation significativement plus faible en présence d'un flux d'air très sec.

La figure 8a est une photographie de la surface obtenue après l'essai dans le cas de l'essai 7 (air ambiant). On observe une oxydation très importante conduisant à des produits d'oxydation en forme caractéristique de choux fleur de teinte sombre. La figure 8b est une photographie de la surface obtenue après l'essai dans le cas de l'essai 5 (air sec). On observe une surface uniforme de teinte gris clair correspondant à un film fin d'oxyde.

Exemple 2

[0019] Des plaques de section rectangulaire 446 mm x 2160 mm en alliage AA7449 ont été coulées verticalement à l'aide d'une installation de coulée semi-continue par refroidissement direct (DC-cast), en utilisant un affmage AITiC. La longueur des plaques obtenues était comprise entre 900 mm et 4000 mm. La teneur en beryllium de l'alliage était inférieure à 1 ppm et la teneur en calcium était inférieure à 15 ppm. La figure 3 illustre le dispositif d'approvisionnement de gaz ayant été utilisé pour approvisionner de l'air sec lors de la coulée des plaques. Le dispositif est constitué de 4 tubes (611, 612, 621 et 622) régulièrement percés d'orifices (63) permettant d'injecter le gaz asséché (7) sur la surface liquide de l'alliage d'aluminium. Les tubes sont reliés par des raccords vissés (9) pour former un rectangle. Les tubes sont alimentés en gaz par deux de ces raccords vissés, par deux canalisations (81) et (82). La longueur L et la largeur 1 du dispositif (L = 1285 mm, 1 = 300 mm, espacement entre les orifices : 20 mm) représentent moins de environ 70% de la longueur et la largeur de la lingotière, de sorte que la surface soumise au flux de gaz asséché représente environ 50% de la totalité de la surface liquide de l'alliage d'aluminium (surface liquide totale : 0,96 m², surface soumise à un flux asséché : 0,58 m²).

Le gaz asséché était de l'air sec dont la pression partielle en eau était de 60 Pa, contenant dans certains cas 5% en volume de CO₂.

[0020] Le tableau 2 décrit les conditions des différents essais réalisés ainsi que les résultats obtenus.

Tableau 2. Condition des essais de coulée et résultats obtenus.

Essai	Longueur coulée [mm]	flux d'air sec [m ³ /h] (longueur coulée)	% CO ₂ du flux d'air sec	observations
21	917	Aucun	-	Sillons verticaux longs (~200mm) et profonds

(suite)

Essai	Longueur coulée [mm]	flux d'air sec [m ³ /h] (longueur coulée)	% CO ₂ du flux d'air sec	observations
5	22	Aucun (Démarrage)	-	Sillons verticaux longs (~200mm) et profonds
		22 (1150 mm)	5%	Aucun sillon
10	23	22 (Démarrage)	0%	Quelques sillons verticaux courts (-40 mm) et peu profonds
		27 (1150 mm)	0%	Quelques sillons verticaux courts (-40 mm) et peu profonds
		32 (2500 mm)	0%	Aucun sillon

[0021] L'effet de l'air sec a été démontré à plusieurs reprises : ainsi lors de l'essai 22, la mise en contact d'une surface liquide avec de l'air sec a permis de faire disparaître les sillons profonds. De même dans l'essai 23, la présence d'air sec a permis dès le démarrage d'obtenir une qualité de surface satisfaisante pour les plaques coulées (quelques sillons verticaux courts (-40 mm) et peu profonds). On note de plus pour cet essai que l'augmentation du flux d'air sec a permis de faire disparaître les sillons. L'effet de la présence de CO₂ dans le gaz asséché sur la qualité de surface est, s'il existe, du deuxième ordre par rapport à l'effet de la pression partielle en eau. Ainsi pour l'essai 23, un résultat satisfaisant est obtenu en l'absence de CO₂.

25 Revendications

1. Procédé de coulée d'un alliage d'aluminium contenant au moins 0,1% de Mg et/ou au moins 0,1% de Li dans lequel on met en contact pendant l'essentiel de la solidification une surface liquide dudit alliage d'aluminium dans le métier de coulée avec un gaz asséché comprenant au moins 2 % en volume d'oxygène et dont la pression partielle en eau est inférieure à 150 Pa dans lequel ledit gaz est approvisionné à l'aide d'un dispositif (6) fixé autour de l'injecteur de métal liquide (4) de sorte que le flux asséché est orienté du cœur de ladite surface liquide vers sa périphérie et/ou de la périphérie vers le cœur dans la zone d'injection du métal liquide.
2. Procédé selon la revendication 1 dans lequel la pression partielle en eau dudit gaz asséché est inférieure à 100 Pa et de préférence inférieure à 70 Pa.
3. Procédé selon la revendication 1 ou la revendication 2 dans lequel la mise en contact du gaz avec la surface est réalisée de façon à établir au dessus de cette surface une atmosphère dont la teneur en eau est sensiblement égale à celle du gaz asséché.
4. Procédé selon une quelconque des revendications 1 à 3 dans lequel ladite surface liquide de l'alliage d'aluminium soumise au flux de gaz asséché représente au moins 10% préférentiellement au moins 25 % et de manière encore plus préférée au moins 50% de la totalité de la surface liquide dudit alliage d'aluminium.
- 45 5. Procédé selon une quelconque des revendications 1 à 4 dans lequel ledit alliage d'aluminium est un alliage de la famille 2XXX, 3XXX, 5XXX, 6XXX, 7XXX ou 8XXX.
6. Procédé selon la revendication 5 dans lequel ledit alliage d'aluminium ne contient pas d'addition volontaire de beryllium et/ou de calcium.
- 50 7. Procédé selon une quelconque des revendications 1 à 6 dans lequel ledit gaz asséché comprend également au moins un gaz choisi parmi air, hélium, argon, azote, dioxyde de carbone, monoxyde de carbone, produits de combustion du gaz naturel, méthane, éthane, propane, gaz naturel, composés fluorés organiques, composés chlorés organiques.
- 55 8. Procédé selon la revendication 7 dans lequel ledit gaz asséché est essentiellement de l'air.

9. Procédé selon une quelconque des revendications 1 à 8 dans lequel la teneur en C02 du gaz asséché est inférieure à 1% en volume et de préférence inférieure à 0,1% en volume.
- 5 10. Procédé de coulée selon une quelconque des revendications 1 à 9 choisi parmi la coulée semi-continue verticale par refroidissement direct, la coulée horizontale, la coulée continue de fil, la coulée continue de bandes entre cylindres, la coulée continue de bandes entre chenilles.
- 10 11. Procédé de coulée selon une quelconque des revendications 1 à 10 dans lequel ledit gaz asséché est également utilisé dans au moins un four, notamment de fusion ou de maintien et/ou dans au moins une cuve de traitement telle qu'une poche de filtration ou une poche de dégazage et/ou dans au moins un chenal de transfert tel qu'une goulotte.

Patentansprüche

- 15 1. Verfahren zum Gießen einer Aluminiumlegierung, die mindestens 0,1% Mg und/oder mindestens 0,1% Li enthält, wobei eine flüssige Oberfläche der Aluminiumlegierung in der Gießmaschine während eines Großteils der Erstarrung mit einem getrockneten Gas in Kontakt gebracht wird, das mindestens 2 Vol.-% Sauerstoff enthält und dessen Wasserpartialdruck niedriger als 150 Pa ist, wobei das Gas mittels einer Vorrichtung (6) zugeführt wird, die um die Flüssigmetalleinspritzdüse (4) herum befestigt ist, so dass der getrocknete Strom vom Kern der flüssigen Oberfläche zu ihrer Peripherie und/oder von der Peripherie zum Kern in der Flüssigmetalleinspritzzone geleitet wird.
- 20 2. Verfahren nach Anspruch 1, wobei der Wasserpartialdruck des getrockneten Gases niedriger als 100 Pa und vorzugsweise niedriger als 70 Pa ist.
- 25 3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, wobei das Inkontaktbringen des Gases mit der Oberfläche so erfolgt, dass über der Oberfläche eine Atmosphäre gebildet wird, deren Wasseranteil im Wesentlichen gleich dem des getrockneten Gases ist.
- 30 4. Verfahren nach irgendeinem der Ansprüche 1 bis 3, wobei die dem getrockneten Gasstrom ausgesetzte flüssige Oberfläche der Aluminiumlegierung mindestens 10 %, bevorzugt mindestens 25 % und besonders bevorzugt mindestens 50 % der gesamten flüssigen Oberfläche der Aluminiumlegierung darstellt.
- 35 5. Verfahren nach irgendeinem der Ansprüche 1 bis 4, wobei die Aluminiumlegierung eine Legierung der Familie 2XXX, 3XXX, 5XXX, 6XXX, 7XXX oder 8XXX ist.
6. Verfahren nach Anspruch 5, wobei die Aluminiumlegierung keine gewollte Beimischung von Beryllium und/oder Calcium enthält.
- 40 7. Verfahren nach irgendeinem der Ansprüche 1 bis 6, wobei das getrocknete Gas zudem wenigstens ein Gas umfasst, ausgewählt aus Luft, Helium, Argon, Stickstoff, Kohlendioxid, Kohlenmonoxid, Verbrennungsprodukten von Erdgas, Methan, Ethan, Propan, Erdgas, organischen Fluorverbindungen, organischen Chlorverbindungen.
8. Verfahren nach Anspruch 7, wobei das getrocknete Gas im Wesentlichen Luft ist.
- 45 9. Verfahren nach irgendeinem der Ansprüche 1 bis 8, wobei der CO2-Gehalt des getrockneten Gases niedriger als 1 Vol.-% und vorzugsweise niedriger als 0,1 Vol.-% ist.
10. Gießverfahren nach irgendeinem der Ansprüche 1 bis 9, ausgewählt aus halbkontinuierlichem Vertikagießen mit direkter Kühlung, Horizontalgießen, Drahtgießen, Bandgießen zwischen Walzen, Bandgießen zwischen Raupen.
- 50 11. Gießverfahren nach irgendeinem der Ansprüche 1 bis 10, wobei das getrocknete Gas zudem in wenigstens einem Ofen, insbesondere einem Schmelzofen oder Warmhalteofen, und/oder in mindestens einem Behandlungsbehälter wie einer Filtrierpfanne oder einer Entgasungspfanne und/oder in wenigstens einem Überführungskanal wie einer Rinne verwendet wird.

Claims

1. Casting process for an aluminum alloy containing at least 0.1% of Mg and/or at least 0.1% of Li in which a liquid surface of said alloy is put into contact in a facility for casting with a dried gas including at least 2% of oxygen by volume and with a water partial pressure lower than 150 Pa throughout most of the solidification process in which said gas is supplied using a device (6) fixed around the molten metal injector (4) so that the dried gas flow is directed from the heart of said liquid surface towards its edge and/or from the edge towards the heart in the molten metal injection zone..
- 5 2. Process according to claim 1 in which the water partial pressure of said dried gas is less than 100 Pa and preferably less than 70 Pa.
- 10 3. Process according to claim 1 or claim 2 in which the gas is brought into contact with said surface in order to establish, above said surface, an atmosphere whose water content is substantially equal to that of the dried gas.
- 15 4. Process according to any of claims 1 to 3 in which said liquid surface of aluminum alloy subjected to the dried gas flow accounts for at least 10%, and preferably at least 25% and preferably still at least 50% of the whole of the liquid surface of said aluminum alloy.
- 20 5. Process according to any of the claims 1 to 4 in which said aluminum alloy is an alloy of the family 2XXX, 3XXX, 5XXX, 6XXX, 7XXX or 8XXX.
6. Process according to claim 5 in which said aluminum alloy does not contain any deliberate addition of beryllium and/or calcium.
- 25 7. Process according to any of claims 1 to 6 in which said dried gas also includes at least one gas chosen from air, helium, argon, nitrogen, carbon dioxide, carbon monoxide, natural gas combustion products, methane, ethane, propane, natural gas, organic fluorinated compounds, organic chlorinated compounds.
- 30 8. Process according to claim 7 in which said dried gas is mainly air.
9. Process according to any of claims 1 to 8 in which the CO₂ content of dried gas is less than 1% by volume and preferably less than 0.1% by volume.
- 35 10. Casting process according to any of claims 1 to 9 chosen from direct chill casting, horizontal casting, continuous casting of wire, continuous casting of strips between cylinders, and continuous casting of strips using a belt caster.
11. Casting process according to any of claims 1 to 10 in which said dried gas is also used in at least one furnace, in particular a smelting or holding furnace and/or in at least one treatment tank such as a filtration ladle or a degassing ladle and/or in at least a transfer channel such as a transfer trough.

45

50

55

Fig. 1

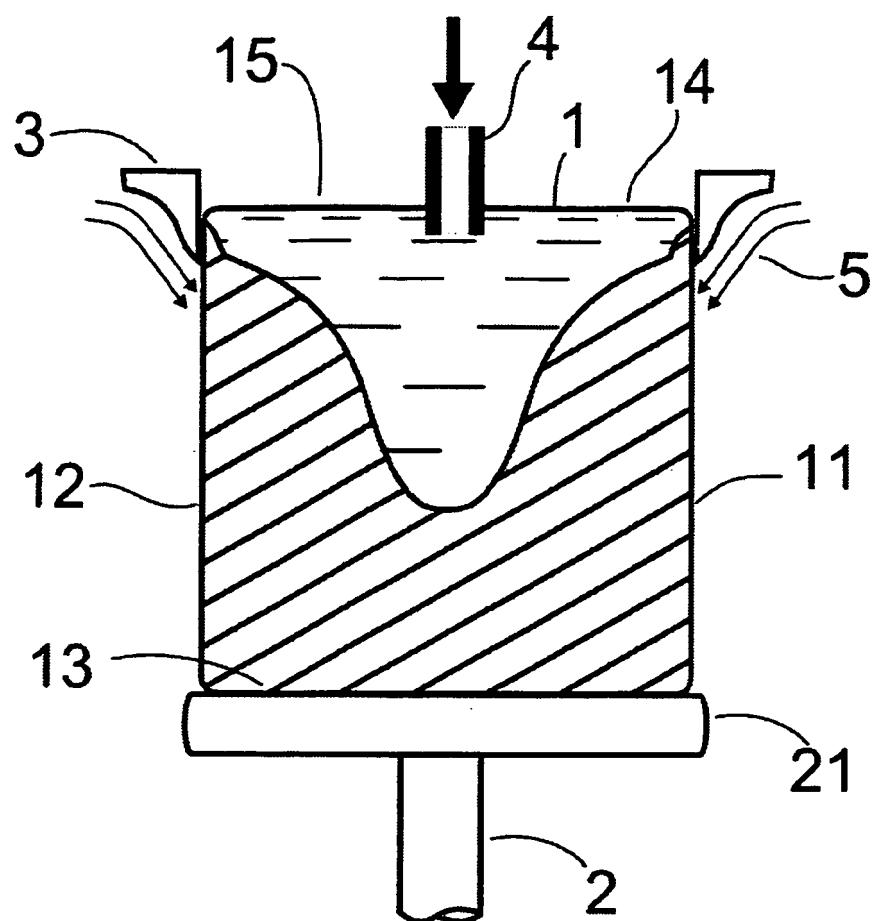


Fig. 2

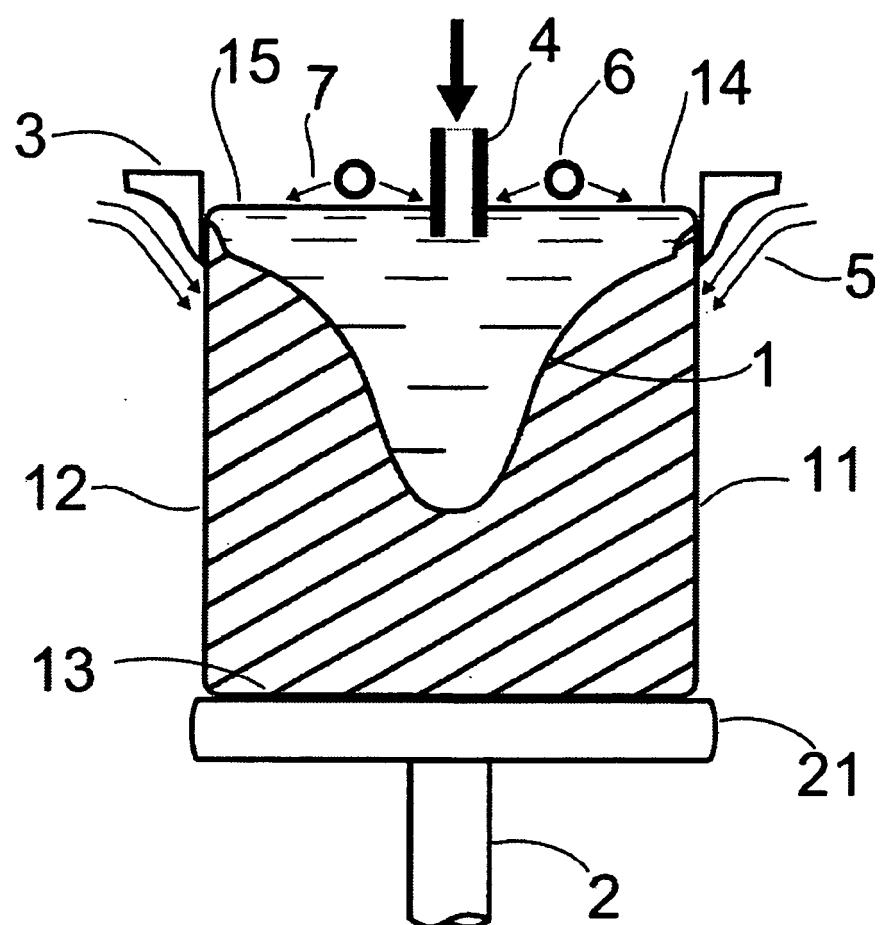


Fig. 3

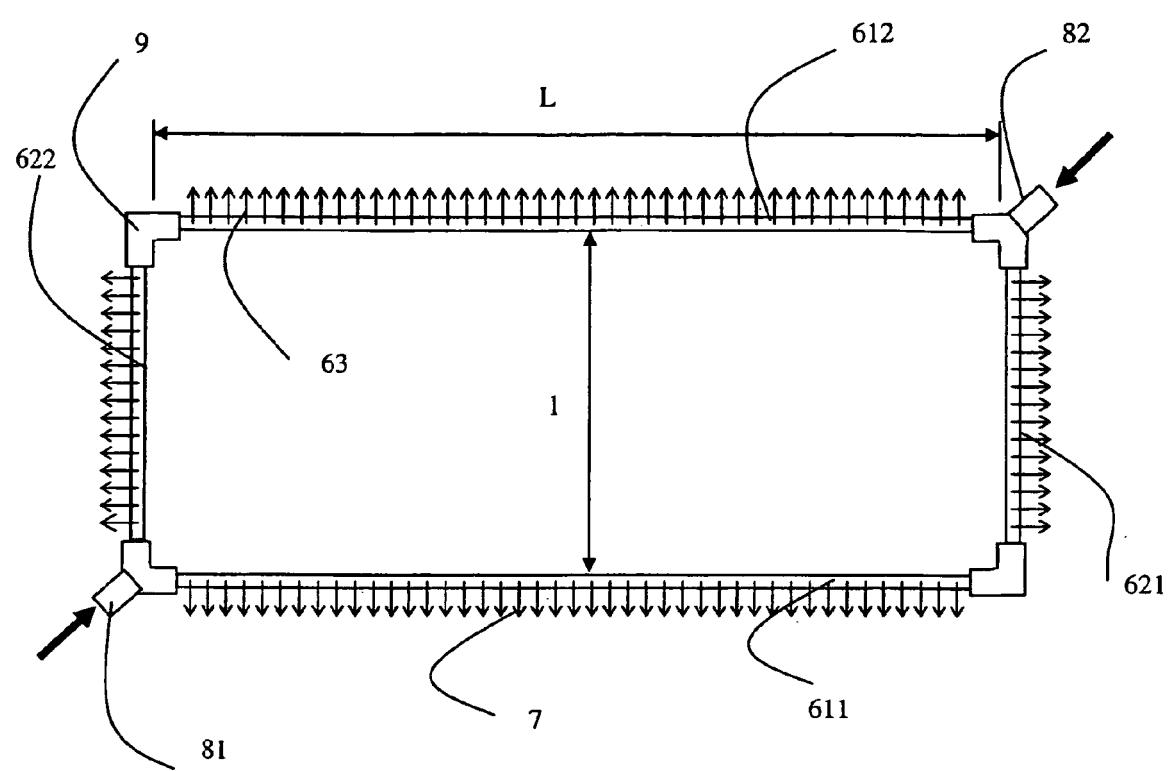
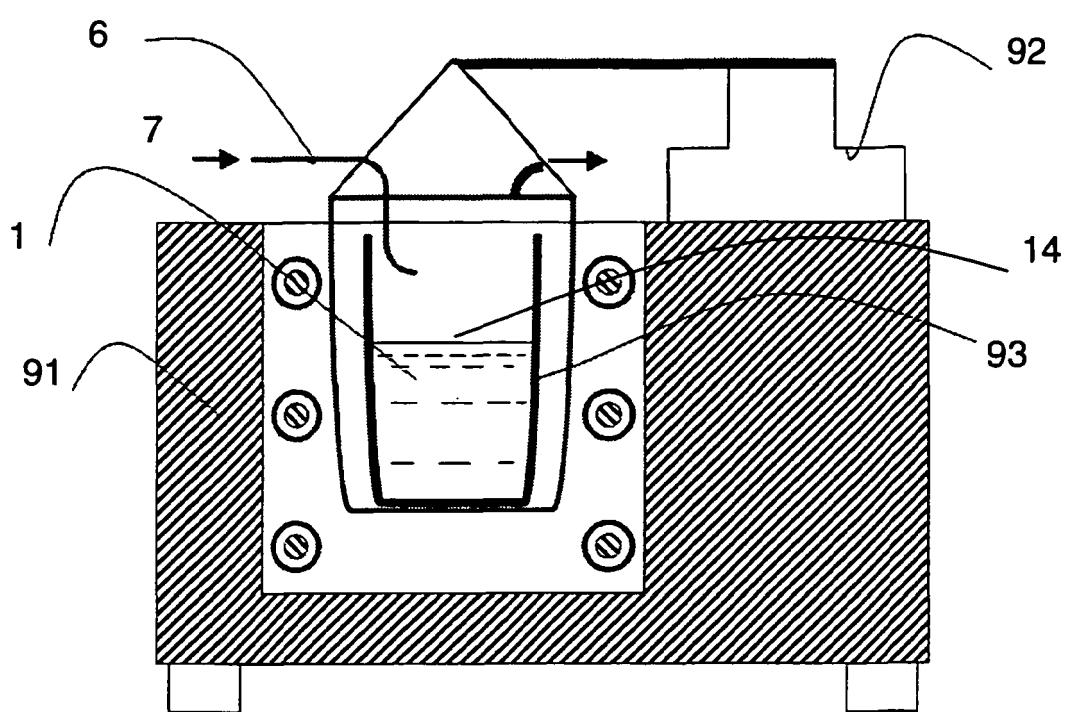


Fig. 4



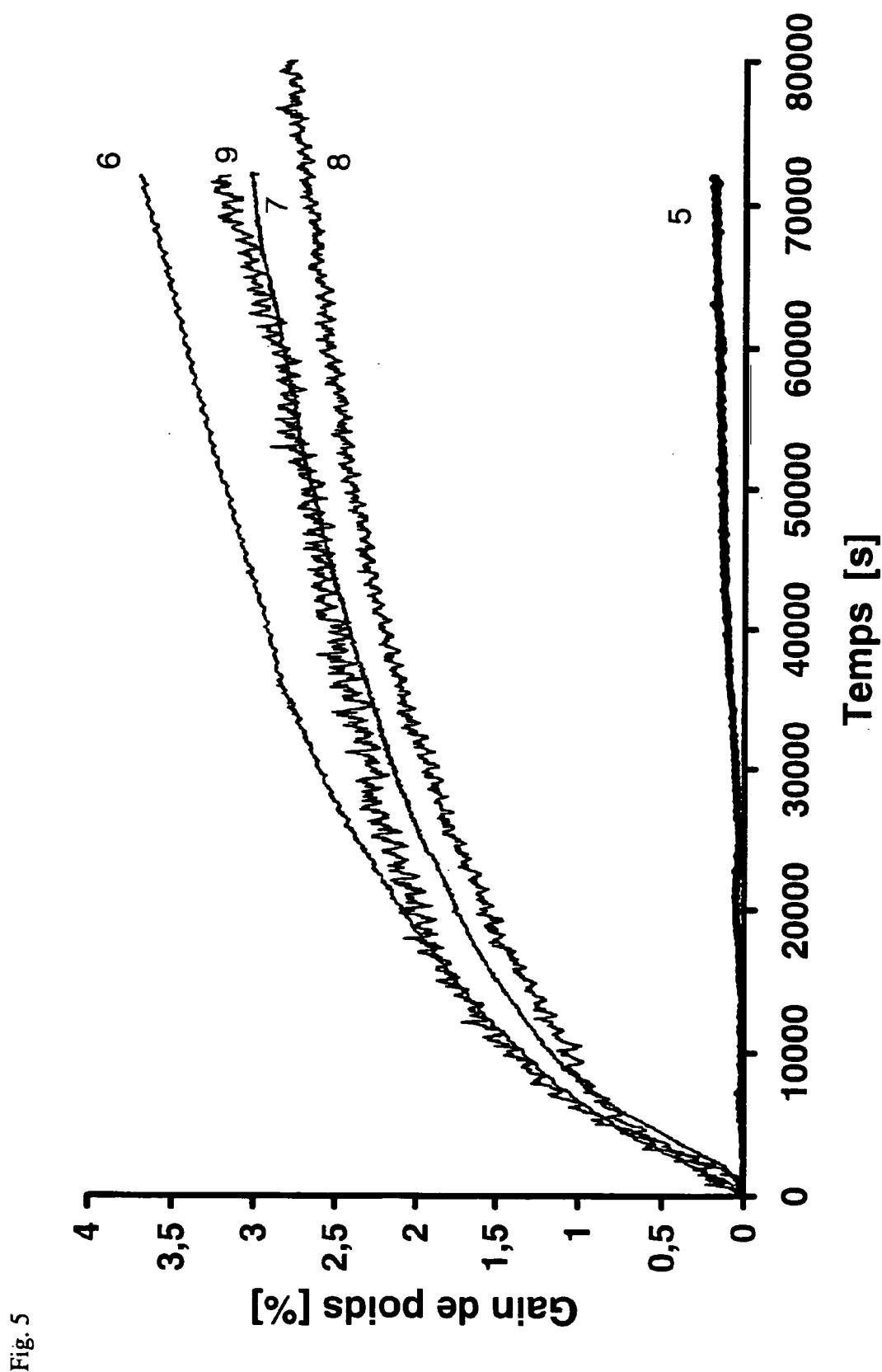


Fig. 5

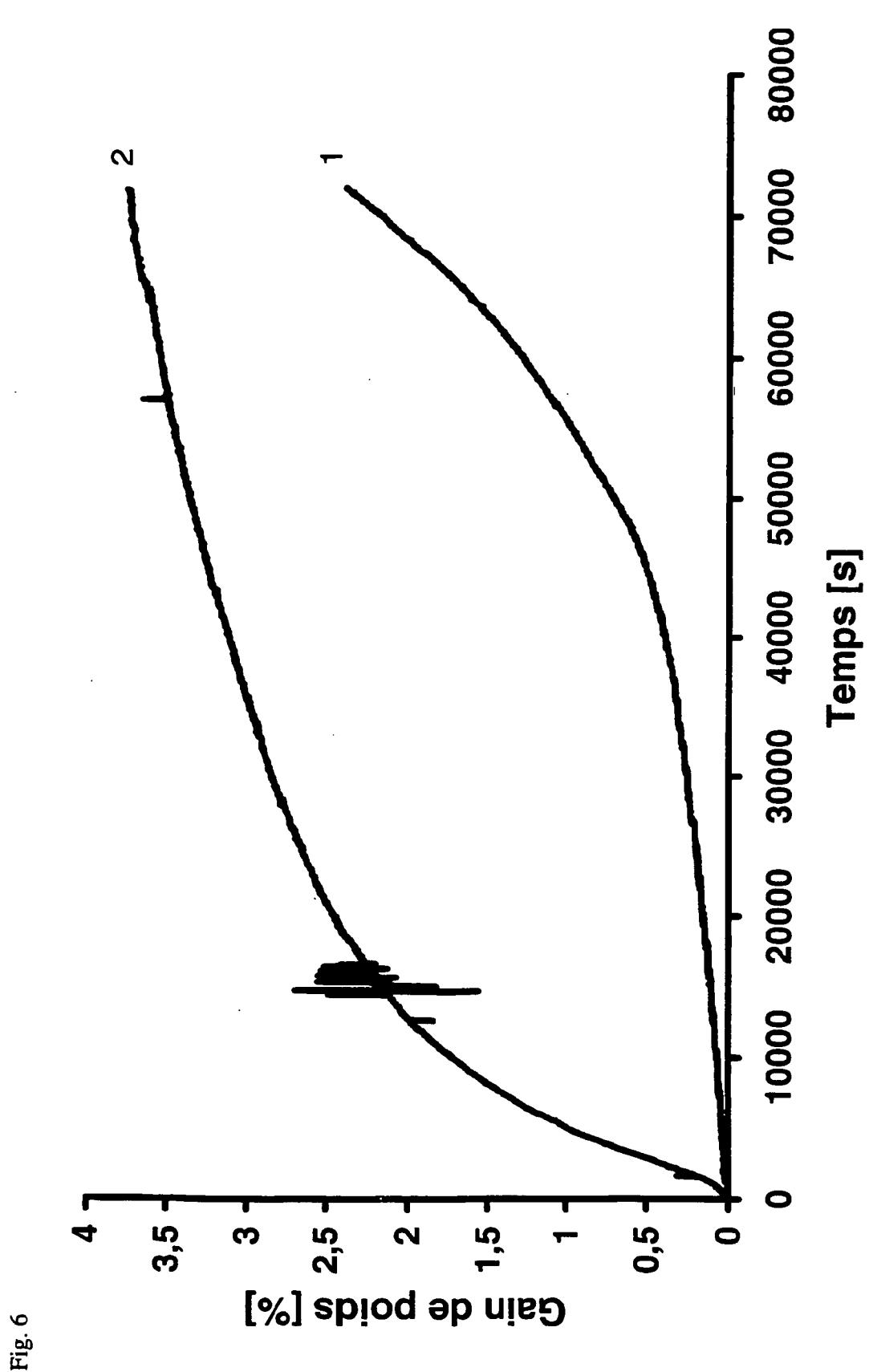


Fig. 6

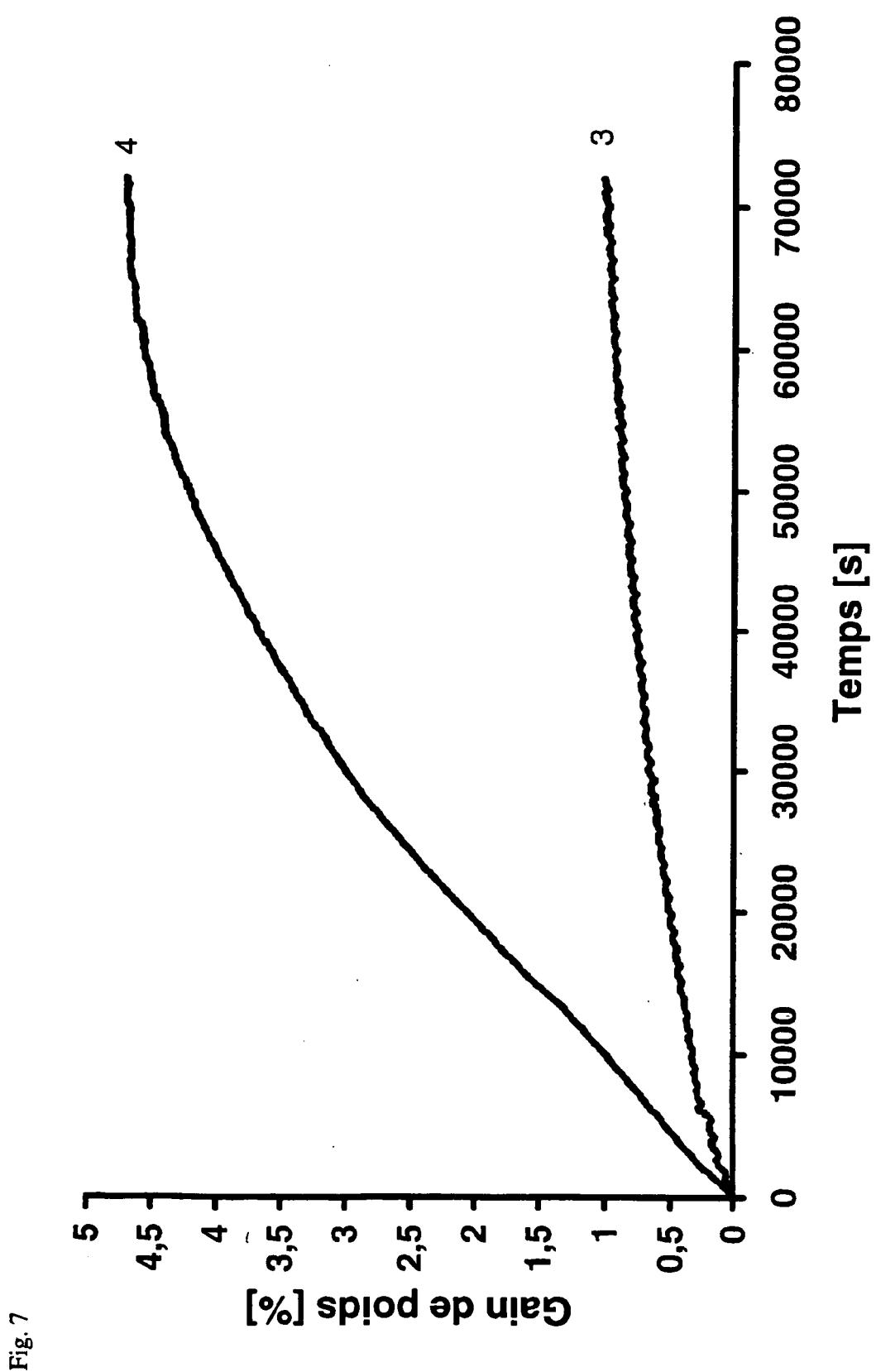


Fig. 7

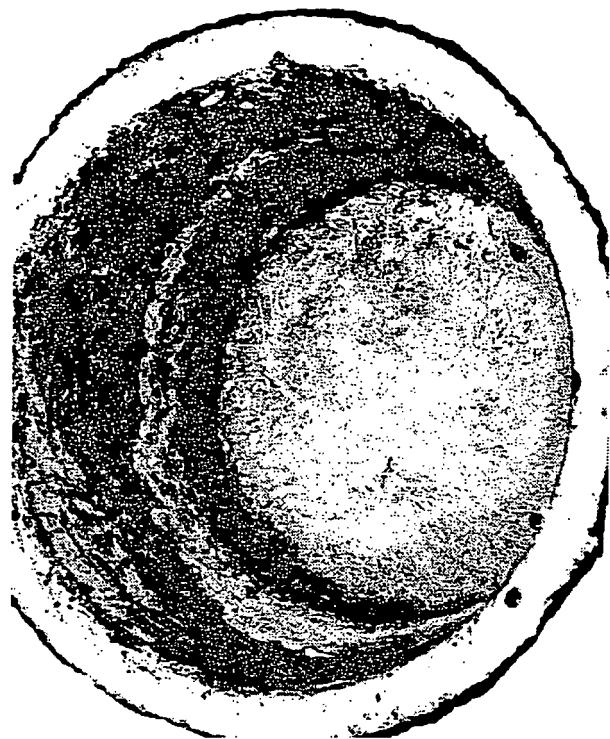


Fig. 8b



Fig. 8a

RÉFÉRENCES CITÉES DANS LA DESCRIPTION

Cette liste de références citées par le demandeur vise uniquement à aider le lecteur et ne fait pas partie du document de brevet européen. Même si le plus grand soin a été accordé à sa conception, des erreurs ou des omissions ne peuvent être exclues et l'OEB décline toute responsabilité à cet égard.

Documents brevets cités dans la description

- US 2336512 A **[0003]**
- WO 0230822 A **[0003]**
- US 4582118 A **[0004]**
- EP 0109170 A1 **[0004]**
- EP 1964628 A1 **[0004]**
- US 5415220 A **[0004]**
- US 7267158 B **[0004]**
- EP 0216393 A1 **[0004]**
- US 2005000677 A **[0005]**

Littérature non-brevet citée dans la description

- **C.N. COCHRAN ; D.L. BELITSKUS ; D.L. KINOSZ.**
Metallurgical Transcations B, 1977, vol. 8B, 323-331
[0004]