

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

②

N° 79 15485

⑤④ Procédé et dispositif de moulage de pièces en matière céramique fondue.

⑤① Classification internationale (Int. Cl.³). C 04 B 33/28; B 28 B 1/54.

②② Date de dépôt..... 18 juin 1979, à 11 h 43 mn.

③③ ③② ③① Priorité revendiquée :

④① Date de la mise à la disposition du
public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 2 du 9-1-1981.

⑦① Déposant : LE CLERC DE BUSSY Jacques, résidant en France.

⑦② Invention de :

⑦③ Titulaire : *Idem* ⑦①

⑦④ Mandataire :

La présente invention est relative à un procédé de moulage de pièces en matières céramiques fondues à haute température.

L'invention s'applique particulièrement à l'obtention de pièces obtenues à partir de matières céramiques qui sont liquides à une température supérieure à 1500°C, qui présentent un domaine de fusion pâteuse limité ou une fusion franche, et qui cristallisent au cours du refroidissement. On peut citer, à titre d'exemples, la mullite formée de 70% en poids de Al_2O_3 environ et 30% de SiO_2 , qui fond vers 1800-1850°, et certains réfractaires à base de $SiO_2-Al_2O_3-ZrO_2$ qui fondent vers 1750°C.

Ces matières céramiques fondues à haute température, à base de divers oxydes tels que l'alumine, la silice, la magnésie, la zircone, etc... se distinguent par une remarquable résistance à la pression et ou à l'abrasion, ainsi que par leurs propriétés réfractaires.

Toutefois, l'obtention industrielle de produits fondus à des températures dépassant 2000°C exige, pour être rentable, l'emploi de fours de capacité relativement importante, et, actuellement, on coule les matières céramiques fondues en grosses masses, par exemple 0,60 x 1 x 2 mètres, qui sont ensuite découpées pour donner les pièces de la forme et la dimension désirées. Ces gros blocs ont l'avantage de permettre sans difficulté un refroidissement lent qui aboutit à une cristallisation convenable, mais, en raison précisément des caractéristiques mécaniques du produit, le découpage ultérieur est une opération longue, pénible et coûteuse en matériel et en énergie. Pour cette raison, les pièces de petites dimensions en matière céramique fondue à haute température, et surtout celles qui sont de forme compliquée, sont encore peu répandues.

On pourrait évidemment penser à obtenir de telles pièces par moulage direct, mais on se heurte à des difficultés qui tiennent à la matière dont doit être fait le moule; en raison des températures de coulée et de la matière chimique des substances à mouler, on doit utiliser un sable siliceux ou analogue, aggloméré avec un liant non réducteur, c'est-à-dire non organique, par exemple du silicate de sodium, et le moule doit être entouré de matière thermiquement isolante. On

obtient ainsi des moules de faible tenue mécanique, et qui résistent mal à une coulée directe, avec remplissage du moule de haut en bas. Pour les mêmes raisons, une coulée en source de type classique avec un long chenal d'amenée de liquide
5 pose des difficultés, notamment à cause du refroidissement exagéré qui se produit dans le chenal.

Pour ces raisons, le moulage de petites pièces en matière céramique fondue à haute température n'est pas utilisé aujourd'hui.

10 La présente invention a pour but de fournir un procédé et un dispositif qui permettent l'obtention industrielle de pièces de matière céramique fondues à haute température, ces pièces étant de petites dimensions et, éventuellement, de forme compliquée.

15 Plus précisément, l'invention fournit un procédé de moulage de pièces en matières céramiques fondues, à partir d'un bain d'oxydes maintenu à l'état liquide dans un four et recouvert en permanence d'une couche de matière première pulvérulente. Ces fours sont les seuls fours utilisés actuellement, car la
20 couche de matière première pulvérulente qui surplombe le bain limite les déperditions d'énergie. Le four est normalement du type "à autogarnissage" c'est-à-dire que ses parois et son fond, en métal refroidi, sont séparés en permanence du liquide par une couche isolante et protectrice de matière céramique
25 solidifiée. Le chauffage est assuré, habituellement par passage de courant électrique à travers le bain ce courant étant amené par des électrodes plongeables dans la partie centrale du four, ces électrodes étant en métal réfractaire et inerte par rapport au bain.

30 Dans le procédé selon l'invention, on relie le vide intérieur du moule, par sa partie inférieure, à un conduit d'alimentation dirigé vers le bas et refroidi, on enlève la matière pulvérulente sur une zone limitée de la surface du bain en la chassant avec un jet de gaz dirigé de haut en bas, on descend
35 alors le conduit d'alimentation vers cette zone dépourvue de matière pulvérulente et on le fait pénétrer dans le bain liquide, puis on établit dans le moule une dépression qui provoque la montée du liquide du bain dans le conduit et dans le moule.

De préférence, on fait passer le jet de gaz par le conduit d'alimentation en créant une surpression dans le moule au cours des phases de l'opération qui précèdent l'établissement de la dépression.

Ainsi, le procédé concilie les avantages de la coulée directe, à savoir un conduit d'alimentation court et rectiligne, et ceux de la coulée en source, à savoir une arrivée paisible du liquide dans le moule, sans risque pour les parois du moule.

5 Le problème que pose la traversée de la matière pulvérulente qui surmonte le bain, et qui risquerait d'avoir pour conséquence l'entrée de matière non fondue dans le moule, est résolu par la surpression d'air comprimé.

10 Le conduit d'alimentation fait son trou dans la couche pulvérulente, qui se referme autour de lui pendant le moulage, ce qui limite au maximum les déperditions de chaleur.

On pourrait n'écartier le moule du four qu'après solidification du produit, ^{dans le moule} mais, pour limiter le temps d'immobilisation, il est préférable de ne pas attendre si longtemps. Dans
15 ce cas, on doit empêcher le produit de redescendre, et le moule de se vider. Cela peut être obtenu par un obturateur placé sur le canal d'alimentation, ou bien en maintenant la dépression pendant un temps convenable; toutefois, il est préférable d'opérer ainsi : en fin d'opération de remplissage du moule, on
20 laisse le produit se figer dans le canal d'alimentation, puis on soulève le moule, avec ledit canal, en dehors du four.

Il est à noter que le procédé permet, de façon extrêmement simple, l'obtention de corps creux, à paroi d'épaisseur constante ou variable; pour cela, on interrompt la dépression
25 dans le moule avant que le liquide soit figé dans le canal, si bien que le liquide en excès redescend dans le bain. Le produit s'est figé de façon quasi-instantanée au contact de la paroi du moule sur une certaine épaisseur, et seule ^{la} partie centrale, remplie de liquide, se vide. On peut obtenir ainsi des pièces
30 en forme de tube, de creuset, etc....

En faisant varier les caractéristiques thermiques des parois du moule, on peut faire varier localement l'épaisseur des parois.

35 Le dispositif pour la mise en oeuvre du procédé de l'invention va être décrit en s'aidant d'un exemple non limitatif de réalisation selon l'invention, illustré par les figures parmi lesquelles :

Fig.1 est une vue d'ensemble du moule, en coupe axiale;

Fig.2 est une vue de détail du canal d'alimentation, en coupe axiale.

Le moule proprement dit 1 est en sable de silice aggloméré au silicate de sodium.

5 Dans l'exemple décrit, on a utilisé un sable ayant une granulométrie de 50 à 120 micromètres, aggloméré avec environ 3% de silicate de sodium, auquel on ajoute, avant la mise en oeuvre, environ 5 à 6% d'un durcisseur organique du commerce. Les moules obtenus, après cuisson à 400-500°C, ont une porosité de 10 35 à 43% environ, en volume. Il est clair que la granulométrie du sable, la nature, le taux du liant et l'épaisseur du moule dépendent de la matière première réfractaire utilisée et de la matière du produit qu'on désire obtenir. En tous cas, il est 15 généralement préférable de prévoir que le moule soit armé d'un grillage métallique extérieur de façon à lui permettre de résister à la pression hydrostatique. Une base 2, du même matériau, contient une partie de raccordement 3 qui relie le vide intérieur du moule 1 à celui du canal d'alimentation 4. Un couvercle 20 de moule 5 contient une cavité 6, qui communique avec le vide intérieur du moule et qui est destinée à servir de masselotte. L'ensemble est soutenu par une virole métallique 7, avec interposition d'une couche épaisse de kieselguhr 8, destinée à servir d'isolant thermique et à procurer un refroidissement aussi lent qu'on le désire.

25 Un ressort 9 maintient en appui constant les uns sur les autres le couvercle 5, le moule proprement dit 1 et la base 2.

La virole 7 est placée à l'intérieur d'une cloche démontable 10 constituant une enceinte fermée et étanche, reliée 30 par une canalisation 11 à une source de vide et de pression de gaz, non représentée. On a constaté que la perméabilité du moule est suffisante pour que la pression à l'intérieur du moule suive fidèlement les variations de pression dans la cloche 10.

La figure 2 décrit plus en détail le canal d'alimentation ou "suceur" 4.

35 Celui-ci, dans sa partie principale, est formé d'un tube de cuivre 12, percé d'un alésage tronconique axial qui s'élargit vers le haut. Un second tube concentrique 13 délimite avec le tube 12 une chambre à eau 14 divisée en deux parties

concentriques par une cloison cylindrique 15 qui ne descend pas jusqu'en bas de la chambre. Les deux parties de la chambre à eau sont respectivement reliées à un conduit d'amenée 16 et un conduit d'évacuation 17 de l'eau de refroidissement. L'ensemble de ces pièces est en cuivre. Le "suceur" 5 est maintenu par un support 18, fixé sur la base de la cloche 10, par l'intermédiaire de ressorts 19, qui le pressent vers le haut contre la base 2 du moule, de façon à empêcher les sorties deliquide. Un joint souple 20 relie la base 2 de la cloche 10 avec le tube 12, si bien que la cloche et le tube constituent un ensemble étanche aux gaz, sans autre orifice que le tube 11 et l'alésage du tube 12 du suceur.

Le nez du suceur est une pièce annulaire 21 en molybdène qui se visse dans le tube 13 pour venir en appui sur le 15 tube 12. Elle présente un alésage intérieur 22 qui est tronconique et s'élargit vers le bas, son diamètre le plus faible est légèrement inférieur à celui du tube 12 à l'endroit du contact, et la pièce 21 présente à cet endroit un bord aigu. La raison de cette disposition est la suivante: après la sortie du suceur 20 hors du bain, il se forme une masse solidifiée qui comprend la matière qui se trouve dans le tube 12 et le nez 21, ainsi qu'une certaine quantité de matière qui s'épanouit sur l'extrémité inférieure du nez. L'enlèvement de cette masse solidifiée du suceur poserait des difficultés, car elle est solidaire d'une 25 part de la pièce moulée, et d'autre part de la matière qui s'épanouit à l'entrée du nez. Ces difficultés sont résolues par la disposition décrite: la forme de la pièce 21 crée, à l'endroit de sa jonction avec le tube 12, une amorce de rupture au point le plus étroit de la masse solidifiée, et celle-ci se rompt à cet 30 endroit lors du dévissage de la pièce 21; les deux tronçons peuvent alors être facilement séparés du suceur et de son nez du fait de la conicité de ces pièces.

A titre d'exemple, on a utilisé des suceurs dont le diamètre minimal était de 20 ou 25 mm pour la mullite et de 35 17 mm pour un réfractaire à base de silice-alumine-zircone.

Il est clair que le choix d'une forme appropriée pour le suceur dépend, notamment, des propriétés physiques du matériau fondu, telles que sa viscosité.

Le mode opératoire est le suivant: le moule 1 est préparé avec son armature en grillage, puis mis en place dans la virole 7, avec sa base 2 et son couvercle 5. La virole est ensuite mise en place dans la cloche 10 dans laquelle le conduit d'alimentation 4 est déjà en place. Les différentes pièces du moule et le conduit 4 sont alors serrés les uns contre les autres par l'action des ressorts 9 et 19. La cloche est alors suspendue par une chaîne 23 dans laquelle est intercalé un peson 24, et on envoie, par l'intermédiaire de la conduite 11, un léger débit d'air dans la cloche. Cet air passe à travers le moule et sort par le suceur 4. On abaisse alors l'ensemble vers le bain de produit fondu 25, qui se trouve dans un four électrique de type classique. Le débit d'air chasse la matière pulvérulente 26 qui surplombe le bain, mettant à nu la surface du bain sur une zone de faible étendue, puis le nez pénètre dans le bain lui-même.

A partir de ce moment, le débit d'air est interrompu ce qui peut facilement être contrôlé avec un débit-mètre (non représenté) placé sur la conduite 11. La matière pulvérulente s'étale pour revenir jusqu'au contact du suceur, limitant ainsi les déperditions thermiques.

La profondeur d'enfoncement du nez du suceur doit être suffisante pour atteindre une zone où le bain est homogène et sans bulles, et pour empêcher toute aspiration d'air au cours du remplissage du moule. Cependant, le suceur ne doit pas être enfoncé trop profondément pour éviter un refroidissement local exagéré du bain.

Ensuite, la pression est retirée et la conduite 11 est reliée à la source d'aspiration, ces opérations se faisant de façon très progressive. La dépression finale doit être telle que le bain liquide remonte au moins jusqu'au sommet de la cavité 6, pour constituer la masselotte. Une dépression inférieure entraînerait un remplissage imparfait, mais une dépression plus forte, de même qu'une dépression introduite trop brusquement, peut entraîner le soulèvement du couvercle 5 par le liquide, en opposition au ressort 9.

Une fois le moule 1 rempli, il suffit de maintenir l'ensemble en place pendant quelques instants et sous dépression pour que le liquide se fige dans le conduit

d'alimentation 4. On a en effet constaté que ce figeage ne se produit pas tant que le liquide circule dans ce conduit pour remplir le moule, mais qu'il s'y solidifie avec une grande vitesse, variable cependant selon les produits, dès que la
5 circulation est interrompue. Le remplissage du moule est constaté de façon sensible par le peson 24, qui donne le poids de l'ensemble de la cloche du moule et du produit qui le remplit. On notera que le contrôle du débit d'air à travers la conduite
10 11 serait trop peu précis en raison de l'échauffement progressif de l'air qui se trouve dans la porosité du moule et du kieselguhr.

Une fois le moule rempli et le liquide figé dans le suceur, la cloche est élevée au-dessus du bain puis entraînée à l'écart du four. Pendant cette période, il peut être avantageux,
15 s'il y a risque de formation de mélanges gazeux explosifs dans la cloche (par exemple si le moule contient des matières organiques provenant du liant), de prévoir un balayage continu de celle-ci. Cela peut être obtenu en maintenant la dépression jusqu'au démontage de la cloche et en prévoyant dans
20 la paroi de la cloche un ou plusieurs passages d'air calibrés, assurant une circulation d'air avec un débit et une répartition convenables. Cet orifice peut être muni à cette fin d'un clapet taré. Le nez 21 est dévissé, et la cloche 10 est ouverte. On en extrait vers le haut la virole 10 qui contient le moule 1
25 auquel reste accrochée une tige tronconique de matière qui s'est solidifiée dans l'alésage du tube. On laisse refroidir le moule jusqu'à solidification complète et retour à une température permettant son démontage, cependant que la cloche peut être chargée avec une autre virole contenant un autre
30 moule pour une nouvelle opération.

Si l'on désire faire un produit creux, on peut utiliser le même matériel; toutefois, la cavité 6 du couvercle, qui est destinée à former une masselotte, n'est plus nécessaire et le couvercle 5 peut, éventuellement, être supprimé pour faciliter
35 la redescente du liquide. On opère de la même manière que ci-dessus; toutefois, on interrompt la dépression après le remplissage du moule à la hauteur voulue mais avant la solidification du matériau dans le suceur. Le liquide s'écoule alors vers le bain,

en laissant une couche solidifiée d'une épaisseur qui peut être déterminée avec précision par des essais préalables fixant la durée de séjour du liquide dans le moule.

5 Si le produit a tendance à se figer rapidement dans le suceur, on peut combattre cette tendance par des alternances de pression et dépression qui s'opposent à la stagnation du liquide. Le même procédé peut aussi être utilisé pour le cas où le produit présente un fort retrait à la solidification et où la masselotte 6 est insuffisante à réalimenter le moule.

10 Le liquide ne doit pas monter jusqu'au couvercle, si celui-ci est conservé, car il se formerait alors sur la surface intérieure de celui-ci une couche solidifiée, peu ou pas perméable, qui s'opposerait à l'interruption de la dépression, et donc à la redescente du liquide.

15 Suivant une autre modalité de l'invention, on obtient des objets creux de faible épaisseur en utilisant un suceur qui fonctionne à la façon d'un pulvérisateur à peinture; ce suceur comporte un alésage de faible diamètre pour le liquide et, en outre, de préférence, une entrée d'air, par exemple des ajutages
20 disposés de façon annulaire, et de débit contrôlé. On produit la dépression de façon très brusque et il se forme alors une pulvérisation du liquide sous forme de fines gouttelettes qui viennent revêtir la paroi du moule et s'y solidifier en couche mince.

-REVENDICATIONS-

1. Procédé de moulage de pièces en matière céramique fondue, à partir d'un bain d'oxydes maintenu à l'état liquide dans un four et recouvert en permanence d'une couche de matière première pulvérulente, caractérisé en ce qu'on relie le vide
5 intérieur du moule, par sa partie inférieure, à un conduit d'alimentation dirigé vers le bas, en ce qu'on enlève la matière pulvérulente sur une zone limitée de la surface du bain en la chassant avec un jet de gaz dirigé de haut en bas, on descend alors le conduit d'alimentation vers cette zone dépourvue de
10 matière pulvérulente et on le fait pénétrer dans le bain liquide, puis on établit dans le moule une dépression qui provoque la montée du liquide du bain dans le conduit et dans le moule.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on fait passer le jet de gaz par le conduit d'alimentation
15 en créant une surpression dans le moule au cours des phases de l'opération qui précèdent l'établissement de la dépression.

3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que, en fin d'opération de remplissage du moule, on laisse le produit se figer dans le canal d'alimentation, puis on soulève
20 le moule, avec ledit canal, en dehors du four.

4. Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, et permettant l'obtention de produits creux, caractérisé en ce qu'on interrompt la dépression dans le moule avant que le liquide soit figé dans le canal, si bien que le liquide en excès
25 redescend dans le bain.

5. Procédé selon la revendication 1 à 3, et permettant l'obtention de produits creux, caractérisé en ce qu'on prévoit un orifice de faible diamètre sur le conduit d'alimentation, et en ce que l'établissement de la dépression est fait de façon
30 brusque, si bien que le liquide est pulvérisé et projeté contre les parois du moule à partir dudit orifice.

6. Dispositif pour la mise en oeuvre du procédé selon les revendications 1 à 5, caractérisé en ce qu'il comprend un premier récipient étanche au gaz relié à une source de pression et de
35 dépression de gaz, contenant un second récipient, non étanche, contenant le moule et la matière isolante qui l'entoure, le moule et la matière isolante étant perméables au gaz, et en ce que le conduit d'alimentation, refroidi par une circulation de

liquide, communique avec l'intérieur du moule et traverse de façon étanche le premier récipient.

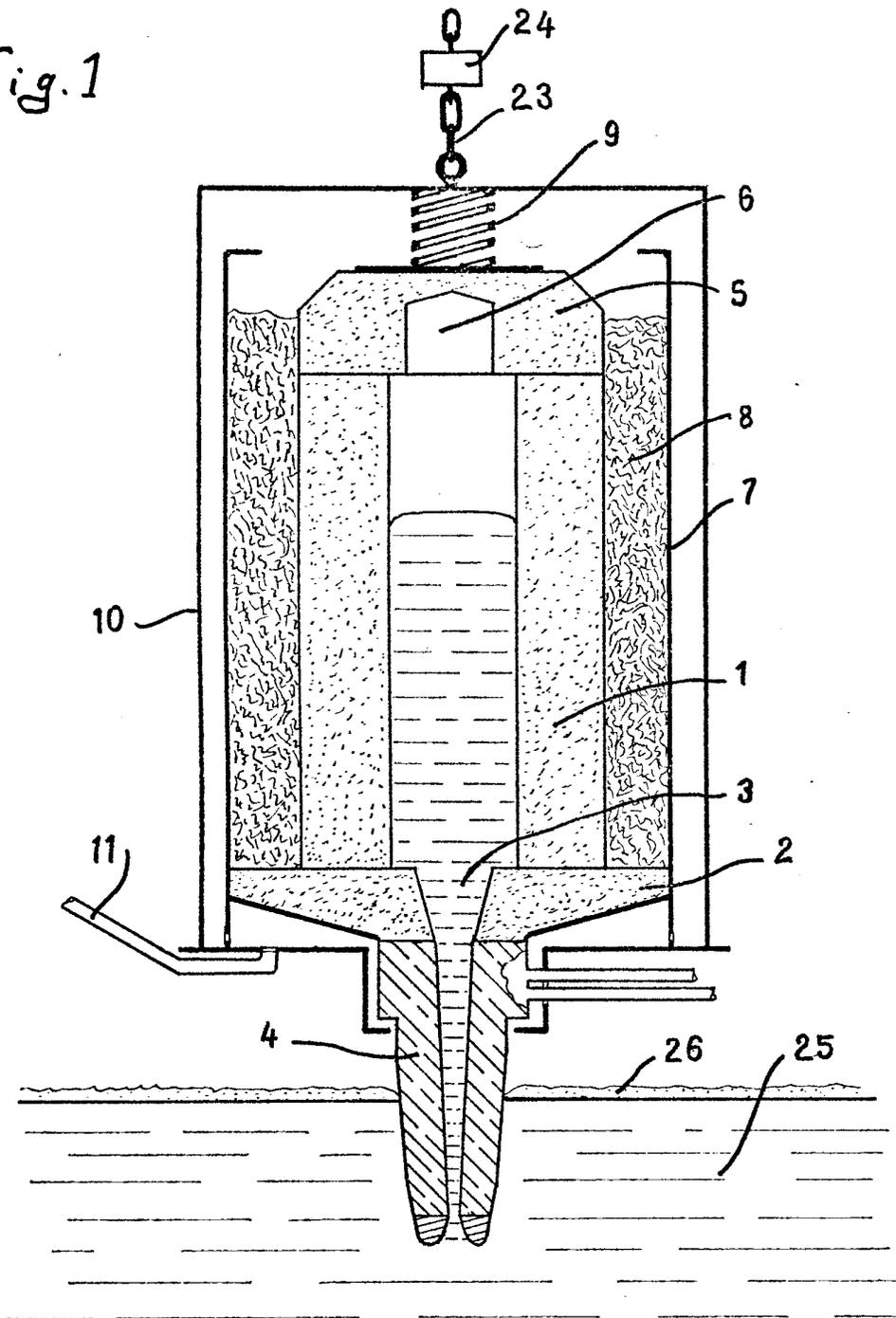
5 7. Dispositif selon la revendication 6, caractérisé en ce que des organes de pesée sont intercalés entre le premier et le second récipient et permettent de connaître le degré de remplissage du moule.

10 8. Dispositif selon la revendication 6 ou 7, caractérisé en ce que le conduit d'amenée est formé de deux pièces démontables, ayant des sections intérieures tronconiques, la jonction des deux pièces se trouvant dans le plan de section minimale de conduit, si bien que le démontage de ces deux pièces permet de briser le culot figé dans le conduit en deux parties qui peuvent aisément être enlevées des pièces correspondantes.

15 9. Dispositif selon l'une des revendications 6 à 8, caractérisé en ce que des moyens sont prévus pour créer un balayage gazeux dans le premier récipient même après le remplissage du moule.

20 10. Dispositif selon l'une des revendications 6 à 9, caractérisé en ce que le moule et le conduit d'amenée sont maintenus en appui l'un sur l'autre par des ressorts.

Fig. 1



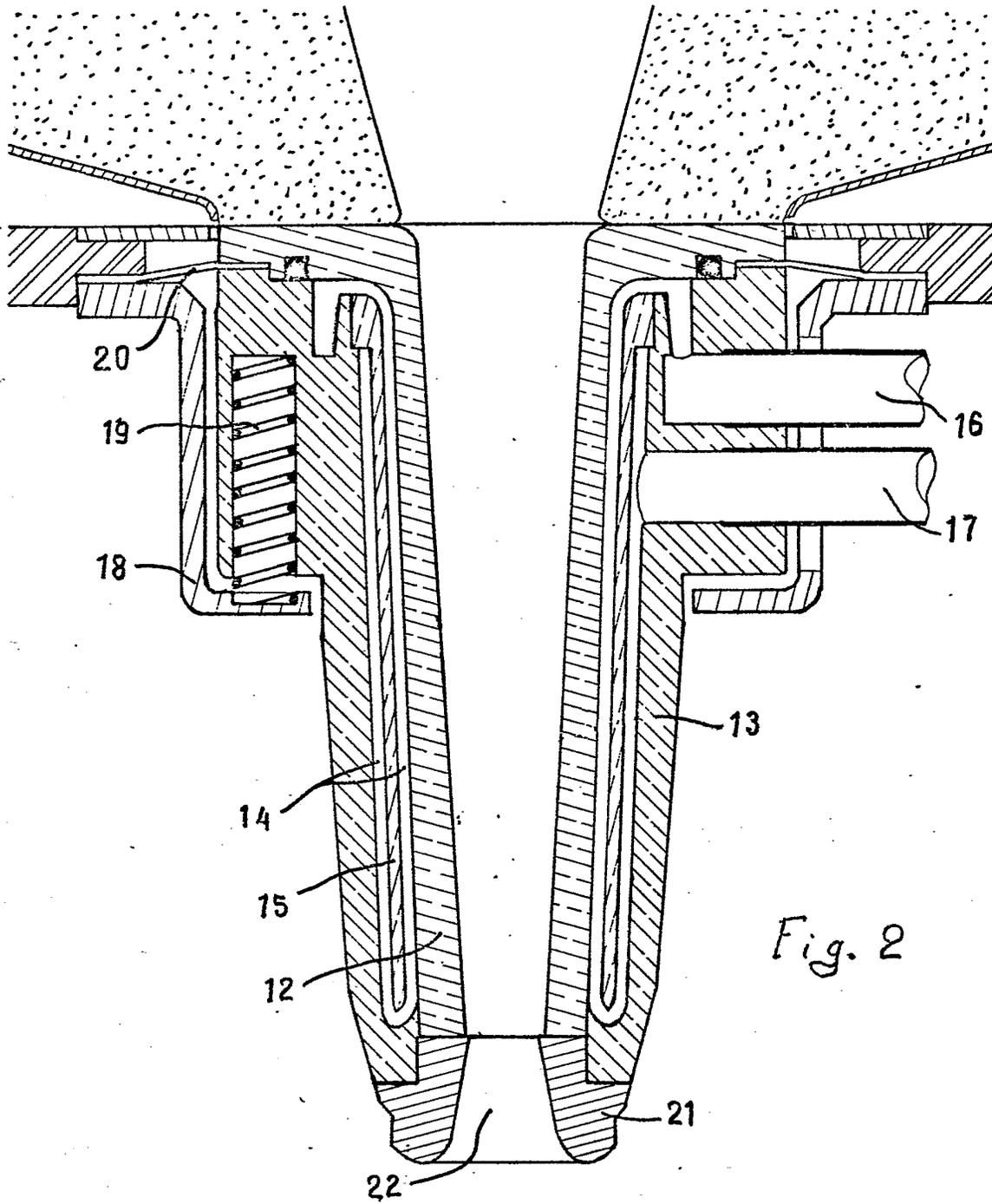


Fig. 2