

⑫

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

⑭ Date de dépôt : 11.05.94.

⑮ Priorité : 14.05.93 NO 931784.

⑯ Date de la mise à disposition du public de la demande : 25.11.94 Bulletin 94/47.

⑰ Liste des documents cités dans le rapport de recherche préliminaire : *Ce dernier n'a pas été établi à la date de publication de la demande.*

⑱ Références à d'autres documents nationaux apparentés :

⑴ Demandeur(s) : Société dite: NORSK HYDRO A.S. — NO.

⑵ Inventeur(s) : Saxena Surendra K.

⑶ Titulaire(s) :

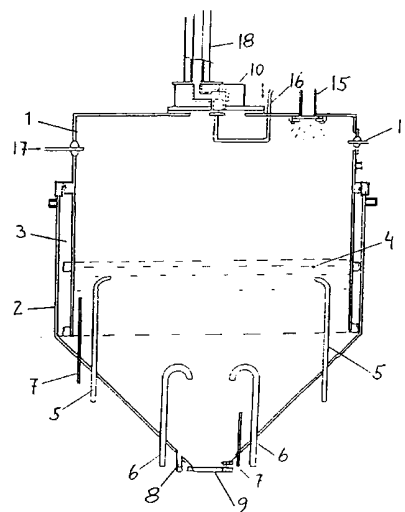
⑷ Mandataire : Simonnot Bernard, Cabinet Simonnot.

⑸ Procédé et appareil de fabrication de granulés d'un métal réactif.

⑹ L'invention concerne la fabrication de granulés d'un métal réactif.

Elle se rapporte à un procédé dans lequel le métal fondu est transmis sous pression à une buse de granulation qui le chasse afin qu'il prenne un mouvement circulaire de vitesse croissante avant d'atteindre la sortie de la buse et se désintègre successivement en petits fragments et en gouttelettes qui se refroidissent sous forme de granulés dans une chambre de granulation (1, 2). Les petits fragments liquides et les gouttelettes se forment dans une atmosphère de gaz inactif dans un ensemble fermé, puis se solidifient et sont refroidis dans un bain de refroidissement non oxydant.

Application à la fabrication de granulés de magnésium et de ses alliages.



La présente invention concerne un procédé et un appareil de fabrication de particules et de granulés de métaux réactifs, notamment de magnésium et d'alliages de magnésium, ayant une affinité extrêmement grande vis-à-vis de l'oxygène et une pression de vapeur appréciable aux températures normales de granulation. Cependant, le procédé convient à la production de granulés de tous les métaux réactifs ayant une certaine pression de vapeur, par exemple l'aluminium, le zinc et le calcium.

Il existe déjà un certain nombre de procédés connus pour la production de particules métalliques. Suivant l'application finale et la dimension particulaire du produit final, les procédés peuvent être rangés en deux catégories principales, les procédés d'atomisation et les procédés de granulation.

I. Procédés d'atomisation

Au cours d'un tel procédé, une poudre d'un métal réactif est produite par atomisation d'un courant d'un métal fondu avec des agents d'atomisation tels qu'un gaz inerte ou un liquide à pression élevée. L'agent d'atomisation, grâce à des buses spéciales placées autour du courant de métal, vient frapper le métal avec une pression si élevée que l'ensemble du courant métallique, de la surface jusqu'au centre, se désintègre en fragments de petite dimension. En conséquence, les procédés d'atomisation donnent toujours des particules métalliques extrêmement fines de diverses fractions granulométriques, toutes les particules ayant habituellement une dimension inférieure à 0,350 mm.

La fabrication de poudres de métaux réactifs par atomisation pose plusieurs problèmes. Une grande quantité de gaz inerte nécessaire à l'atomisation, tel que l'argon et/ou l'hélium, rend le produit trop coûteux pour pouvoir être utilisé couramment. Par ailleurs, étant donné la pression de vapeur raisonnable des métaux réactifs tels que le magnésium, l'opération d'atomisation donne une grande quantité d'une matière pyrophore dont la manutention est

très difficile. En outre, les métaux réactifs tels que le magnésium et le calcium réagissent avec l'oxygène, le soufre et les molécules de vapeur d'eau ou les groupes OH et d'autres impuretés présentes dans le réactif d'atomisation, même à faible concentration, et posent des problèmes. Lors de l'utilisation d'un agent liquide d'atomisation, les particules métalliques résultantes ont une forme ou configuration irrégulière qui convient à la métallurgie des poudres pour la fabrication d'articles frittés et/ou forgés. Ces poudres cependant ont une très mauvaise fluidité et elles posent des problèmes dans les opérations mettant en oeuvre la technologie d'injection des poudres.

Les procédés d'atomisation sont limités à la fabrication de petites quantités de poudres métalliques étant donné que le débit de production dépend du diamètre du courant métallique qui est habituellement faible. Ainsi, la désintégration complète d'un courant relativement épais de métal en fragments extrêmement fins par atomisation est très difficile et peut créer des conditions dangereuses. En pratique, lorsque la surface spécifique ou les propriétés de surface d'une poudre métallique ont une grande importance, la poudre est préparée par le procédé d'atomisation.

II. Procédés de granulation

Les procédés et appareils classiques de production de granulés d'un métal réactif et/ou d'alliages métalliques donnent des particules relativement grosses, la plupart dans la plage granulométrique comprise entre 0,2 et 1,0 mm et contenant environ 90 % de particules de dimension supérieure à 0,5 mm. Les procédés peuvent donner des particules ou granulés métalliques de dimension granulométrique encore plus grande, mais l'appareil devient alors très volumineux.

Dans les procédés classiques, le courant du métal fondu (par exemple le magnésium) avance verticalement en descendant vers une buse placée à la partie supérieure de la chambre de granulation. La buse désintègre le courant en plusieurs petites gouttelettes qui se solidifient sous

forme de granulés métalliques dans une atmosphère inerte d'hélium ou d'argon (dans le cas du magnésium) à l'intérieur de la chambre de granulation. Comme les gouttelettes métalliques se refroidissent dans un gaz inerte ayant des propriétés de refroidissement normalement très réduites, les chambres de granulation sont relativement hautes. Par ailleurs, la gouttelette de liquide, si elle ne se solidifie pas totalement, ne peut pas supporter le choc à la chute au fond de la chambre. On sait qu'une gouttelette de magnésium ayant un diamètre pouvant atteindre 1 mm nécessite une chambre de granulation d'environ 7 m de hauteur, et cette valeur est habituellement peu commode. Ce problème est surtout sévère lors de la production des granulés métalliques de grande dimension. Des gouttelettes de magnésium de 2 mm de diamètre nécessitent une chambre dont la hauteur est d'environ 21 m.

On a mis au point, pour résoudre ce problème, un appareil dans lequel le magnésium fondu est poussé vers le haut dans la buse, comme décrit dans la demande de brevet britannique n° 2 240 553. Cette opération provoque une désintégration par la buse de gouttelettes métalliques projetées vers le haut dans la chambre. Le résultat est que la gouttelette suit un trajet bien plus loin avant d'atteindre le fond du réservoir de granulation. En conséquence, la hauteur de la chambre peut être réduite dans une certaine mesure. Cependant, lors de la fabrication de granulés de magnésium métallique de dimension relativement grande, supérieure à 1,0 mm, une chambre, même mettant en oeuvre ce procédé, a une hauteur trop grande pour être commode.

L'utilisation d'un gaz inerte comme fluide de refroidissement permet aux gouttelettes métalliques de prendre une configuration sphérique, étant donné les effets de la tension superficielle. Les granulés sphériques du métal réactif ayant la plus petite surface spécifique ont de très bonnes propriétés d'écoulement et sont souhaitables dans les procédés mettant en oeuvre l'injection d'une

poudre. Cependant, l'utilisation d'un tel matériau dans la métallurgie des poudres ou dans des opérations dans lesquelles les forces de compression sont appliquées, présente un inconvénient car le produit a de mauvaises propriétés de formabilité à froid et donne donc des articles frittés de résistance mécanique relativement faible.

L'utilisation d'un gaz inerte comme fluide de refroidissement pose les problèmes supplémentaires suivants.

10 1) Comme la totalité en pratique du gaz inerte a une faible chaleur spécifique et une faible masse volumique, il en faut de grandes quantités dont le coût est considérable.

 2) Lors de la fabrication de granulés de magnésium ou d'alliages de magnésium, ayant une pression de vapeur du magnésium à la température de granulation, l'utilisation d'un gaz inerte provoque une plus grande diffusion du magnésium métallique. Ceci est dû au fait que la pression partielle du magnésium dans le gaz inerte est pratiquement nulle. Ceci provoque alors finalement une vaporisation excessive du magnésium qui, en l'absence de l'oxygène nécessaire, forme du magnésium pyrophore qui est extrêmement dangereux et nécessite des conditions de manutention très sévères.

 3) En pratique, tous les gaz inertes contiennent une certaine quantité d'oxygène comme impureté. Normalement, cet oxygène ne pose aucun problème important. Cependant, comme il faut une quantité de gaz inerte extrêmement grande comme fluide de refroidissement dans le procédé classique de fabrication de granulés d'un métal réactif, une proportion considérablement plus grande d'oxygène, provenant de l'oxygène du gaz inerte, vient au contact du métal réactif fondu. Sur la base d'expériences réalisées au cours du travail de fabrication de granulés de magnésium à partir de métal fondu, on a noté que l'oxygène réagissait avec le magnésium liquide à proximité de la buse de granulation et perturbait le courant sortant du magnésium liquide. Si l'ouverture de la buse est réduite, la réaction précitée

d'oxydation peut limiter en pratique l'ouverture de la buse d'une manière si importante qu'il devient nécessaire d'interrompre l'opération de granulation.

L'invention a pour objet un procédé et un appareil
5 de production en grande quantité et de manière peu coûteuse, à l'échelle industrielle, de granulés d'un métal réactif, en particulier de magnésium et d'alliages de magnésium, sans la plupart des restrictions précitées de la technique antérieure appliquées au procédé de granulation
10 d'un métal réactif.

Le procédé et l'appareil selon l'invention, décrits dans la suite, correspondent à ces objets.

Les granulés d'un métal réactif, en particulier de magnésium et/ou d'alliages de magnésium, sont directement
15 produits à partir du métal fondu. Celui-ci est transmis sous pression à une buse de granulation qui chasse le métal afin qu'il ait un mouvement circulaire de vitesse croissante avant d'atteindre la sortie de la buse et se désintègre successivement en petits fragments et gouttelettes.
20 Ces fragments et gouttelettes se forment dans une atmosphère de gaz inactif dans un ensemble fermé et sont ensuite solidifiés et refroidis dans un bain de refroidissement non oxydant, dans une chambre de granulation. Il est préférable que le métal soit transmis à une buse de granu-
25 lation qui comprend une chambre de tourbillonnement dans laquelle le métal pénètre tangentiellement et prend progressivement une vitesse de rotation de plus en plus grande avant de quitter la sortie avec un diagramme de pulvérisation de forme conique creuse.

30 Le métal est transmis à la buse à une pression comprise entre 1,2 et 4 bar, de préférence entre 1,5 et 3,5 bar. La température de la buse de granulation est maintenue entre 500 et 850 °C pendant la granulation. Il est possible de faire varier la hauteur de l'ensemble fermé
35 lorsque les fragments et gouttelettes de métal liquide sont formés. Il est préférable d'utiliser de l'argon ou de l'hélium comme gaz inactif dans l'ensemble fermé. Il est

aussi possible d'utiliser un autre gaz inerte ayant une concentration extrêmement faible d'oxygène et/ou d'autres vapeurs. La pression dans l'ensemble fermé est de préférence maintenue au voisinage de la pression atmosphérique.

5 Il est préférable d'utiliser, comme bain de refroidissement, une huile non polaire, et notamment une huile minérale. Le bain de refroidissement est agité constamment au cours de la granulation et il est maintenu entre 5 et 200 °C. Une certaine quantité du fluide de refroidissement
10 est retirée du bain, refroidie à l'extérieur et renvoyée dans la chambre inférieure par l'intermédiaire des buses d'injection d'huile. Il est préférable de pulvériser les parois supérieures de la chambre de granulation avant et après l'opération de granulation avec un fluide inerte et
15 non oxydant de refroidissement, de préférence une huile.

L'appareil selon l'invention comporte une chambre de granulation constituée de deux réservoirs circulaires, un réservoir retourné placé à la partie supérieure ayant un diamètre un peu inférieur à celui du réservoir inférieur
20 afin qu'il puisse se déplacer en direction verticale à l'intérieur du réservoir externe inférieur. Les deux tronçons sont construits afin qu'ils puissent être mis en coopération à plusieurs positions à l'aide d'un ensemble de blocage hermétique. Ainsi, la hauteur de la chambre de
25 granulation peut être ajustée au niveau voulu. La chambre de granulation est destinée à contenir un bain de refroidissement et elle est munie de buses d'injection destinées à provoquer l'agitation et le refroidissement du bain. Les buses sont destinées à pulvériser un liquide sur les parois
30 de la partie supérieure de la chambre afin que le magnésium pyrophore éventuel ne puisse pas adhérer à la paroi.

Il est préférable d'utiliser une buse de granulation qui a une chambre plus ou moins conique de tourbillonnement qui est retournée, sa partie de plus grand diamètre étant
35 alignée sur l'entrée de la buse, et ayant une entrée tangentielle débouchant dans la chambre de tourbillonnement. La chambre de buse est entourée par un dispositif

de préchauffage et un dispositif supplémentaire destiné à fermer et ouvrir le passage compris entre la buse et la chambre de granulation.

D'autres caractéristiques et avantages de l'invention ressortiront mieux de la description qui va suivre
5 d'exemples de réalisation, faite en référence aux dessins annexés sur lesquels :

la figure 1 est une coupe en élévation de la chambre de granulation ;

10 la figure 2 est une vue en plan de la chambre supérieure de granulation ; et

les figures 3A et 3B représentent respectivement une coupe en élévation et une coupe en plan de la partie supérieure de la buse de granulation utilisée au cours du
15 procédé selon l'invention.

La figure 1 représente l'appareil selon l'invention qui comporte une chambre de granulation constituée de deux réservoirs circulaires, un réservoir retourné 1 placé à la partie supérieure et un réservoir externe inférieur 2. Le
20 réservoir supérieur peut être soulevé et abaissé dans le réservoir inférieur. Les deux tronçons sont construits de manière qu'ils puissent être mis en coopération dans diverses positions avec un système hermétique 3 de blocage. Ainsi, la hauteur de la chambre de granulation peut être
25 ajustée au niveau voulu. La chambre peut être refroidie de tous les côtés par de l'eau ou une huile. La chambre de granulation est partiellement remplie d'une quantité prédéterminée d'huile 4. Le changement de la position de la chambre supérieure dans la chambre inférieure et l'introduction
30 d'une quantité voulue d'huile dans la chambre de granulation permet une régulation de la hauteur de l'espace formé au-dessus du bain d'huile à un niveau voulu.

Un certain nombre de buses 8 d'injection d'huile sont montées avec une disposition circulaire afin qu'elles
35 assurent le mélange et l'agitation ainsi que le refroidissement du bain d'huile dans le réservoir inférieur 2. Les buses peuvent être déplacées verticalement et peuvent aussi

être tournées afin qu'elles soient fixées suivant des angles particuliers ainsi qu'à des positions particulières dans le bain d'huile. Les buses d'injection peuvent être montées le cas échéant à la paroi supérieure ou latérale du réservoir supérieur. A la partie inférieure du réservoir inférieur 2, quelques tubes 6 de sortie d'huile, des tubes 7 de mesure de température, un ensemble 8 à tubes d'échantillonnage de granulés et un ensemble 9 à obturateur coulissant permettant l'extraction complète du contenu du réservoir inférieur, sont disposés.

Au cours du procédé de granulation du métal, une quantité prédéterminée d'huile est retirée des sorties 6. L'huile est refroidie dans un refroidisseur, à une température voulue, puis est renvoyée par pompage dans la chambre de granulation par l'intermédiaire des buses 5 d'injection d'huile. La température de l'huile dans la chambre inférieure peut être maintenue entre 5 et 200 °C. On utilise une huile non polaire, de préférence une huile minérale ayant de bonnes propriétés de refroidissement. Il est aussi possible d'utiliser un autre liquide non polaire de refroidissement qui est inerte vis-à-vis du métal.

Une ouverture placée à la partie supérieure centrale de la chambre supérieure est destinée au montage d'un ensemble contenant une buse 10 de granulation en son centre. La buse est fixée à son emplacement par un ensemble hermétique. Un certain nombre d'ouvertures sont placées tout autour de l'ensemble à buse dans la chambre supérieure, pour le montage d'un capteur 11 de pression, d'un organe 12 de réglage de niveau d'huile, d'une soupape 13 d'entrée d'argon, d'une soupape 14 de surpression, d'une fenêtre 15 d'observation, etc. Ces dispositifs sont mieux représentés sur la figure 2. La chambre peut être fermée et ouverte à volonté à l'aide d'un ensemble 16 de blocage qui peut être commandé depuis la partie supérieure du réservoir supérieur.

Quelques buses 17 de pulvérisation d'huile à la surface interne du réservoir ou de la chambre, destinées à

éviter l'adhérence de magnésium pyrophore éventuel à la paroi, sont montées sur la paroi latérale à la partie supérieure du réservoir supérieur retourné 1. Avant ouverture de la chambre de granulation après la production des
5 granulés d'un métal réactif, l'opération de pulvérisation d'huile est répétée pour la passivation du magnésium pyrophore. En conséquence, le danger de la présence de magnésium pyrophore éventuel, existant dans la technique antérieure, est pratiquement éliminé.

10 L'ensemble 10 à buse reçoit le métal réactif fondu, par exemple le magnésium, par un conduit préchauffé 18. Avant le début de la granulation du métal, l'huile est chargée dans la chambre de granulation à un niveau prédéterminé afin que l'espace restant entre l'ensemble à buse
15 et le bain d'huile soit suffisant pour transformer les fragments dispersés du métal réactif provenant de la buse de granulation en gouttelettes sphériques. Ensuite, l'huile est pulvérisée sur la paroi interne de la chambre supérieure et, finalement, l'espace compris entre le bain
20 d'huile et la buse de granulation est rempli d'argon gazeux de manière qu'il forme une atmosphère pratiquement dépourvue d'oxygène, à la pression atmosphérique. Une fois cette opération exécutée, aucune quantité supplémentaire d'argon ou d'un autre gaz inerte n'est ajoutée à la chambre supérieure
25 au cours de l'opération de granulation du magnésium. La soupape de surpression de la chambre supérieure règle automatiquement le maintien de la pression à la valeur de la pression atmosphérique. Une pression inférieure à la pression atmosphérique (vide partiel) serait avantageuse
30 pour la formation des gouttelettes métalliques dans l'espace libre de la chambre supérieure. Cependant, une telle réalisation augmenterait la vaporisation des métaux réactifs, notamment du magnésium, dans l'espace libre et donc la formation de magnésium pyrophore dans la chambre
35 supérieure, cette formation étant indésirable. L'utilisation d'une pression supérieure à la pression atmosphérique ne présente pas d'avantage sur le plan du maintien à une

faible valeur de la concentration d'oxygène dans l'atmosphère de l'espace délimité. Une plus grande pression serait au contraire désavantageuse pour la formation des gouttelettes métalliques car elle réduirait la vitesse de rotation du magnésium métallique dans la buse de granulation.

Grâce à la régulation de la quantité d'huile transmise à la chambre de granulation et évacuée de celle-ci, la hauteur de l'espace libre formé dans la chambre supérieure de granulation peut être ajustée à tout moment au cours de l'opération de granulation du métal. Le réglage de la température de l'huile injectée par les buses dans la chambre et de la hauteur du bain d'huile dans la chambre permet selon l'invention le réglage du moment et de la vitesse nécessaires au refroidissement des gouttelettes métalliques. En conséquence, cette disposition est contraire à la technique antérieure selon laquelle il est nécessaire de solidifier complètement les gouttelettes métalliques dans l'argon, ce refroidissement nécessitant une quantité énorme d'argon gazeux et une chambre de granulation très grande. Le procédé selon l'invention ne nécessite pratiquement qu'une petite quantité fixe d'argon et/ou d'un autre gaz inerte dans l'espace nécessaire à la transformation des fragments de métal en gouttelettes sphériques. En fait, une partie limitée seulement de la chambre de granulation utilisée dans la technique antérieure est utilisée pour la transformation des fragments de métal réactif en gouttelettes sphériques. La plus grande partie de la hauteur est utilisée pour le refroidissement des gouttelettes. L'opération de refroidissement des gouttelettes selon l'invention est totalement réalisée dans le bain d'huile qui possède des propriétés de refroidissement bien meilleures. En conséquence, la hauteur de la chambre de refroidissement dans l'appareil de l'invention est bien plus faible, bien que les granulés de magnésium produits aient une dimension relativement grosse, c'est-à-dire supérieure à 1,0 mm.

Le procédé de la présente invention permet la formation de granulés d'un métal réactif, en particulier de magnésium, avec des configurations qui varient d'une forme irrégulière à une forme pratiquement sphérique par ajustement de la distance comprise entre la buse de granulation et le bain d'huile et dans une certaine mesure par réglage de la température et de la quantité d'huile introduite par les buses dans la zone supérieure du bain d'huile. Le procédé et l'appareil de la technique antérieure au contraire donnent des particules métalliques n'ayant qu'une seule forme alors que le procédé selon l'invention a une plus grande souplesse.

La granulation du magnésium métallique dans ces conditions donne des particules plus ou moins sphériques, car les gouttelettes métalliques se déforment dans une certaine mesure lors de leur chute dans le bain d'huile. Cependant, de tels granulés de magnésium ont de bonnes propriétés de fluidité et peuvent facilement être utilisés dans les procédés d'injection de poudre.

Pour que les granulés obtenus aient des configurations irrégulières, il faut que la hauteur de l'espace délimité au-dessus du bain d'huile soit réduite afin que l'ajustement complet des fragments métalliques dispersés en gouttelettes sphériques soit évité. Cette opération donne des granulés de magnésium de forme irrégulière. Le procédé selon l'invention peut aussi donner des granulés de magnésium ayant une surface relativement élevée et des propriétés raisonnablement bonnes de fluidité par augmentation de la hauteur de l'espace compris au-dessus du bain d'huile afin qu'elle soit supérieure à celle qui est nécessaire à l'obtention des gouttelettes métalliques sphériques. Dans ce cas, les gouttelettes sphériques viennent frapper le bain d'huile avec une plus grande force de choc et se déforment de manière plus importante.

Les figures 3A et 3B représentent des détails de la buse de granulation utilisée dans le procédé de l'invention. La caractéristique importante de cette buse est que

le métal liquide est chassé afin qu'il forme un diagramme d'écoulement circulaire rapide ou qu'il tourne rapidement avant d'être évacué. Cette caractéristique est obtenue par direction du liquide à diverses pressions à la périphérie de la chambre conique 19, à la partie supérieure de la buse comme indiqué sur la figure 3B. Le métal liquide s'écoule ensuite, en gardant son diagramme circulaire rapide d'écoulement, dans le passage libre 20, vers le bas, ce passage ayant une dimension qui diminue progressivement jusqu'à un plus petit diamètre. La buse donne satisfaction lorsque le rapport des sections d'entrée et de sortie est compris entre 0,4 et 1,5. La condition nécessaire est que la pression du métal réactif, par exemple le magnésium, soit au minimum de 1,2 bar à l'entrée. La pression la plus avantageuse pour le métal liquide est comprise entre environ 1,4 et 4,5 bar. La buse est formée de deux parties, une partie supérieure 21 et une partie inférieure 22. Le cas échéant, il est possible de changer la partie inférieure pour l'ajuster à un autre rapport entre les sections d'entrée et de sortie de la buse. Bien qu'une telle construction de buse soit connue pour la pulvérisation d'eau sous pression, on ne savait pas qu'elle donnait satisfaction pour la granulation des métaux réactifs. On a observé de manière surprenante que, dans l'appareil selon l'invention dans lequel la concentration d'oxygène et la quantité d'oxygène de l'atmosphère sous la buse au cours du procédé de granulation du métal sont extrêmement faibles, la construction de la buse donnait un fonctionnement sans aucun problème. Les principaux avantages de cette construction de buse par rapport à celles qui ont été utilisées dans la technique antérieure sont les suivants :

- 1) la perte de charge est relativement faible dans la buse,
- 2) le passage de circulation est libre et réduit au minimum ou supprime en pratique le problème du bouchage,
- 3) la capacité de granulation de métal est relativement élevée,

4) le fonctionnement est très souple et la construction très simple si bien que le coût est relativement faible.

Bien que la buse représentée sur les figures 3A et 5 3B possède une entrée sur le côté, on peut obtenir des résultats analogues de granulation avec une buse identique ayant une entrée à la partie supérieure.

Lors de la fin du procédé de granulation métallique, il est possible de solidifier le métal dans la buse. Après 10 que la pression dans la buse est tombée à 0,5 bar environ, une grande quantité d'argon froid est soufflé sur la buse de granulation afin que le métal se solidifie dans celle-ci. De cette manière, le magnésium est conservé dans le tube de transport et l'oxydation du métal est évitée.

15 On a décrit le procédé et l'appareil dans le cas d'une opération discontinue. Cependant, l'utilisation d'un certain nombre de buses de granulation de métal à la partie supérieure de la chambre supérieure de granulation et l'utilisation d'au moins deux sorties ayant des obturateurs 20 de sortie destinés à retirer de façon continue les granulés de la chambre pendant l'opération de granulation permettent l'exécution du procédé de granulation de métal sous forme continue. Un procédé pour l'extraction des granulés métalliques de la chambre comprend la fixation d'au moins deux 25 récipients remplis d'huile aux sorties de la chambre inférieure. Lors de l'ouverture des obturateurs de sortie de la chambre inférieure, les granulés métalliques remplissent les récipients sans modifier le niveau supérieur de l'huile dans la chambre de granulation. Ensuite, les 30 récipients sont ouverts un à un pour l'extraction des granulés métalliques et sont remplis d'huile.

Lorsque l'huile doit être chassée des particules métalliques, celles-ci peuvent subir une centrifugation puis un traitement tel que décrit dans la demande de brevet 35 norvégien n° 912 548.

On décrit maintenant un exemple. Des expériences ont été réalisées avec la chambre de granulation représentée

sur les figures, pour la production de particules de magnésium. La distance comprise entre la buse et le niveau de l'huile dans la chambre de granulation était d'environ 80 cm. Les conditions des expériences et les résultats obtenus figurent dans le tableau 1.

Tableau 1

	<u>Essai n° I</u>	<u>Essai n° II</u>
Diamètre de buse, mm	3,2	4,0
Température, °C	700-715	680-700
10 Pression du four, bar	1,45	1,6
Production de granulés de magnésium		
l/min	2,77	7,41
kg/min	1,94	5,19

Le tableau 2 donne l'analyse granulométrique du produit.

Tableau 2

	<u>Essai I</u>	<u>Essai II</u>
-0,3 mm	0,2 %	2,8 %
+0,3-1,0 mm	43,4 %	50,8 %
20 +1,0-2,0 mm	48,8 %	34 %
+2,0 mm	7,6 % environ	12,4 %

Comme le montrent les granulés obtenus dans l'essai I, le magnésium liquide est totalement granulé avec la buse à une pression de 1,45 bar. Pour une buse plus grande dans l'essai II, ayant un diamètre de 4 mm, la pression dans le four de 1,6 bar ne suffisait pas pour donner une granulation complète. La distance comprise entre la buse et le bain d'huile dans cet essai était inférieure de 170 mm à celle du premier essai, et la configuration des particules comprise entre 1 et 2,0 mm et supérieure à 2,0 mm était plus ou moins irrégulière et loin d'être sphérique. Pour que les particules sphériques identiques à celles du premier essai soient obtenues avec un tel diamètre de buse, la distance comprise entre la buse et le bain d'huile doit être accrue.

Cependant, les résultats montrent qu'il est possible de produire des granulés de magnésium pur ainsi que des

particules irrégulières directement à partir du métal fondu. Le métal liquide doit cependant être transmis à pression élevée à la buse de granulation.

L'invention met donc à disposition un procédé souple
5 qui permet la fabrication de particules ou de granulés de métaux réactifs ayant des dimensions et configurations différentes. Un refroidissement rapide est obtenu et la hauteur de la chambre de granulation peut être réduite considérablement. Les particules sont dépourvues d'oxyde et
10 des particules de magnésium pyrophore ne se forment pas.

REVENDEICATIONS

1. Procédé de fabrication de granulés d'un métal réactif, tel que le magnésium et ses alliages, directement à partir du métal fondu, le métal étant transmis sous
5 pression à une buse de granulation qui chasse le métal afin qu'il prenne un mouvement circulaire de vitesse croissante avant d'atteindre la sortie de la buse et se désintègre successivement en petits fragments et en gouttelettes qui se refroidissent sous forme de granulés dans une chambre de
10 granulation (1, 2), caractérisé en ce que les petits fragments liquides et les gouttelettes se forment dans une atmosphère de gaz inactif dans un ensemble fermé, puis se solidifient et sont refroidis dans un bain de refroidissement non oxydant.

15 2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le métal est transmis à une buse de granulation qui contient une chambre de tourbillonnement (19) dans laquelle le métal pénètre tangentielllement et présente progressivement une rotation élevée avant de quitter la sortie sous
20 forme d'un diagramme de pulvérisation conique creux.

3. Procédé selon l'une des revendications 1 et 2, caractérisé en ce que le métal est transmis à la buse de granulation à une pression d'une plage large comprise entre 1,2 et 4 bar ou d'une plage étroite comprise entre 1,5 et
25 3,5 bar.

4. Procédé selon l'une des revendications 1 et 2, caractérisé en ce que la buse de granulation est maintenue à une température comprise entre 500 et 850 °C.

5. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en
30 ce que la hauteur de l'ensemble fermé dans lequel les fragments et gouttelettes de métal liquide se forment peut être modifiée à une hauteur voulue.

6. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le gaz inactif utilisé comprend de l'argon, de
35 l'hélium ou un autre gaz inerte ayant une concentration extrêmement faible d'oxygène et de vapeur d'eau, et la

pression dans l'ensemble fermé est maintenue au voisinage de la pression atmosphérique.

7. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le bain de refroidissement (14) qui est utilisé est
5 formé d'une huile non polaire telle qu'une huile minérale.

8. Procédé selon l'une des revendications 1 et 7, caractérisé en ce que l'huile du bain de refroidissement, pendant l'opération de granulation du métal, est constamment agitée et maintenue entre 5 et 200 °C par extraction
10 d'une certaine quantité d'huile chaude, refroidissement de l'huile à l'extérieur jusqu'à une basse température et renvoi dans la chambre inférieure (2) par l'intermédiaire de buses (5) d'injection d'huile.

9. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en
15 ce que les parois de la chambre supérieure (1) de granulation reçoivent une pulvérisation d'un fluide inerte et non oxydant de refroidissement tel qu'une huile avant et après l'opération de granulation.

10. Appareil de fabrication de granulés d'un métal
20 réactif tel que le magnésium et les alliages de magnésium, comprenant un dispositif (18) de transmission d'un métal fondu à une buse de granulation (10) qui est placée à la partie supérieure d'une chambre de granulation (1, 2), caractérisé en ce que la chambre de granulation est consti-
25 tuée de deux parties, un réservoir interne retourné (1) placé à la partie supérieure, portant la buse de granulation (21, 22), et un réservoir externe (2) qui peut être monté sur le réservoir supérieur à diverses positions avec un ensemble hermétique (3) de blocage afin qu'il prenne une
30 hauteur voulue, et la partie inférieure de la chambre de granulation est réalisée afin qu'elle contienne un bain de refroidissement et possède des buses d'injection (5) destinées à l'agitation et au refroidissement du bain, et des buses (17) de pulvérisation d'un liquide sur les parois
35 sont placées à la partie supérieure de la chambre.

11. Appareil selon la revendication 10, caractérisé en ce que la buse de granulation (21, 22) a une chambre

retournée et plus ou moins conique (19) de tourbillonnement dont le plus grand diamètre est aligné sur l'entrée de la buse et qui possède une entrée tangentielle dans la chambre de tourbillonnement.

5 12. Appareil selon l'une des revendications 10 et 11, caractérisé en ce que la chambre de la buse est enfermée, sauf à sa partie inférieure, par un dispositif (10) de préchauffage et un dispositif supplémentaire (16) de fermeture et d'ouverture du passage formé entre la buse et
10 la chambre de granulation.

FIG. 1

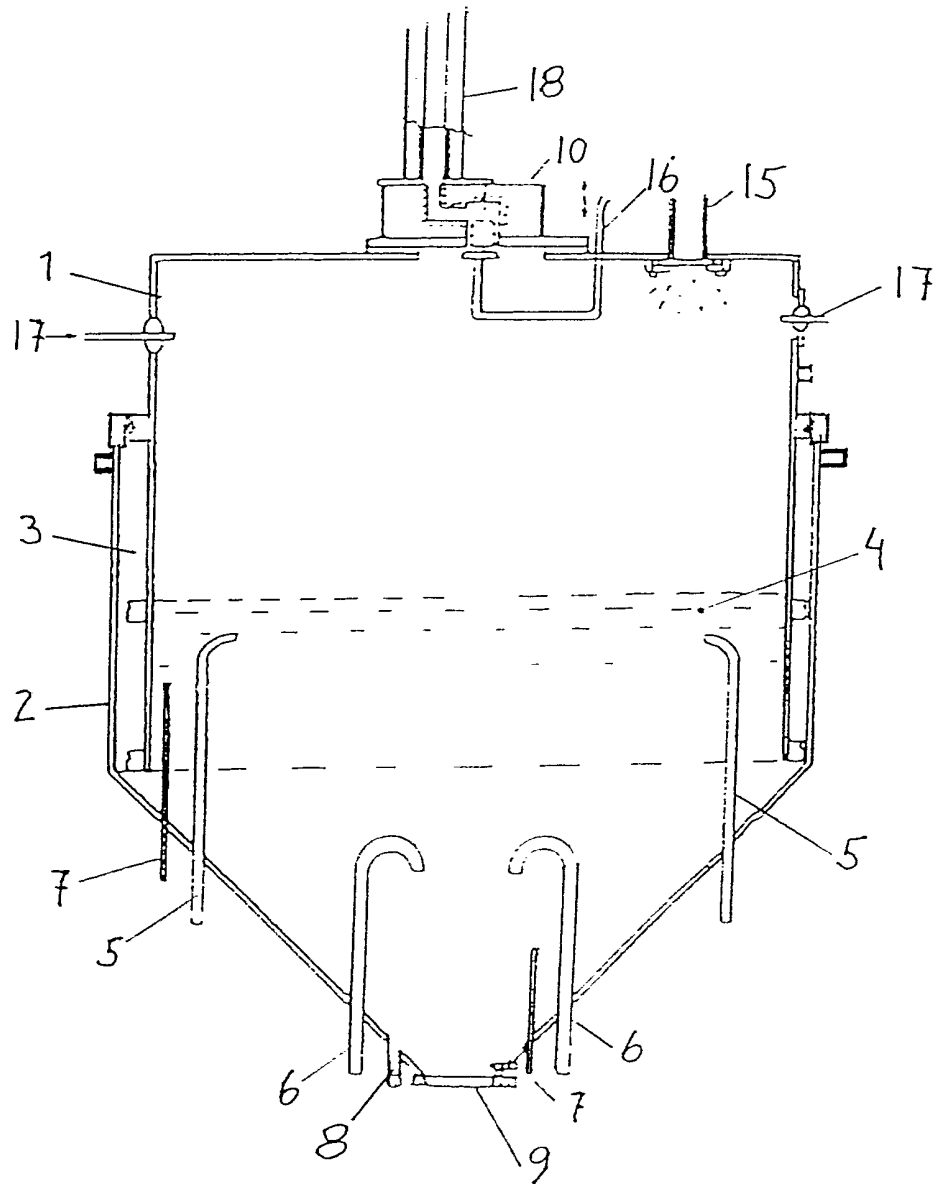
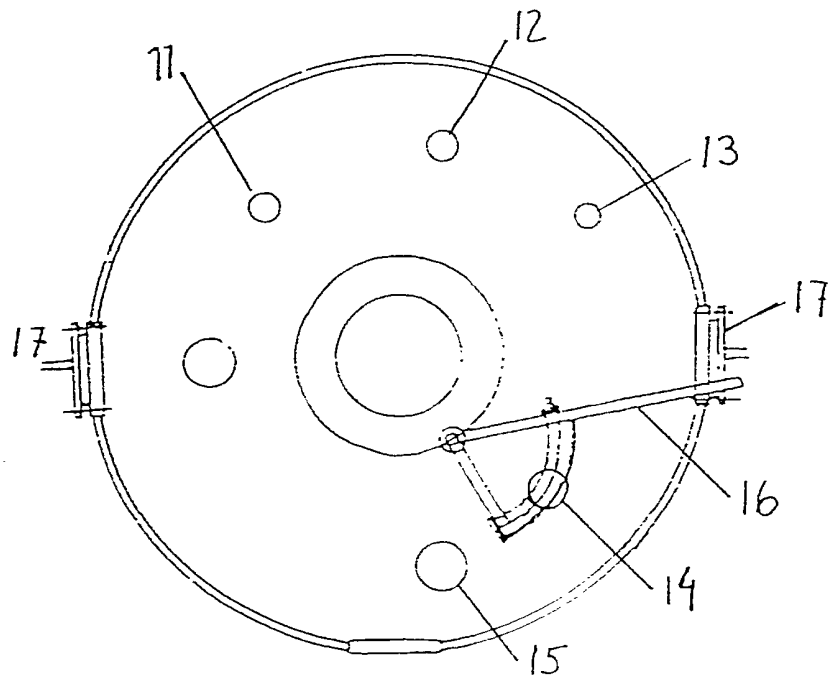


FIG. 2



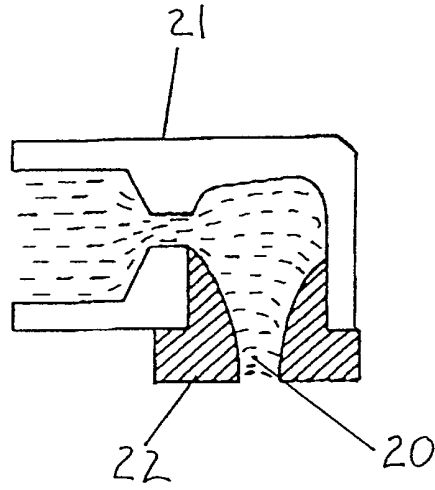


FIG. 3A

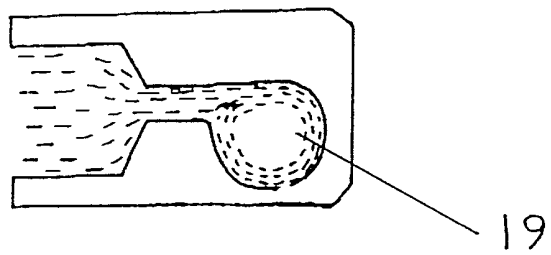


FIG. 3B