



⑫ **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

⑳ Numéro de dépôt : **91401246.3**

⑤① Int. Cl.⁵ : **B22F 9/10**

㉔ Date de dépôt : **15.05.91**

③① Priorité : **16.05.90 FR 9006104**

④③ Date de publication de la demande :
21.11.91 Bulletin 91/47

⑥④ Etats contractants désignés :
DE FR GB IT

⑦① Demandeur : **CENTRE NATIONAL DE LA
RECHERCHE SCIENTIFIQUE (CNRS)**
15, Quai Anatole France
F-75700 Paris Cedex 07 (FR)

⑦② Inventeur : **Arcade, Philippe**
26 Lot. de la Cote Noirel
F-54840 Gondreville (FR)
Inventeur : **Champier, Georges**
9 Rue Arthur Rimbaud
F-54500 Vandoeuvre (FR)
Inventeur : **Michot, Gérard**
Rue F. Rude - Cidex 55
F-54710 Ludres (FR)

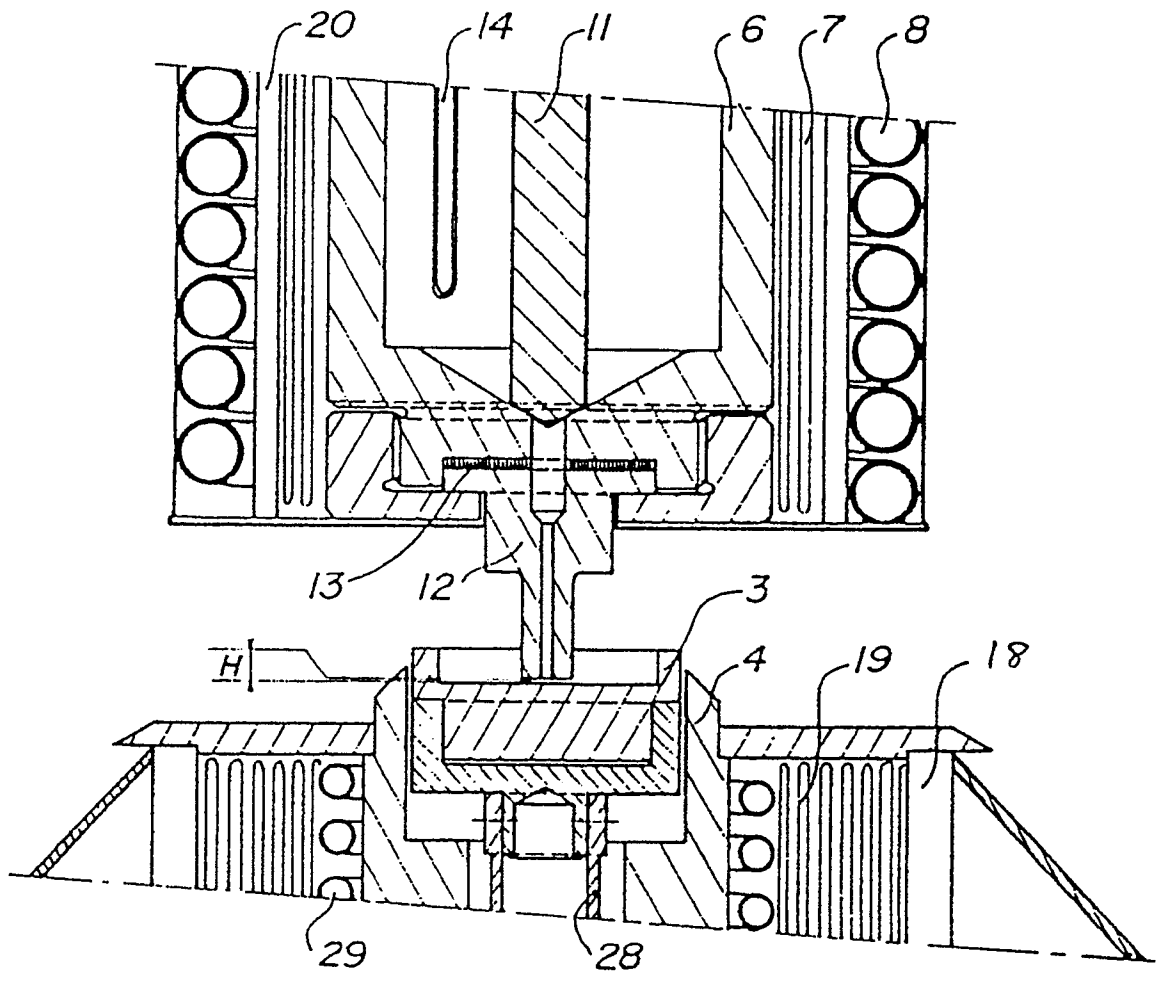
⑦④ Mandataire : **Sueur, Yvette et al**
Cabinet SUEUR & L'HELGOUALCH, 78, Rue
Carnot
F-95240 Corneilles-en-Parisis (FR)

⑤④ **Dispositif et procédé pour la préparation d'alliages en poudre, par solidification rapide.**

⑤⑦ L'invention concerne un dispositif et un procédé d'élaboration de poudres métalliques par pulvérisation centrifuge.

Le dispositif, comportant un creuset muni d'une buse à sa partie inférieure, une coupelle associée à des moyens capables de mettre ladite coupelle en rotation et des moyens pour chauffer ledit creuset et ladite coupelle, est caractérisé en ce qu'il comporte en outre des moyens permettant de régler la distance entre l'ouverture inférieure de la buse et la face supérieure de la coupelle, et en ce que le diamètre externe Φ_0 de la face inférieure de la buse est tel que $\Phi_1 + 2 \text{ mm} \leq \Phi_0 \leq \Phi_C$, Φ_C étant le diamètre de la coupelle et Φ_1 le diamètre interne de la buse.

Le procédé consistant à alimenter en métal fondu une coupelle en rotation, le métal fondu étant contenu dans un creuset muni à sa partie inférieure d'une buse, la face supérieure de la coupelle et l'ouverture inférieure de la buse étant en regard et sensiblement parallèles, l'ouverture de la buse étant centrée sur la coupelle, est caractérisé en ce que le métal liquide est extrait du dit creuset par la dépression créée par la coupelle en rotation autour d'un axe vertical.



La présente invention concerne un dispositif et un procédé pour la préparation d'alliages en poudre, par solidification rapide.

La solidification rapide permet d'élaborer des alliages dont les compositions chimiques s'écartent largement de celles imposées par les diagrammes de phase à l'équilibre. Un traitement thermique de la solution solide sursaturée obtenue permet, en contrôlant la précipitation de la seconde phase, d'optimiser les propriétés mécaniques des alliages. Les microstructures résultantes sont très fines, ce qui limite l'importance des ségrégations chimiques inhérentes à toute solidification et évite la formation de gros précipités susceptibles de diminuer la ductilité du matériau par blocage de la déformation plastique. Pour certaines compositions amorphisables, le refroidissement peut être suffisamment rapide pour empêcher la cristallisation et conduire à la formation d'un verre métallique.

L'obtention de structures hors équilibre nécessite des taux de refroidissement importants supérieurs à 10^3 - 10^4 °K.s⁻¹. Ceci impose que les interfaces métal liquide - milieu froid soient grandes vis-à-vis du volume de métal impliqué. Deux grandes familles de techniques ont été développées selon que la continuité du fluide métallique est maintenue pendant solidification (méthodes dites "Chill methods") ou que le métal liquide est fragmenté avant solidification (méthodes dites "Spray methods"). En ce qui concerne la première famille, les méthodes les plus usitées sont les méthodes de trempe sur roue : le métal liquide est projeté sur une roue tournante (procédé dit "Melt spinning") ou la roue vient lécher la surface du bain métallique (procédé dit "Melt drag"). Dans les deux cas, un ruban mince est obtenu.

En revanche, si la fabrication de poudres est envisagée, il faut faire appel à des techniques dites "Spray". Différentes méthodes ont été développées pour obtenir des poudres.

La pulvérisation par un jet de gaz consiste à diviser un jet de métal fondu par un jet de gaz subsonique ou ultrasonique. Dans le premier cas, la vitesse de refroidissement est de l'ordre de 10^2 à 10^4 °K.s⁻¹ avec une taille moyenne des particules de 40 à 70 µm. Dans le second cas, la vitesse de refroidissement est plus élevée de 10^4 à 10^5 °K.s⁻¹ et la taille moyenne des particules est plus faible, de l'ordre de 20 µm.

Dans la méthode de pulvérisation par électrode tournante, l'alliage se présente sous forme d'un barreau cylindrique tournant autour de son axe. Il est fondu à l'une de ses extrémités par un arc ou un faisceau d'électrons ; l'alliage fondu est projeté sous forme de gouttelettes sous l'effet de la force centrifuge. La vitesse de refroidissement est estimée à 10^{20} °K.s⁻¹ avec une taille moyenne des particules de l'ordre de 200 µm.

Dans la pulvérisation centrifuge, un jet d'alliage fondu tombe au centre d'une coupelle tournant à très grande vitesse. Sous l'effet de la force centrifuge, le liquide chassé vers la périphérie se subdivise en fines particules. La vitesse de refroidissement est estimée à 10^{50} °K.s⁻¹ et la taille moyenne des particules est de l'ordre de 75 µm.

Dans la méthode de pulvérisation par gaz dissous, l'alliage fondu est sursaturé de gaz sous pression. Il est ensuite exposé au vide; le gaz s'échappe alors du liquide en produisant des particules fines. La vitesse de refroidissement est estimée à 10^{20} °K.s⁻¹ ; la taille moyenne des particules varie de 40 à 70µm.

Dans la méthode de pulvérisation électro-hydrodynamique, la surface du métal fondu est soumise à un champ électrique intense. Il y apparaît de petites protubérances avec arrachement de liquide sous forme de gouttelettes chargées très fines qui sont solidifiées et collectées. La vitesse de refroidissement est estimée à 10^6 - 10^7 °K.s⁻¹ avec une taille moyenne des particules de l'ordre du micron.

Ces différentes méthodes ont été étudiées en comparant cinq caractéristiques de chacune d'elles :

- limitation due à la composition de l'alliage
- vitesse de refroidissement
- possibilité de contrôle du procédé
- capacités de production
- caractéristiques du produit obtenu

[J.E.FLINN "Rapid Solidification Technology for Reduced Consumption of Strategic Materials", (1985) NOYES Publication (New Jersey, USA)].

La comparaison a fait apparaître que le procédé de pulvérisation centrifuge présentait le maximum d'avantages.

Divers dispositifs ont été mis au point pour élaborer des poudres d'alliage par pulvérisation centrifuge. Comme exemples de tels dispositifs, on peut citer par exemple les dispositifs décrits dans les brevets US 4 025 249, 4 053 264, 4 078 873 et 4 217 082.

Ces dispositifs comportent un pré-creuset dans lequel le métal fondu est versé. Le métal fondu est ensuite reversé dans le creuset principal d'où il peut être projeté sur une coupelle en rotation par l'intermédiaire d'une buse. L'application éventuelle d'une surpression au-dessus du métal fondu, en permettant la rupture de la couche d'oxyde, facilite l'écoulement du métal à travers la buse. L'expérience montre que, pour chaque type d'alliage, il faut déterminer le couple surpression-diamètre de buse le mieux adapté à la coulée. Selon la quantité de métal restant dans le creuset, le débit est plus ou moins important. On ne peut donc mesurer qu'un débit

moyen, rapport de la masse éjectée au temps d'éjection. L'écoulement du métal fondu peut être perturbé soit par une instabilité hydrodynamique qui décentre le jet, soit par un rebondissement sur la coupelle. Dans les deux cas le film liquide qui couvre la coupelle se rompt, perturbant le bilan thermique et la distribution en taille des gouttelettes éjectées.

5 Si on ne considère que le diagramme d'équilibre, les gouttelettes doivent quitter la coupelle à la température T_L du liquidus et atteindre les parois de l'enceinte à une température $T < T_S$, température du solidus, le refroidissement intervenant en un laps de temps de l'ordre de 10 ms. L'écart de température peut être réduit si une certaine surfusion se produit. La température T_C à laquelle la goutte quitte la coupelle, température qui fixe en fait la microstructure de la poudre, devrait être maintenue constante au cours de la pulvérisation. Cette

10 condition est très contraignante car si on impose la température initiale T_{CO} de la coupelle on ne peut éviter le refroidissement dû à la mise en route de la turbine ni le réchauffement consécutif au début de la coulée. Ces échanges thermiques qui dépendent de la vitesse de rotation, de la température et du débit du métal liquide ainsi que des mécanismes d'interaction liquide-coupelle sont évidemment perturbés par les instabilités du jet.

15 Le contrôle du procédé est délicat ; les instabilités hydrodynamiques, conjuguées aux exigences thermiques, font que le rendement n'est pas optimal.

La présente invention a pour objet un dispositif pour l'élaboration de poudres métalliques par pulvérisation centrifuge permettant de supprimer les inconvénients précités.

L'invention a également pour objet un procédé d'élaboration de poudres métalliques par pulvérisation centrifuge.

20 Par métal, on entend les métaux purs et les alliages métalliques, dans le présent texte.

Selon l'invention, le dispositif pour l'élaboration de poudres métalliques par pulvérisation centrifuge, comportant un creuset muni d'une buse à sa partie inférieure, une coupelle associée à des moyens capables de mettre ladite coupelle en rotation et des moyens pour chauffer ledit creuset et ladite coupelle, les éléments précités étant placés dans une enceinte étanche munis des ouvertures nécessaires pour l'alimentation en métal

25 liquide, pour le passage de différents moyens de mesure ou de contrôle, et pour l'extraction de la poudre obtenue, est caractérisé en ce qu'il comporte en outre des moyens permettant de régler la distance entre l'ouverture inférieure de la buse et la face supérieure de la coupelle, et en ce que le diamètre externe Φ_o de la face inférieure de la buse est tel que $\Phi_1 + 2 \text{ mm} \leq \Phi_o \leq \Phi_C$, Φ_C étant le diamètre de la coupelle et Φ_1 le diamètre interne de la buse.

30 Les moyens permettant de régler la distance entre la buse et la coupelle sont, de préférence, des moyens mécaniques.

La buse comporte un canal intérieur ayant pour longueur 1 et pour diamètre intérieur Φ_1 . Le diamètre extérieur de la face inférieure de la buse est désigné par Φ_o . 1 et Φ_1 sont choisis de telle sorte que le creuset puisse se vider par gravité en l'absence de coupelle et que les phénomènes de bouchage qui se produisent sur les dispositifs classiques de pulvérisation soient évités. En effet, ces phénomènes de bouchage provoquent une

35 alimentation discontinue de la coupelle et, par conséquent, une chute rapide de sa température, induisant des dispersions supplémentaires dans le procédé. Φ_1 est de préférence supérieur à 2 mm.

Le procédé d'élaboration de poudres métalliques par pulvérisation centrifuge selon l'invention, consistant à alimenter en métal fondu une coupelle en rotation, le métal fondu étant contenu dans un creuset muni à sa

40 partie inférieure d'une buse, la face supérieure de la coupelle et l'ouverture inférieure de la buse étant en regard et sensiblement parallèles, l'ouverture de la buse étant centrée sur la coupelle, est caractérisé en ce que le métal liquide est extrait du dit creuset par la dépression créée par la coupelle en rotation autour d'un axe vertical.

Le procédé de l'invention peut avantageusement être mis en oeuvre à l'aide d'un dispositif de la présente invention, dans lequel la distance H entre la face supérieure de la coupelle et l'ouverture inférieure de la buse

45 est réglée de telle sorte qu'en condition statique, le métal fondu contenu dans la buse ne s'écoule pas.

Pour des viscosités comprises entre 10^{-3} et 10^{-2} Pa.s, caractéristiques des métaux liquides (métaux purs ou alliages eutectiques), cette condition est vérifiée pour une distance H entre la face supérieure de la coupelle et l'ouverture inférieure de la buse comprise entre 0,3 et 0,5 mm.

La mise en rotation de la coupelle chasse le métal liquide dans le volume défini par la distance H et la

50 surface $S = \pi(\Phi_o^2 - \Phi_1^2)/4$ de la buse en regard avec la coupelle. Le film liquide est alors soumis à un cisaillement beaucoup plus intense que celui rencontré en pulvérisation centrifuge classique puisqu'ici la partie supérieure du film reste fixe alors que la partie inférieure prend la vitesse d'entraînement de la coupelle. L'importance de ce cisaillement, propre au procédé de la présente invention, peut avoir des incidences métallurgiques importantes dans la mesure où la destruction des germes de solide au fur et à mesure de leur formation peut abaisser

55 la température du bain en dessous de la température de solidification T_S : la surfusion ainsi atteinte permet des vitesses de solidification très importantes.

Le diamètre des particules obtenues par pulvérisation centrifuge varie comme

$$D_E a^2 \Phi_C - b^2 V - c^2$$

où D_E est le débit de matière, Φ_C le diamètre de la coupelle et V la vitesse de rotation de la coupelle. Les expo-
sants obtenus expérimentalement [Cf. Champagne B., Angers R., Modern Developments in Powder Metallurgy,
12, Proc. Conf. Washington (1980), 83 ; Friedman S.J., Gluckert F.A., Marshall W.R., Chem. Eng. Prog., 48,
5 (1952), 181 ; Kozlov V.A., Golubkov V.G., Sov. Powder Metall. Met. Ceram, 20, (1981), 159 ; Wentzel J.M.,
Powder Metall. Inv., 18 (1986), 16] ont pour valeur $0,12 < a^2 < 0,25$, $0,3 < b^2 < 0,64$ et $0,5 < c^2 < 1$. L'obtention d'une
granulométrie fine impose de maîtriser et de limiter le débit. En pulvérisation classique, ceci est réalisé en jouant
sur un différentiel de pression entre la surface du bain dans le creuset et la sortie de la buse, ou sur les dimen-
sions intérieures de la buse (Φ_1 ou 1). Dans la présente invention, le débit d'extraction est réglé et stabilisé par
10 le diamètre extérieur de la buse Φ_e , pour une valeur donnée de H .

Le métal fondu est amené sur la coupelle sans perte significative de chaleur, la surchauffe du bain est mini-
misée, ce qui est appréciable dans le cas d'alliages réactifs tels que les alliages Al-Li par exemple.

Le diamètre interne Φ_1 de la buse n'est pas un paramètre critique. Seuls comptent la surface de l'ouverture
15 de la buse en regard de la coupelle, c'est-à-dire la surface S où s'exercent les forces de capillarité, et la distance
 H buse-coupelle. Il n'est plus nécessaire de créer et de moduler une surpression dans le creuset en cours
d'éjection, car la coupelle entraîne toujours la même quantité de métal, le dispositif est autorégulant. Par consé-
quent, le régime thermique de l'ensemble reste stable au cours de l'expérience, on observe une amélioration
du rendement de pulvérisation et un léger resserrement du spectre de distribution granulométrique.

20 Le diamètre interne Φ_1 de la buse n'étant plus critique, on peut alors augmenter sensiblement sa dimension
afin d'éviter le phénomène de bouchage qui se produit dans les dispositifs connus. En effet une coupelle non
alimentée, même pendant un temps très court, se refroidit très rapidement, ce qui entraîne un début de refroi-
dissement du métal à sa surface : l'expérience est alors perturbée.

Le fait d'amener le métal fondu rigoureusement au centre de la coupelle contribue à une meilleure répar-
25 tition des gouttelettes à la périphérie de la coupelle. On élimine par la même occasion les phénomènes d'ins-
tabilité et de rebondissement du jet.

L'invention sera décrite plus en détail par référence aux figures 1, 2, 3, 4 et 5.

La figure 1 représente une installation de pulvérisation selon l'invention.

La figure 2 représente une partie du dispositif de pulvérisation proprement dit.

30 La figure 3 représente le dispositif d'entraînement et de réglage de la coupelle.

La figure 4 représente une vue en coupe de la buse et de la coupelle.

La figure 5 représente la variation du débit d'extraction D_E en fonction Φ_e .

Dans l'installation représentée sur les figures 1 et 2, le dispositif de pulvérisation proprement dit est placé
dans une enceinte comportant une partie supérieure (1), une partie intermédiaire (2) et une partie inférieure
35 (15).

Le dispositif de pulvérisation proprement dit comporte un creuset (6) en graphite muni à sa partie inférieure
d'une buse (12) et une coupelle (3) associée à une turbine.

40 La buse (12) comporte un canal interne de longueur 1 et de diamètre Φ_1 . Le diamètre extérieur de la face
inférieure de la buse en regard de la coupelle est Φ_e . H est la distance entre la face inférieure de la buse et la
face supérieure de la coupelle.

Deux rails (5) fixés à l'intérieur de la partie (2) de l'enceinte servent de support au creuset (6) par l'inter-
médiaire de deux disques, l'un (26) solidaire des rails, l'autre (27) ajustable de façon à ce que l'axe de l'ensem-
ble creuset-buse coïncide avec celui de la coupelle.

45 Le creuset en graphite (6) et son isolation (7) sont placés à l'intérieur d'une bobine d'induction haute fré-
quence (8) qui assure le chauffage. Un tube d'alumine (20) est placé entre le creuset (6) et l'isolation (7). Le
creuset (6) est fermé à sa partie supérieure par un disque d'acier inoxydable réfractaire (9) surmonté d'un dis-
positif de commande (10) d'un axe de graphite (11) qui permet d'obturer le trou d'éjection pendant la période
de chauffage. En effet, il est préférable de ne pas laisser le métal venir mouiller la coupelle tant que la turbine
n'est pas en rotation car il se formerait alors une couche d'oxyde qui diminuerait sensiblement le diamètre appa-
rent de la buse. L'étanchéité du dispositif est assurée par des joints en graphite, une ouverture permettant soit
50 d'équilibrer les pressions entre le creuset et l'enceinte, soit d'appliquer une surpression dans le creuset pour
le nettoyer en fin d'expérience. Le creuset se termine à sa partie inférieure par une buse (12) en nitrure de
bore ; l'étanchéité buse-creuset est assurée par un joint en graphite (13).

55 Un thermocouple (14) qui permet de mesurer la température du métal fondu, est placé dans un tube d'alu-
mine fermé à une extrémité ; ce tube traverse le couvercle du creuset, l'étanchéité est assurée par une colle
haute température.

La rotation de la coupelle (3) est assurée par une turbine à gaz dont la vitesse maximum de 30 000 tr/mn
est atteinte pour une pression de gaz de 0,7 MPa. La turbine est prolongée par un axe creux (28) en matériau

réfractaire monté sur des paliers rigides et muni de disques de refroidissement pour éviter l'échauffement de certaines pièces en mouvement.

A l'extrémité de l'axe (28) est fixée la coupelle en graphite (3) qui recevra le flux de métal fondu ; le fond de la coupelle est plat tandis que la forme et la hauteur du bord varient en fonction de l'expérience à réaliser.

5 Le chauffage de la coupelle (3) est assuré par la bobine d'induction (29) placée autour de la chemise de graphite (4). La coupelle (3) et la chemise de graphite (4) sont isolées thermiquement par de la laine de kaolin (19), l'ensemble est maintenu dans un cylindre d'alumine (18) surmonté d'une couronne en graphite pour éviter la dispersion de la laine en cours de fonctionnement. Pendant la période de chauffage, la température de la coupelle est contrôlée au moyen d'un thermocouple non représenté introduit sur le côté et escamoté juste avant
10 la mise en rotation.

La turbine et les roulements à billes de l'axe (28) sont montés dans un fourreau cylindrique (22) (figure 3). A la partie inférieure du fourreau est introduit le gaz d'alimentation de la turbine. Pour assurer l'étanchéité de l'ensemble et l'évacuation du gaz d'alimentation de la turbine, le fourreau cylindrique traverse la cuve de pulvérisation par l'intermédiaire d'un sas (23) muni d'électrovannes d'isolement. Des joints cylindriques placés à
15 l'entrée et à la sortie du sas garantissent l'étanchéité et assurent le déplacement en hauteur du fourreau et par conséquent la variation de la distance H entre la coupelle et la buse. Un comparateur à aiguille (24) permet de contrôler avec précision cette distance ajustée par le dispositif (21).

La partie supérieure (1) de l'enceinte comporte deux ouvertures latérales utilisées pour l'éclairage de la cuve et une grande ouverture centrale (25) prévue pour une éventuelle alimentation en métal liquide par l'exté-
20 rieur.

La partie intermédiaire (2) de l'enceinte est équipée par de nombreux passages étanches au vide utilisés pour :

- le chauffage du creuset par haute fréquence
- les mesures de température de l'alliage fondu, de la coupelle (3) (pendant la période de montée en tem-
25 pérature)
- le remplissage de la cuve
- les mesures de pression
- le contrôle de l'atmosphère.

La partie inférieure (15) comporte deux ouvertures latérales pour la récupération de la poudre (16) et pour
30 la liaison avec un groupe de pompage, une ouverture centrale fermée par un disque (17) qui supporte l'ensemble turbine-coupelle (figure 3).

Une installation telle que représentée sur les figures 1 à 4 a été mise en oeuvre pour préparer diverses poudres d'alliages ou de métal pur (exemples 1 à 8).

Pour l'installation utilisée : le diamètre intérieur utile de l'enceinte était de 1350 mm, la hauteur intérieure
35 utile de 800 mm.

Le diamètre interne Φ_1 de la buse était de 2 mm.

Le diamètre externe Φ_2 de la buse était de 8 mm, et variable pour l'exemple 8.

La turbine à gaz utilisée peut atteindre une vitesse de 30 000 tr/mn pour une pression de gaz de 0,7 MPa.

Le procédé d'élaboration de poudres comporte les étapes suivantes :

- 40 - centrage du creuset par rapport à la coupelle;
- mise en place de la charge d'alliage dans le creuset;
- mise en place du thermocouple donnant la température de la coupelle;
- fermeture de l'enceinte;
- mise en route de la pompe primaire jusqu'à obtention d'une pression de 0,2 à 0,5 hPa dans l'enceinte;
- 45 - remplissage de l'enceinte par un gaz inerte (hélium) jusqu'à la pression atmosphérique;
- mesure de la teneur en oxygène de l'atmosphère de l'enceinte. Cette teneur doit être inférieure à 1% pour que l'expérience se déroule sans risque d'explosion.
- montée en température du creuset, de la coupelle;
- escamotage du thermocouple de la coupelle;
- 50 - réglage de la distance buse-coupelle. Durant la période de montée en température, une distance minimale est imposée afin de permettre la libre dilatation des différentes parties. Une fois l'équilibre thermique atteint, la coupelle est amenée au contact de la buse puis descendue d'une hauteur H, repérée au compa-
rateur;
- mise en rotation de la coupelle;
- 55 - escamotage de la tige de graphite qui sert à obturer le trou d'éjection du métal pendant la période de chauffage.

La pulvérisation a alors lieu.

La poudre est récupérée par l'ouverture (16).

EXEMPLES 1 à 6

Les conditions particulières de préparation et la caractérisation de différentes poudres d'alliage sont rassemblées dans le tableau I ci-dessous dans lequel :

- 5 – Φ_C représente le diamètre de la coupelle en mm ;
 – C_i et M représentent respectivement la composition atomique et la masse en g de la charge de départ ;
 – H représente la distance buse-coupelle en mm ;
 – D_E représente le débit d'alliage fondu en g/s ;
 – V représente la vitesse de rotation de la coupelle en tours/mn ;
 10 – R_{200} représente le rendement (en %) de la poudre obtenue ayant un diamètre inférieur à 200 μm par rapport à la charge initiale ;
 – R_{50-100} représente le pourcentage en masse de poudre ayant un diamètre compris entre 50 et 100 μm , par rapport à la masse totale de poudre obtenue.

15

TABLEAU I

Ex	C_i	M	Φ_C	H	D_E	V	R_{200}	R_{50-100}
20 1	Al-3Cr-1V-2Si	501	43	0,4	2,3	30 000	93,4	51,3
2	Al-3Cr-4Mn	488	43	0,4	0,8	30 000	84	51,8
3	Al-3Cr-3Fe	519	43	0,5	2,2	30 000	91,8	67
4	Al-3Cr-1Ce	473	43	0,4	1,9	30 000	85	37,1
25 5	Mg-22Al-3Zn	278	50	0,4	0,6	30 000	97	73,3
6	40Cu-60Zr	357	50	0,4	5,9	30 000	99	73

30 L'exemple 6 correspond à la composition d'un alliage amorphisable. Des diffractogrammes de rayons X ont été effectués avec le rayonnement $K\alpha_1=0,17889$ nm du cobalt. Sur ces diffractogrammes, les raies de diffraction de la phase cristallisée, très peu intenses pour les faibles granulométries (inférieures à 125 μm), se renforcent pour les particules comprises entre 125 et 200 μm . On évalue à moins de 1% la fraction cristallisée pour les poudres 50-100 μm et 100-125 μm et à moins de 5% la fraction cristallisée pour les poudres 125-200 μm .
 35 μm .

EXEMPLE 7

On a préparé des granules de Mg pur à l'aide du dispositif selon l'invention identique à celui utilisé dans les exemples 1 à 6, dans les conditions suivantes :

- 40 C_i = 100% (Mg pur)
 M = 304 g
 Φ_C = 12,5 mm
 H = 0,4 mm
 45 D_E = 2,5 g/s
 V = 23 000 t/mn

85% des granules obtenus ont un diamètre compris entre 0,4 et 0,8 mm.

Il apparaît ainsi que le procédé et le dispositif selon l'invention permettent d'obtenir aussi bien des poudres fines (<100 μm) que des billes de quelques dixièmes de millimètres.

50 La granulométrie des poudres obtenues dépend essentiellement de la taille de la coupelle et de sa vitesse de rotation.

EXEMPLE 8

55 On a préparé une poudre d'alliage d'aluminium à partir de l'alliage classique 2017A à l'aide du dispositif selon l'invention identique à celui utilisé dans les exemples 1 à 6, dans les conditions suivantes :

- M = 440 \pm 4 g

Φ_1 = 2 mm
 Φ_c = 43 mm
 H = 0,4 mm
 V = 30 000 t/mn

- 5 Différents essais ont été effectués en changeant la buse de manière à étudier l'influence du diamètre extérieur Φ_e de la buse sur le débit d'extraction D_E du métal liquide, toutes choses étant égales par ailleurs.
 La figure 5 représente l'évolution du débit d'extraction D_E en g/s en fonction du diamètre extérieur Φ_e , en mm. Il apparaît clairement que, toutes choses étant égales par ailleurs, l'augmentation du diamètre externe de la buse Φ_e , qui permet l'augmentation de la surface $S = \pi(\Phi_e^2 - \Phi_1^2)/4$ de la buse en regard avec la coupelle, améliore le débit d'extraction D_E de métal liquide.

Revendications

- 15 1. Dispositif pour l'élaboration de poudres métalliques par pulvérisation centrifuge, comportant un creuset muni d'une buse à sa partie inférieure, une coupelle associée à des moyens capables de mettre ladite coupelle en rotation et des moyens pour chauffer ledit creuset et ladite coupelle, les éléments précités étant placés dans une enceinte étanche munis des ouvertures nécessaires pour l'alimentation en métal liquide, pour le passage de différents moyens de mesure ou de contrôle, et pour l'extraction de la poudre obtenue,
- 20 ledit dispositif étant caractérisé en ce qu'il comporte en outre des moyens permettant de régler la distance entre l'ouverture inférieure de la buse et la face supérieure de la coupelle, et en ce que le diamètre externe Φ_e de la face inférieure de la buse est tel que $\Phi_1 + 2 \text{ mm} \leq \Phi_e \leq \Phi_c$, Φ_c étant le diamètre de la coupelle et Φ_1 le diamètre interne de la buse.
- 25 2. Dispositif selon la revendication 1, caractérisé en ce que les moyens permettant de régler la distance entre l'ouverture inférieure de la buse et la face supérieure de la coupelle sont des moyens mécaniques.
3. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que le diamètre interne Φ_1 de la buse est supérieur ou égal à 2 mm.
- 30 4. Procédé d'élaboration de poudres métalliques par pulvérisation centrifuge consistant à alimenter en métal fondu une coupelle en rotation, le métal fondu étant contenu dans un creuset muni à sa partie inférieure d'une buse, la face supérieure de la coupelle et l'ouverture inférieure de la buse étant en regard et sensiblement parallèles, l'ouverture de la buse étant centrée sur la coupelle,
- 35 caractérisé en ce que le métal liquide est extrait du dit creuset par la dépression créée par la coupelle en rotation autour d'un axe vertical.
5. Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce qu'il est mis en oeuvre à l'aide d'un dispositif selon l'une des revendications 1 à 3, dans lequel la distance entre la face supérieure de la coupelle et l'ouverture inférieure de la buse est réglée de telle sorte qu'en condition statique, le métal fondu contenu dans la buse ne s'écoule pas.
- 40 6. Procédé selon l'une des revendications 4 ou 5, caractérisé en ce que le débit d'extraction est réglé par le choix du diamètre extérieur de la face inférieure de la buse en regard de la coupelle.
- 45
- 50
- 55

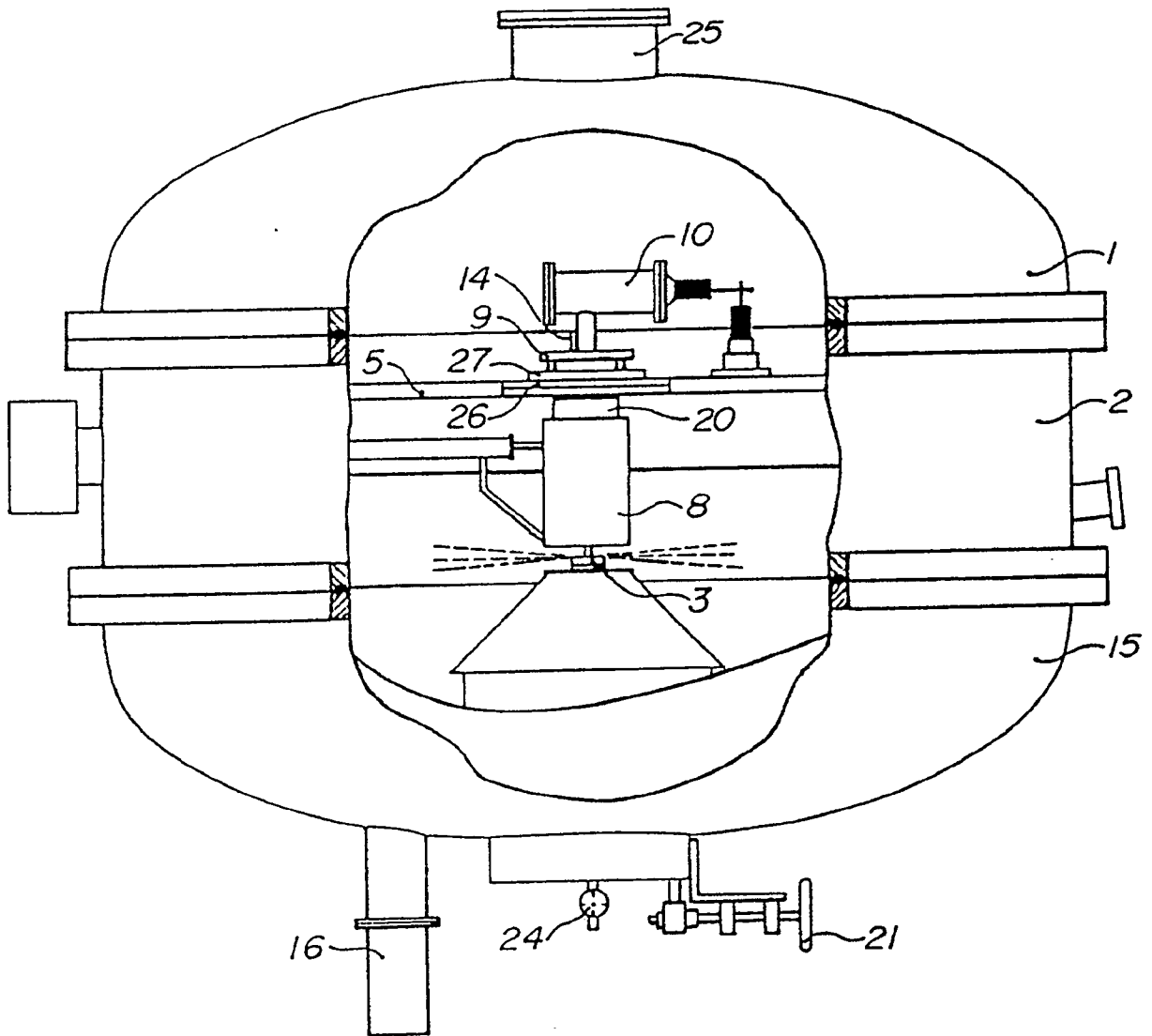


FIG. 1

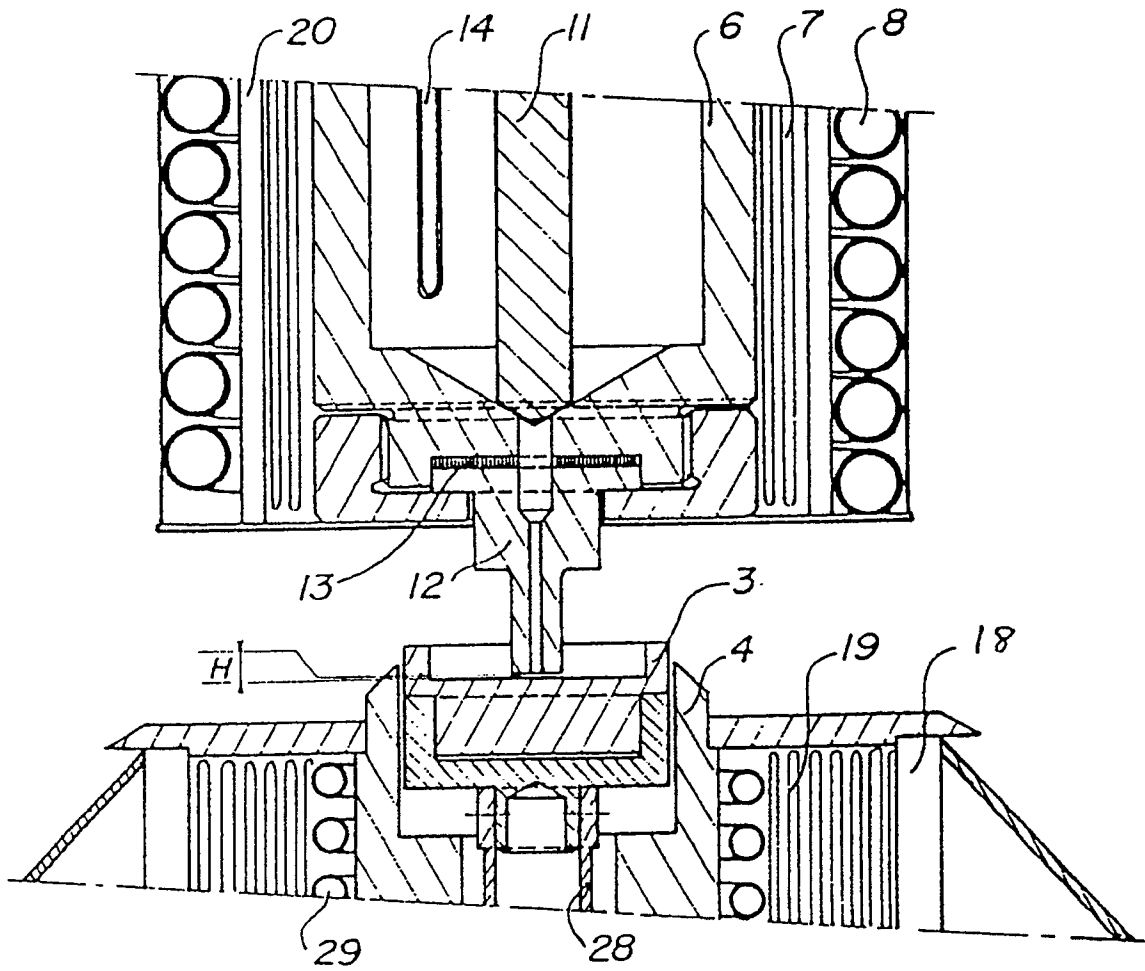


FIG. 2

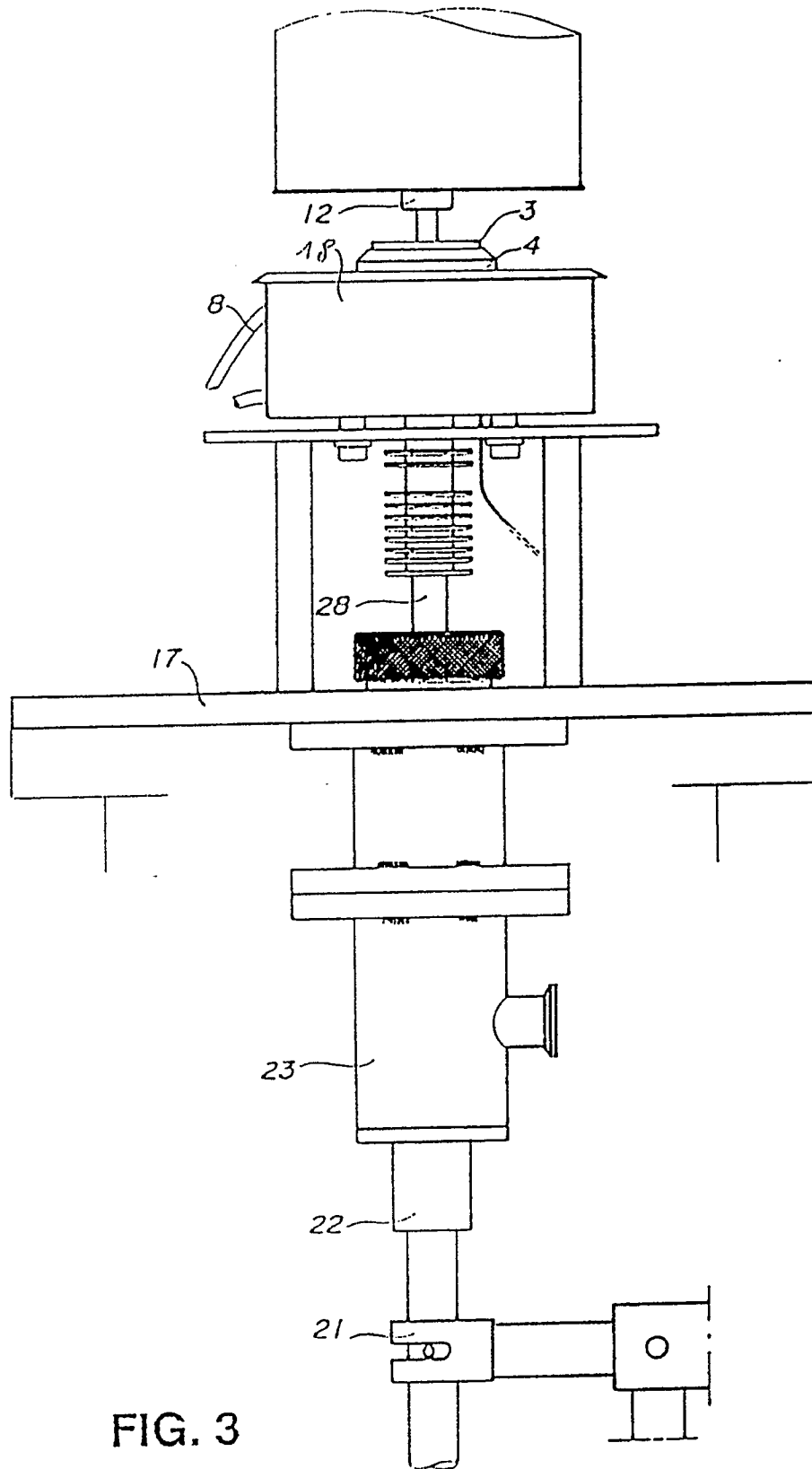


FIG. 3

FIG.4

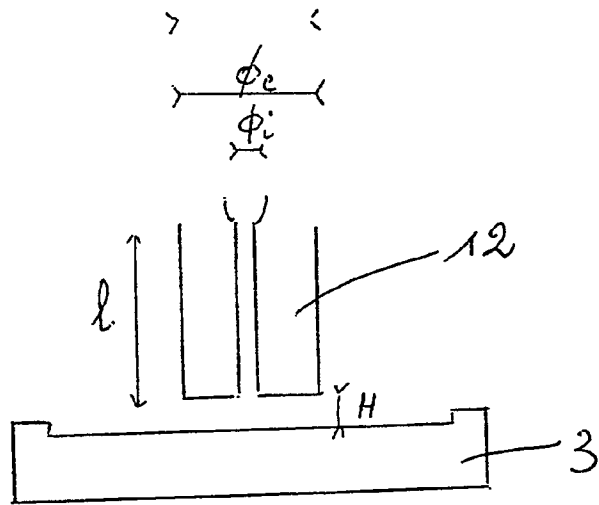
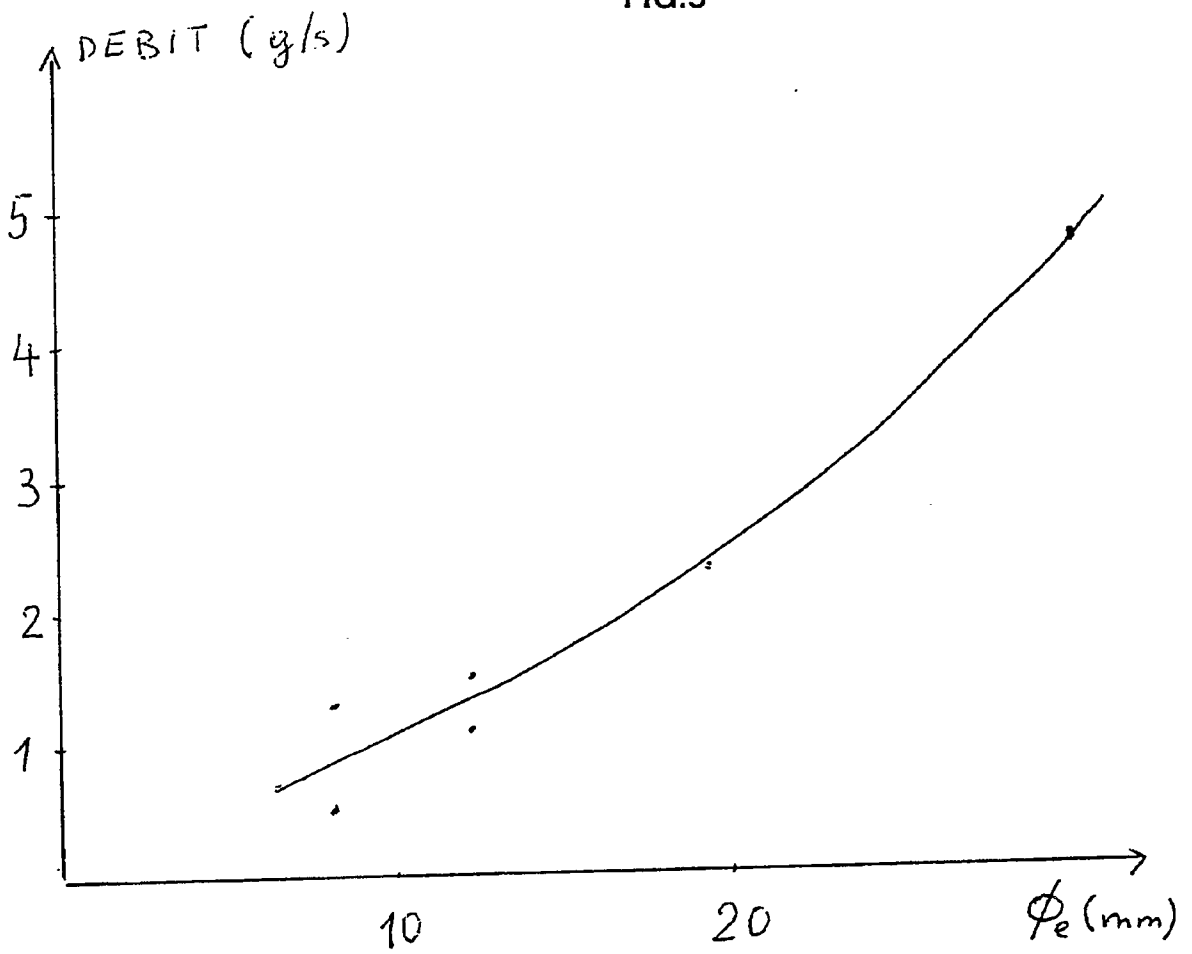


FIG.5





Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numero de la demande

EP 91 40 1246

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl.5)
A	US-A-4 374 074 (S. UEDA ET AL) * colonne 6, ligne 23 - ligne 45; revendication 1; figure 1 * * colonne 16, ligne 39 - ligne 53 * ---	1-6	B22F9/10
A	DE-A-3 326 831 (BAYER A.G.) * page 8, ligne 1 - ligne 23; figure 1 * ---	1-6	
A	US-A-4 648 820 (D.M. SCRUGGS ET AL) * colonne 7, ligne 60 - colonne 8, ligne 23 * -----	1-6	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5)
			B22F
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 19 AOÛT 1991	Examineur SCHRUERS H. J.
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons ----- & : membre de la même famille, document correspondant	
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire			

EPO FORM 1503 01.92 (P0402)