

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

①1 N° de publication :
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

2 635 335

②1 N° d'enregistrement national :

89 02052

⑤1 Int Cl⁵ : C 22 B 9/22, 34/10, 34/20.

⑫

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 16 février 1989.

③0 Priorité : DE, 10 août 1988, n° P 38 27 074.9.

④3 Date de la mise à disposition du public de la
demande : BOPI « Brevets » n° 7 du 16 février 1990.

⑥0 Références à d'autres documents nationaux appa-
rentés :

⑦1 Demandeur(s) : Société dite : LEYBOLD AKTIENGE-
SELLSCHAFT. — DE.

⑦2 Inventeur(s) : Hermann Stumpp ; Horst Ranke ; Alok
Choudhury ; Harald Scholz ; Gerhard Brückmann ; Walter
Dietrich ; Herbert Stephan.

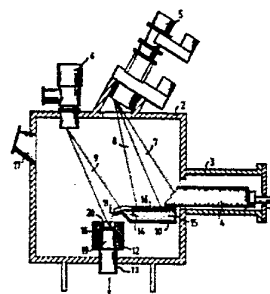
⑦3 Titulaire(s) :

⑦4 Mandataire(s) : Cabinet Beau de Loménie.

⑤4 Procédé et appareil pour éviter les pertes par évaporation d'éléments d'alliage dans la fusion par faisceaux électroniques.

⑤7 L'invention a pour objet un procédé et un appareil pour éviter les pertes par évaporation d'éléments d'alliage dans la fusion par faisceaux électroniques.

Selon l'invention, une auge de cuivre 10 refroidie par l'eau avec lèvre de déversement 11 est disposée dans la chambre de fusion sous vide 2 dans la zone d'action d'un premier canon à faisceaux électroniques 5, une barrière mécanique 14 refroidie par l'eau dans le voisinage immédiat de la lèvre de déversement 11 retenant la couche de laitier 16 recouvrant la matière fondue 15 et la lèvre de déversement 11 guidant la masse fondue 15 qui déborde dans une coquille 12 qui se trouve dans la zone d'action d'un second canon à faisceaux électroniques 6, qui maintient liquide la masse fondue 18 se trouvant dans la coquille 12, la masse fondue 18 dans la coquille 12 étant elle-même recouverte d'une couche de laitier 20.



FR 2 635 335 - A1

D

L'invention concerne un procédé et un appareil pour éviter les pertes par évaporation d'éléments d'alliage dans la fusion par faisceaux d'électrons.

05 De tous les procédés de fusion et refusion, comme la fusion par induction sous vide (FIV), la fusion à l'arc sous vide (FAV), la refusion par laitier électrique (RLE) et la fusion par faisceaux d'électrons (FFE), on obtient par la fusion par faisceaux d'électrons la plus haute pureté concernant les inclusions non métalliques. Pour la fabrication de métaux de haute pureté tels
10 que zirconium, titane, niobium et autres, ce procédé est utilisé aujourd'hui de plus en plus.

Dans la fusion d'alliages par faisceaux électroniques, par exemple de superalliages et d'alliages de titane réfractaires ayant des teneurs relativement élevées en éléments d'alliage tels
15 que chrome, aluminium et manganèse, il se produit une perte de ces éléments par évaporation. En raison de la très faible pression régnant dans la chambre du four (entre 10^{-3} mbar et 10^{-5} mbar) et de la forte surchauffe locale de la surface du bain métallique, en particulier au point d'impact des électrons, l'évaporation ne peut
20 pas être évitée. Un problème particulier est le fait que les pertes par évaporation ont lieu de manière incontrôlée et ne sont pas constantes pendant tout le processus de fusion. Il n'est donc pas possible à ce jour de compenser les pertes par évaporation par élévation correspondante de la concentration de l'alliage en
25 substance mise en jeu.

On a maintenant montré que dans la fusion à débordement (ou sole froide) par faisceaux électroniques (Electron Beam Cold
Hearth Remelting) d'un alliage NiCr d'une teneur en chrome de 30 % à une température moyenne du bain de 1700°C , on peut perdre environ
30 30 % de la teneur en chrome par évaporation. On a en outre constaté que la perte par évaporation dépend, dans des conditions par ailleurs identiques, de la durée de séjour de la masse fondue dans l'auge refroidie par l'eau. Plus la durée de séjour est longue, plus la perte est élevée. On a déjà proposé d'augmenter la vitesse
35 de fusion. Pour maintenir le niveau de la perte en-dessous de limites acceptables, la vitesse de fusion doit être si élevée que

la fabrication de lingots de superalliages exempts de ségrégation à solidification dirigée n'est pas possible. Pour ces raisons, le procédé de refusion par faisceaux électroniques ne pouvait pas être utilisé pour la fabrication d'alliages réfractaires, malgré quelques avantages saillants par rapport aux autres procédés de refusion.

Comme on l'a déjà indiqué, l'évaporation des éléments d'alliage dans la fusion par débordement par faisceaux d'électrons est influencée en premier lieu par deux facteurs d'influence, à savoir la forte surchauffe locale de la masse fondue, d'une part et la durée de séjour de la masse fondue dans l'auge refroidie par l'eau, d'autre part. Pour garantir la solidification dirigée, on ne peut pas augmenter à volonté la vitesse de fusion et donc diminuer la durée de séjour, de sorte que la forte surchauffe locale de la masse fondue, en particulier au point d'impact des électrons, doit être évitée.

Le problème de la présente invention consiste donc à limiter le plus complètement possible l'évaporation des éléments d'alliage par des mesures métallurgiques appropriées.

Le problème est résolu selon l'invention par le fait que l'apport de chaleur dans le bain métallique a lieu indirectement par l'intermédiaire d'une couche de protection recouvrant la masse fondue, par exemple une couche de scorie ou laitier.

Le laitier ne constitue pas ici seulement une couche protectrice, mais peut assurer en outre une purification du métal en le débarrassant d'oxydes et de sulfures. Dans ce but, le laitier doit présenter, pour l'utilisation dans le procédé de fusion par faisceaux électroniques, des propriétés physiques et chimiques particulières :

- le laitier doit rester stable à des pressions données (10^2 à 10^{-5} mbar) et des températures allant jusqu'à 2500°C ;
- la température du liquidus du laitier doit être plus faible que la température du procédé ;
- la composition du laitier doit être choisie de telle sorte qu'il soit en équilibre thermodynamique avec les éléments d'alliage individuels de la masse liquide.

Pour un alliage Ti6Al4V, le bain métallique liquide dans l'auge est avantageusement recouvert d'une couche de laitier d'environ 6 mm d'épaisseur, le laitier étant constitué d'environ 45 % d' Al_2O_3 , environ 48 % de CaO, environ 6 % de MgO et les impuretés d'accompagnement.

Dans un appareil pour la mise en oeuvre du procédé, une auge de cuivre refroidie par l'eau avec lèvre de décharge est disposée dans la chambre de fusion sous vide dans la zone d'action d'un premier canon à faisceaux d'électrons, une barrière mécanique dans le voisinage immédiat de la lèvre de déversement retenant la couche de laitier qui recouvre le produit fondu et la lèvre de déversement dirige la masse fondue qui déborde dans une coquille qui se trouve dans la zone d'action d'un second canon à faisceaux d'électrons, qui maintient liquide la masse fondue se trouvant dans la coquille et qui est elle-même recouverte d'une couche de laitier.

- Le laitier doit être capable d'absorber les oxydes et sulfures.

Le laitier est de préférence formé d'un système d'oxydes, par exemple de CaO, Al_2O_3 , MgO, TiO_2 , ZrO_2 entre autres, ces oxydes présentant une faible tension de vapeur (point d'ébullition supérieur à 2000°C) et étant solubles entre eux en toutes proportions dans le domaine liquide. Les tensions de vapeur des oxydes individuels peuvent être encore abaissées selon la loi de Raoult

$$p_x = N_x \times p_x^*$$

dans laquelle

p_x = tension de vapeur de la substance X dissoute,
 N_x = fraction molaire de la substance X dissoute,
 p_x^* = tension de vapeur de la substance X pure.

Avec un acier CrNi 18/8, le bain métallique liquide dans l'auge est avantageusement recouvert d'une couche de laitier d'environ 6 mm d'épaisseur, le laitier étant constitué d'environ 45 % d' Al_2O_3 , environ 48 % de CaO, environ 6 % de MgO et les impuretés d'accompagnement.

L'invention permet les possibilités de mise en oeuvre les plus diverses ; l'une d'elles est représentée plus en détail dans le dessin ci-annexé qui représente la coupe longitudinale de l'installation.

05 Le four de fusion à débordement par faisceaux électroniques consiste essentiellement en une chambre principale 2 fermée de tous les côtés avec une chambre latérale 3 disposée sur une paroi latérale, dans laquelle le lingot 4 à refondre est dépla-
10 çable. Deux canons à faisceaux d'électrons 5, 6 sur la paroi supérieure de la chambre principale 2 sont disposés de telle sorte que leurs faisceaux d'électrons 7, 8, 9 sont dirigés sur la face avant du lingot à refondre 4, sur la masse fondue dans une auge 10 refroidie par l'eau, maintenue de manière étanche aux gaz au-dessous du lingot 4, sur la lèvre de déversement 11 et la masse
15 fondue 18 dans la coquille 12 refroidie par l'eau. Le creuset comporte une bride de raccordement 13 pour un dispositif de soutirage de lingot. L'auge 10 est munie d'une barrière mécanique 14 refroidie par l'eau, qui retient la couche de laitier flottant sur la masse métallique 15, c'est-à-dire qu'elle assure que
20 celle-ci ne se déplace pas sur la lèvre de déversement 11. Enfin, il y a encore dans la portion de paroi de la chambre 2 opposée au lingot 4 une fenêtre d'observation stroboscopique 17, qui permet de contrôler le procédé de fusion.

Dans le four de fusion à débordement par faisceaux élec-
25 troniques, on forme d'abord dans l'auge de cuivre 10 refroidie par l'eau une masse métallique 15 de l'alliage à refondre. On applique une couche de laitier 16 composée d'oxydes sur le métal fondu et on la chauffe par le faisceau d'électrons 8 au moyen du canon à
30 faisceaux d'électrons 5. Pour empêcher un entraînement du laitier 16 dans la coquille 12 refroidie par l'eau, il est retenu dans l'auge 10 par la barrière mécanique 14 refroidie par l'eau. La fourniture de chaleur dans le métal liquide 18 dans l'auge 10 a donc lieu indirectement par l'intermédiaire de la couche de laitier 16. On fait maintenant fondre de manière connue le lingot 4 à
35 refondre au moyen du faisceau d'électrons 7, de sorte que les gouttes métalliques tombent dans l'auge 10 à travers la couche de

laitier 16. La masse fondue coule goutte à goutte sur la lèvre de déversement 11 de l'auge 10 dans la coquille 12 refroidie par l'eau. Habituellement, la surface du bain métallique dans la coquille 12 est également chauffée par un faisceau d'électrons 9 au moyen d'un second canon à faisceaux d'électrons 6. Des pertes par évaporation en éléments d'alliage peuvent aussi se produire ici. Il est donc recommandé de recouvrir le bain métallique liquide 18 dans la coquille 12 par le même laitier 16, de sorte que la fourniture de chaleur dans la masse de la tête de lingot ne se produit que par l'intermédiaire de la couche de laitier 20. Cette manière de procéder a encore l'avantage supplémentaire que le lingot 19 qui se solidifie, comme dans le procédé RLE, est entouré d'une mince peau de laitier, ce qui conduit à une surface très propre du lingot.

Dans le procédé selon l'invention, on peut adapter la vitesse de fusion et donc la durée de séjour de la masse fondue dans l'auge 10 de manière correspondant à l'alliage à refondre, sans courir le risque qu'il se produise des pertes incontrôlées excessives en éléments d'alliage tels que chrome et aluminium, par évaporation. Dans la fusion par faisceaux électroniques de métaux et d'alliages, la purification des masses fondues par élimination des inclusions d'oxydes a lieu principalement par flottation. Les oxydes flottent sur la surface du bain et sont retenus au maximum contre l'entraînement dans la coquille 12 par la barrière mécanique 14 refroidie par l'eau. Dans le cas de superalliages réfractaires et d'alliages de titane, les inclusions d'oxydes consistent principalement en particules réfractaires très fines d' Al_2O_3 et de TiO_2 . En raison de la température moyenne du bain d'environ $1700^{\circ}C$, ces particules sont solides et flottent sous forme de poudre sur la surface du bain. Il existe donc le risque que les oxydes puissent être partiellement entraînés avec la coulée de métal dans la coquille 12 malgré la barrière 14. Dans le procédé selon l'invention, ces oxydes sont absorbés par le laitier liquide 16, ce qui empêche l'entraînement des oxydes solides.

Les avantages du procédé selon l'invention sont exposés ci-après à l'aide de deux exemples :

1. Refusion d'un alliage CrNi 18/8

Dans le four de refusion à débordement représenté schématiquement dans le dessin annexé, on fabrique un lingot de 100 mm de diamètre et d'une longueur de 800 mm. Pendant tout le processus de fusion, le bain de métal liquide dans l'auge 10 est recouvert d'une couche de laitier 16 d'environ 6 mm d'épaisseur. Le laitier consiste en environ 45 % d' Al_2O_3 , environ 48 % de CaO , environ 6 % de MgO et le reste d'impuretés d'accompagnement inévitables. La vitesse de fusion est de 80 kg/h.

A titre comparatif, on fabrique un second lingot de mêmes dimensions et dans les mêmes conditions de fusion, mais sans recouvrement par du laitier du bain métallique dans l'auge. Tandis que les teneurs en éléments d'alliage, tels que carbone, nickel, silicium et molybdène coïncident dans les deux lingots avec celles du matériau de départ, on peut constater de nettes différences concernant le manganèse, le chrome et l'oxygène.

		Mn en %	Cr en %	O ppm
20	Matériau de départ	1,28	18,4	120
	Masse fondue par faisceaux électroniques			
	- sans couche de laitier	0,22	17,6	23
	- sous couche de laitier	0,36	18,1	14

Comme le montrent les résultats, les pertes par évaporation d'éléments à tensions de vapeur plus élevées, surtout le chrome, peuvent être nettement diminuées. On doit tenir compte dans ce cas que la surface du métal liquide n'est pas recouverte de laitier dans la coquille, de sorte que le manganèse et le chrome pouvaient s'évaporer librement. L'élimination des inclusions d'oxydes de la masse fondue est également nettement meilleure avec la couche de laitier, comme le montre nettement la teneur en oxygène.

2. Refusion de l'alliage Ti6Al4V

Comme on l'a déjà décrit dans le premier exemple, cet alliage de Ti est fondu dans les mêmes conditions. On obtient les valeurs suivantes :

05

	Al en %
Matériau de départ	6,1
Masse fondue par faisceaux électroniques	
10 - sans couche de laitier	4,8
- sous couche de laitier	5,9

On observe ici également une diminution accentuée de la perte d'aluminium dans la fusion sous une couche de laitier.

REVENDEICATIONS

1. Procédé pour éviter les pertes par évaporation d'éléments d'alliage dans la fusion par faisceaux électroniques, caractérisé en ce que la fourniture de chaleur dans le bain métallique (15) est produite indirectement par l'impact du faisceau d'électrons (8) par l'intermédiaire d'une couche protectrice recouvrant la masse fondue, par exemple une couche de laitier (16).
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le laitier (16) est constitué d'un ou plusieurs oxydes, par exemple de CaO , Al_2O_3 , MgO , TiO_2 , ZrO_2 , les oxydes étant solubles entre eux sans limitation dans le domaine liquide et leurs tensions de vapeur pouvant être abaissées selon la loi de Raoult.
3. Procédé selon les revendications 1 et 2, caractérisé en ce que par exemple pour un alliage CrNi 18/8, le bain métallique liquide (15) est recouvert dans l'auge (10) d'une couche de laitier (16) d'environ 6 mm d'épaisseur, le laitier (16) étant constitué d'environ 45 % d' Al_2O_3 , environ 48 % de CaO , environ 6 % de MgO , et des impuretés d'accompagnement inévitables.
4. Procédé selon les revendications 1 et 2, caractérisé en ce que pour un alliage Ti6Al4V, le bain métallique liquide (15) dans l'auge (10) est recouvert d'une couche de laitier (16) d'environ 6 mm d'épaisseur, le laitier étant constitué d'environ 45 % d' Al_2O_3 , environ 48 % de CaO , environ 6 % de MgO et des impuretés d'accompagnement inévitables.
5. Appareil pour la mise en oeuvre du procédé selon les revendications précédentes, caractérisé en ce qu'une auge de cuivre (10) refroidie par l'eau avec lèvre de déversement (11) est disposée dans la chambre de fusion sous vide (2) dans la zone d'action d'un premier canon à faisceaux électroniques (5), une barrière mécanique (14) refroidie par l'eau dans le voisinage immédiat de la lèvre de déversement (11) retenant la couche de laitier (16) recouvrant la matière fondue (15) et la lèvre de déversement (11) guidant la masse fondue (15) qui déborde dans une coquille (12) qui se trouve dans la zone d'action d'un second canon

à faisceaux électroniques (6), qui maintient liquide la masse fondue (18) se trouvant dans la coquille (12), la masse fondue (18) dans la coquille (12) étant elle-même recouverte d'une couche de laitier (20).

