



⑪ Numéro de publication : **0 268 627 B1**

⑫ **FASCICULE DE BREVET EUROPEEN**

④⑤ Date de publication du fascicule du brevet :
20.03.91 Bulletin 91/12

⑤① Int. Cl.⁵ : **B22F 9/10, B01J 2/02**

②① Numéro de dépôt : **87903345.4**

②② Date de dépôt : **27.05.87**

⑧⑥ Numéro de dépôt international :
PCT/FR87/00182

⑧⑦ Numéro de publication internationale :
WO 87/07546 17.12.87 Gazette 87/28

⑤④ **PROCEDE ET DISPOSITIF DE GRANULATION D'UN MATERIAU FONDU.**

③⑩ Priorité : **13.06.86 FR 8608543**

④③ Date de publication de la demande :
01.06.88 Bulletin 88/22

④⑤ Mention de la délivrance du brevet :
20.03.91 Bulletin 91/12

⑧④ Etats contractants désignés :
AT BE CH DE FR GB IT LI LU NL SE

⑤⑥ Documents cités :
EP-A- 0 194 847
DE-B- 1 268 792
FR-A- 348 930
FR-A- 1 125 042
FR-A- 2 391 799
US-A- 1 395 442

⑦③ Titulaire : **EXTRAMET INDUSTRIES**
24A rue de la Résistance
F-74100 Annemasse (FR)

⑦② Inventeur : **CHALEAT, Bernard**
Norcler
F-74160 Saint Julien en Genevoix (FR)
Inventeur : **VAXELAIRE, Philippe**
5, rue Henri Jaccaz
F-74100 Ville la Grand (FR)

⑦④ Mandataire : **Thibon-Littaye, Annick**
Cabinet A. THIBON-LITTAYE 11 rue de l'Etang
F-78160 Marly-le-Roi (FR)

EP 0 268 627 B1

Il est rappelé que : Dans un délai de neuf mois à compter de la date de publication de la mention de la délivrance du brevet européen toute personne peut faire opposition au brevet européen délivré, auprès de l'Office européen des brevets. L'opposition doit être formée par écrit et motivée. Elle n'est réputée formée qu'après paiement de la taxe d'opposition (Art. 99(1) Convention sur le brevet européen).

Description

La présente invention concerne le domaine de la granulation, c'est-à-dire celui de la réalisation de particules sphéroïdales ou granules solides à partir d'un matériau fondu, notamment à partir d'un bain de métal fondu, les granules se formant après solidification dudit matériau.

L'invention concerne, plus précisément, un procédé pour granuler des métaux ou alliages métalliques à partir d'une masse de ces matériaux en fusion. Dans la présente description, la notion de métal désignera également des alliages de deux ou plusieurs métaux ainsi que tout composé minéral ou organique contenant un métal. Toutefois, on notera que l'invention pourra aussi s'appliquer à certains matériaux non métalliques dont la granulation pose sensiblement les mêmes problèmes que celle des métaux.

De façon plus spécifique, l'invention a pour objet un procédé de granulation suivant lequel on assure la pulvérisation d'un matériau fondu, puis sa solidification sous forme de granules.

Diverses solutions ont déjà été proposées pour assurer la granulation des métaux. On pourra se référer à celles décrites dans les brevets DE n° 1 268 792, et FR n° 2 391 799, dans lesquels la pulvérisation du métal fondu est assurée en lui imprimant un mouvement de rotation générateur d'une force centrifuge. La rotation du métal liquide y est obtenue sous l'influence d'un champ magnétique tournant produit par un stator entourant un tube où circule le métal liquide et qui possède à sa partie inférieure un fond percé d'un orifice calibré par lequel le métal sort en voile conique. Il forme alors des granules par refroidissement dans une atmosphère appropriée.

Ces dispositifs et procédés, on le conçoit, impliquent la présence de matériel cher et une mise en oeuvre qui n'est pas toujours aisée. Ces difficultés sont, plus particulièrement liées à la présence de générateurs de champs magnétiques rotatifs qui constituent une source de panne et représentent des frais supplémentaires, ne serait-ce qu'en dépenses énergétiques. Il est, en outre, nécessaire de déterminer les vitesses de rotation des champs pour obtenir les meilleurs résultats, cette mise au point étant parfois délicate.

La granulation des métaux pose en plus un problème spécifique, qui est liée à la présence d'impuretés, provenant souvent d'une tendance prononcée à l'oxydation. Toutes les techniques appliquées à ce jour, avec ou sans champ tournant, n'ont pas permis de résoudre ce problème. Même si l'on assure une purification extrêmement poussée du métal juste en amont du dispositif de pulvérisation, ce qui complique encore les installations, on retrouve des particules d'impuretés qui se répartissent de manière inhomogène dans les gouttelettes et qui conduisent à des granules de granulométrie et de composition varia-

bles, présentant des formes et des surfaces trop irrégulières.

Pour parvenir à une meilleure granulation, la présente invention propose de réaliser la pulvérisation au moyen de dispositifs délimitant mécaniquement la circulation du matériau fondu en lames hélicoïdales vers l'orifice de pulvérisation. De tels dispositifs étant en eux-mêmes connus pour la pulvérisation de l'eau sous pression ($6 \cdot 10^5$ Pa (6 bars) en général), il convient de souligner que leur emploi n'a jamais été envisagé comme une solution au problème ci-dessus, dans un contexte impliquant la solidification des gouttelettes à partir d'un matériau pouvant contenir des impuretés.

Ainsi l'invention a pour objet un dispositif de granulation comportant des moyens de chauffage (17) d'un matériau à granuler pour provoquer sa fusion et des moyens d'alimentation (14) en matériau fondu dans un conteneur (1) terminé par un orifice (9) de pulvérisation du matériau en gouttelettes à l'entrée d'une enceinte de refroidissement (12) où les gouttelettes se solidifient en granules, caractérisé en ce que ce conteneur (1) comporte au moins un élément hélicoïdal (5, 6, 7) apte à imposer une circulation du matériau fondu en lames hélicoïdales, et en ce que ledit élément hélicoïdal est constitué par au moins une rainure creusée dans une pièce (4) de forme générale cylindrique, logée, sans jeu, dans une partie cylindrique dudit conteneur (1).

Ces rainures peuvent être au nombre de deux, trois ou en nombre plus élevé, mais de préférence au plus égal à cinq. Le nombre de trois apparaît, en général, comme le mieux approprié.

Le conteneur peut donc être constitué à ce niveau par un tube cylindrique et les rainures peuvent être taillées dans une pièce amovible, de forme générale également cylindrique, qui est logée, sans jeu, dans ledit conteneur. Il est toutefois possible que le conteneur ait une autre forme et présente, par exemple, une certaine conicité.

Le conteneur peut avantageusement se terminer par un cône intérieur, dont l'angle varie dans la gamme de 30 à 90 degrés, la partie inférieure de ce cône intérieur débouchant sur l'orifice du conteneur par lequel peut s'écouler, en voile, le matériau liquide que l'on désire transformer en granules ou billes solides. En quelque sorte, l'orifice constitue le sommet du cône.

Dans des conditions préférées de mise en oeuvre de l'invention, notamment pour la granulation de matériaux métalliques, et notamment de métaux réactifs et oxydables comme le calcium et le magnésium, le diamètre de l'orifice de pulvérisation peut être compris entre 1 et 5 millimètres, sur une longueur de 0,5 à 5 millimètres, et le pas des rainures peut être compris entre 10 et 50 millimètres. Le nombre et la section des rainures sont de préférence choisis pour que la somme de leurs sections de passage au maté-

riau fondu soit au moins égale à 2,5 fois la section de l'orifice. Ce rapport est avantageusement compris entre 2,5 et 10 de préférence entre 3 et 5.

Par ailleurs, le dispositif de l'invention comporte avantageusement des moyens pour appliquer une pression réglable au matériau alimentant le conteneur, cette pression étant comprise entre 1.10^5 et 3.10^5 Pa (1 et 3 bars) dans les conditions les mieux appropriées.

Dans la mise en oeuvre de l'invention au moyen du dispositif ci-dessus, le réglage de cette pression permet de déterminer la vitesse de rotation du matériau imposée par la circulation hélicoïdale, et par conséquent la granulométrie des billes obtenues après solidification. On peut ainsi déplacer le spectre granulométrique par exemple entre 200 à 1000 microns, 500 à 1800 microns, 1000 à 2500 microns pour du calcium ou du magnésium. Cependant on ne fabrique jamais simultanément des particules très fines (inférieures à 50 microns) qui seraient très dangereuses dans le cas de ces métaux réactifs.

On notera que la technique proposée par l'invention permet de s'affranchir de toute opération de lavage du calcium ou du magnésium par des sels minéraux fondus. La grande vitesse de rotation, l'absence de filtre, l'absence de points morts dans la circulation du métal fondu, font que les oxydes en suspension ne peuvent pas se décanter. La suspension reste homogène jusque dans les granules solidifiées. En outre, le matériau sortant d'un cône terminé par un orifice unique forme une lame tronconique qui s'évase et se brise en gouttelettes, ce qui assure un bon taux de remplissage de l'enceinte de refroidissement et qui est favorable à une solidification rapide et homogène.

Un élément supplémentaire qu'il est souvent utile de prendre en considération concerne le matériau constituant la buse de pulvérisation, donc l'orifice, la pièce interne à rainures et le conteneur, au moins dans leur surface en contact avec le matériau fondu à granuler. En effet, des tensions superficielles respectives, dépend l'épaisseur des lames liquides qui joue sur la dimension des granules fabriquées. Dans le cas des métaux réactifs la pulvérisation s'effectue dans un milieu inerte, constitué par un gaz rare tel que l'hélium ou l'argon. Le molybdène semble alors le matériau le mieux approprié pour les parties mécaniques intervenant dans la pulvérisation, d'autant plus qu'il n'est pas sensible à l'usure dans le temps.

On décrira maintenant plus en détails une forme de réalisation particulière de l'invention qui en fera mieux comprendre les caractéristiques essentielles et les avantages, étant entendu toutefois, que cette forme de réalisation est choisie à titre d'exemple et qu'elle n'est nullement limitative. Sa description est illustrée par les figures annexées, dans lesquelles :

La figure 1 montre le dispositif de granulation dans son ensemble ;

La figure 2 est une vue en coupe du dispositif de

pulvérisation ;

La figure 3 est une vue de dessus de la figure 2.

Conformément à la figure 1, le dispositif de granulation comporte une enceinte de refroidissement 12 dans laquelle s'effectue la solidification des gouttelettes de métal liquide formées à la sortie d'un dispositif de pulvérisation 13. L'enceinte 12 est sous forme d'une tour verticale et le dispositif de pulvérisation 13 à vortex est situé à son sommet. Elle est remplie d'un gaz neutre tel que l'argon pour permettre la granulation de métaux réactifs comme le calcium et le magnésium. A son extrémité inférieure se trouve un sas 11 par lequel sont évacués les granules ou billes obtenus. L'alimentation en métal fondu vers le dispositif de pulvérisation 13 est assurée par une conduite 14 à partir d'un four de fusion du métal 17. Ce four contient la masse de métal en fusion 16 dans une cellule étanche 20. Le prélèvement du métal y est assuré par la conduite 14 plongeant dans cette masse, à travers un filtre 15.

La cellule étanche 20 est connectée à ce sas 19 par lequel s'effectue l'alimentation en métal solide. Elle est également connectée à une conduite 18 d'alimentation de gaz. Le gaz admis est un gaz neutre, plus particulièrement l'argon. Il remplit la cellule 20 au-dessus de la masse fondue 16 et exerce sur celle-ci une pression qui peut être réglée entre 1.10^5 et 3.10^5 Pa (1 et 3 bars) suivant la dimension granulométrique souhaitée pour le produit obtenu.

Le dispositif 13, qui assure la pulvérisation du métal fondu par un effet de vortex, est représenté sur les figures 1 et 2.

Sur la figure 2, on distingue un conteneur 1, de forme générale cylindrique, c'est-à-dire dont la partie interne est cylindrique au moins dans sa partie supérieure, dans lequel on fait arriver le métal liquide suivant la flèche 2, par le biais d'un tube 3 soudé sur le conteneur 1. Ce tube prolonge verticalement la conduite 14 de la figure 1.

A l'intérieur du conteneur 1, et dans la partie inférieure de celui-ci, est disposée, sans jeu, une pièce 4 de section transversale cylindrique, sur les parois internes de laquelle ont été taillées trois rainures hélicoïdales 5, 6, 7, chacune de section rectangulaire. Cette pièce est montée de manière amovible dans le conteneur 1. Elle comporte un doigt axial 21 qui permet de l'extraire aisément.

La partie inférieure du conteneur 1 se termine par un cône 8 dont le sommet, situé vers le bas, débouche sur l'orifice calibré 9 qui est prévu dans la partie inférieure du conteneur 1. L'angle au sommet de ce cône est généralement compris entre 30 et 90 degrés et de préférence de l'ordre de 45 degrés.

Lorsque le métal fondu sous pression arrive au niveau de la pièce 4, il se met en rotation du fait de l'action mécanique exercée par les rainures hélicoïdales 5, 6, 7 qui l'obligent à circuler en nappes hélicoïdales dans les seuls passages ménagés par ces

rainures entre la pièce 4 et la paroi interne du conteneur.

Au niveau du cône 8, et du fait de la forme de ce cône, le mouvement de rotation (vortex) s'accélère et le matériau liquide forme une lame tronconique avant de s'échapper par l'orifice 9, en un voile 10 qui est le plus généralement creux. Il s'agit d'un voile tronconique où le flux liquide se brise en gouttelettes et qui s'évase dans l'enceinte de refroidissement. Ceci est dû à un effet de convergent-divergent au niveau de l'orifice 9, par le fait que le liquide est plaqué par la force centrifuge sur le cône 8, en une lame tronconique creuse à l'intérieur de laquelle se crée une dépression.

Dans un exemple particulier de mise en oeuvre de l'invention, de bons résultats ont été obtenus avec des métaux réactifs (calcium et magnésium), en adoptant un pas de rainures d'environ 15 mm, ces rainures ayant une section rectangulaire de 5 à 6 mm². Le diamètre de sortie de l'orifice 9 était de l'ordre de 2 à 4 mm, c'est-à-dire assez grand en regard de la dimension granulométrique recherchée pour les gouttelettes et pour les billes obtenues par solidification des gouttelettes. Ceci éliminait de façon significative, sinon totale, les possibilités de bouchage du dispositif. Ceci constitue un avantage très important par rapport aux solutions proposées dans l'art antérieur qui consistaient à faire passer le métal liquide dans des orifices calibrés, car du fait du petit diamètre de ceux-ci, ces dispositifs avaient tendance à s'encrasser ou s'obstruer.

En adoptant les paramètres précités, il a été possible d'obtenir des billes ou granules métalliques ayant un diamètre compris entre 0,5 et 1,5 mm, ce qui représente une homogénéité satisfaisante.

Selon un exemple plus précis, on a opéré sur du calcium fondu à 870°C, avec solidification par refroidissement à la température ambiante de l'atelier. Le dispositif de pulvérisation présentant un angle du cône intérieur 8 de 45 degrés, un orifice 9 de 2,6 mm de diamètre sur une hauteur de 4 mm, et la pièce centrale 4 comportaient trois rainures de section 2,45 × 2,50 mm. Dans ces conditions le rapport R de la somme des sections des rainures à la section de l'orifice est égal à 3,66. La pièce centrale et le conteneur étaient constitués de molybdène.

Avec une pression d'alimentation du calcium liquide de 2.10⁵ Pa (2 bars), on a obtenu une production de 165 kg par heure de billes de 0,75 mm de diamètre, avec une répartition granulométrique correspondant à 85% en poids de billes de 0,2 à 1 mm et 15% en poids de billes de 1 à 1,3 mm de diamètre.

En opérant de la même manière sur du magnésium, après avoir remplacé la pièce centrale par une pièce à deux rainures de section 2,9 × 3 mm (conduisant à un rapport R de 3,41), on a obtenu des billes de diamètre moyen 0,42 mm, dont 92% en poids entre 0,2 et 1 mm et 8% en poids entre 0,2 et 0,1 mm.

Naturellement, la description qui précède n'est pas limitative. Il est à noter en particulier que les éléments hélicoïdaux en relief prévus à l'intérieur du conteneur afin de mettre en mouvement rotatif le matériau liquide et donner naissance à l'effet de vortex peuvent prendre des formes autres que des rainures ménagées à l'intérieur du conteneur ou dans une pièce ajoutée à l'intérieur de celui-ci, de la façon précédemment indiquée. Constitue également une solution possible le fait de prévoir à l'intérieur de ce conteneur non plus des profils creux comme des rainures, mais des profils formant des projections vers l'intérieur du conteneur et également de forme hélicoïdale, ce qui a également pour résultat de mettre en rotation le métal liquide traité par l'effet de vortex. Il est toutefois apparu, que cette solution, bien que conduisant également à la formation de granules, est moins satisfaisante.

Par ailleurs, les dispositions géométriques et dimensions utilisées dans les exemples ci-dessus sont celles qui sont illustrées sur la figure 2, avec une pièce 4 cylindrique, dont la section terminale inférieure occupe la base du cône 8, cette pièce ayant un diamètre de 18 mm et une longueur de 15 mm. D'une manière plus générale sur ce point, de telles pièces utilisables selon l'invention présentent avantageusement un diamètre compris entre 10 et 30 mm et une longueur comprise entre 10 et 40 mm.

Revendications

1. Dispositif de granulation comportant des moyens de chauffage (17) d'un matériau à granuler pour provoquer sa fusion et des moyens d'alimentation (14) en matériau fondu dans un conteneur (1) terminé par un orifice (9) de pulvérisation du matériau en gouttelettes à l'entrée d'une enceinte de refroidissement (12) où les gouttelettes se solidifient en granules, caractérisé en ce que ce conteneur (1) comporte au moins un élément hélicoïdal (5, 6, 7) apte à imposer une circulation du matériau fondu en lames hélicoïdales, et en ce que ledit élément hélicoïdal est constitué par au moins une rainure creusée dans une pièce (4) de forme générale cylindrique, logée, sans jeu, dans une partie cylindrique dudit conteneur (1).

2. Dispositif selon la revendication 1, caractérisé en ce que ladite pièce (1) est amovible et interchangeable.

3. Dispositif selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que ledit conteneur (1) se termine par un cône intérieur (8) dont l'angle est de l'ordre de 30 à 90 degrés, le sommet étant ledit orifice (9).

4. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que le diamètre de l'orifice de pulvérisation (9) est compris entre 1 et 5 millimètres, sur une longueur de 0,5 à 5 millimètres et en ce que le pas des rainures est compris entre 10 et

50 millimètres.

5. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que le nombre et la section des rainures sont tels que la somme de leurs sections de passage au matériau fondu soit au moins égal à 2,5 fois la section de l'orifice (9), ce rapport étant avantageusement compris entre 2,5 et 10 et de préférence entre 3 et 5.

6. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce qu'il comporte des moyens (18) pour appliquer une pression réglable au matériau alimentant le conteneur, cette pression étant de préférence comprise entre $1 \cdot 10^5$ et $3 \cdot 10^5$ Pa.

7. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que pour la granulation de métaux réactifs, ledit conteneur (1) et ladite pièce (4) sont en molybdène.

Ansprüche

1. Granuliereinrichtung mit einer Heizvorrichtung (17) für zu granulierendes Material, zur Einleitung dessen Schmelzvorgangs, und einer Zuführvorrichtung (14) für geschmolzenes Material in einen Behälter (1), der am Eingang einer Abkühleinfassung (12), wo die Tröpfchen zu Körnchen erstarren, in einer Öffnung (9) zur Pulverisierung des Materials in Tröpfchen endet, dadurch gekennzeichnet, daß dieser Behälter (1) wenigstens ein schraubenförmiges Element hat (5, 6, 7), das dazu geeignet ist, eine Zirkulation des geschmolzenen Materials in schraubenförmige Streifen herbeizuführen und dadurch, daß dieses schraubenförmige Element aus wenigstens einer Rille besteht, die in ein im wesentlichen zylindrisch geformtes Teil (4) eingebracht ist, das ohne Spiel in ein zylindrisches Teilstück des Behälters (1) eingesetzt ist.

2. Einrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Teil (4) abnehmbar und auswechselbar ist.

3. Einrichtung nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß der Behälter (1) durch einen inneren Kegel (8) begrenzt ist, dessen Winkel in der Größenordnung zwischen 30 und 90 Grad liegt, wobei die Spitze die Öffnung (9) ist.

4. Einrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß der Durchmesser der Öffnung (9) zur Pulverisierung zwischen 1 und 5 Millimetern liegt, und zwar auf einer Länge von 0,5 bis 5 Millimetern, und dadurch, daß die Ganghöhe der Rillen zwischen 10 und 50 Millimetern beträgt.

5. Einrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Anzahl und der Querschnitt der Rillen so sind, daß die Summe ihrer Schmelzmaterialdurchlaßquerschnitte mindestens gleich 2,5 mal der Querschnitt der Öffnung (9) ist, wobei dieses Verhältnis vorteilhafterweise zwischen

2,5 und 10 liegt, und vorzugsweise zwischen 3 und 5.

6. Einrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß sie eine Vorrichtung (18) beinhaltet zur Ausübung eines regulierbaren Drucks auf das Material, das den Behälter speist, wobei dieser Druck vorzugsweise zwischen 1×10^5 und 3×10^5 Pa liegt.

7. Einrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß für die Granulierung von reaktiven Metallen der Behälter (1) und das Teil (4) aus Molybdän bestehen.

Claims

1. Granulation device comprising means (17) for heating a material to be granulated in order to cause it to melt and means (14) for supplying the molten material to a container (1) terminated by an orifice (9) for atomization of the material into droplets at the inlet of a cooling chamber (12) where the droplets solidify into granules, characterized in that the container (1) comprises at least one helical member (5, 6, 7) adapted to impose a helical blade-type circulation on the molten material and in that this helical member is formed by at least one groove provided in a generally cylindrical part (4) which is housed without any clearance in a cylindrical portion of the container (1).

2. Device as claimed in claim 1, characterized in that the member (1) is detachable and interchangeable.

3. Device as claimed in claims 1 or 2, characterized in that the container (1) is terminated by an inner cone (8) whose angle is of the order of 30° to 90° , the apex being the orifice (9).

4. Device as claimed in any one of claims 1 to 3, characterized in that the diameter of the atomization orifice (9) is between 1 and 5 mm over a length of 0.5 to 5 mm and in that the pitch of the grooves is between 10 and 50 mm.

5. Device as claimed in any one of claims 1 to 4, characterized in that the number and the cross-section of the grooves are such that the sum of their sections for passage of the molten material is at least 2.5 times the cross-section of the orifice (9), this ratio advantageously being between 2.5 and 10 and preferably between 3 and 5.

6. Device as claimed in any one of claims 1 to 5, characterized in that it comprises means (18) for applying an adjustable pressure to the material supplying the container, this pressure preferably being between $1 \cdot 10^5$ and $3 \cdot 10^5$ Pa.

7. Device as claimed in any one of claims 1 to 6, characterized in that the container (1) and the part (4) are of molybdenum for the granulation of reactive metals.

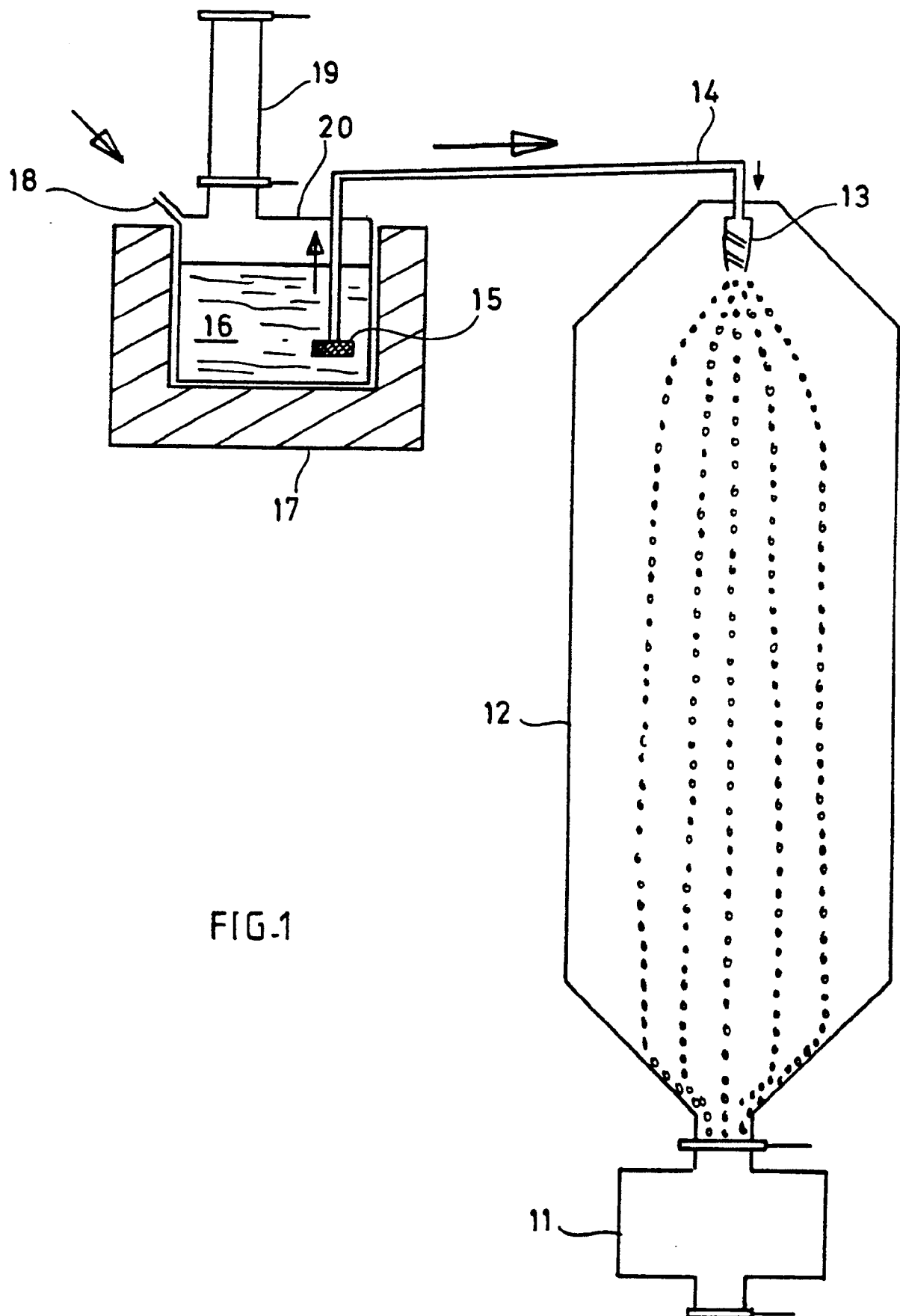


FIG. 1

FIG-2

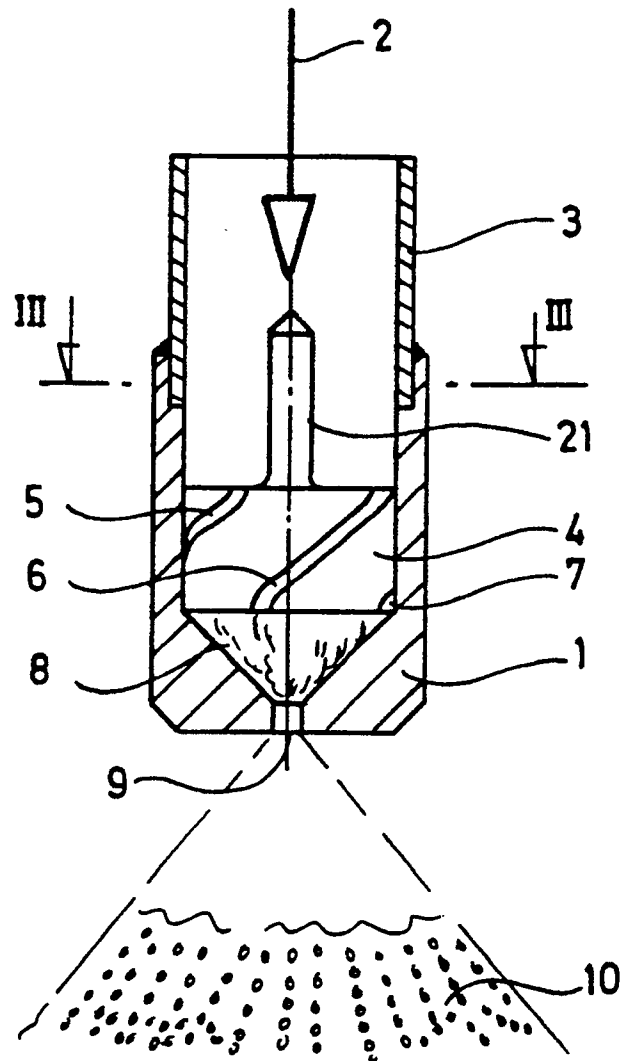


FIG-3

