RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) N° de publication : **2 490 975**
(A n'utiliser que pour les commandes de reproduction).

A1

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

(21) **N° 81 18432**

(54) **Procédé de production d'objets en forme.**

(51) Classification internationale (Int. Cl.³). **B 22 F 1/00, 3/00.**

(22) Date de dépôt ..... 30 septembre 1981.
(33) (32) (31) Priorité revendiquée : *Suède, 1er octobre 1980, n° 80 06867-9.*

(41) Date de la mise à la disposition du public de la demande ..... B.O.P.I. — « Listes » n° 13 du 2-4-1982.

(71) Déposant : Société dite : UDDEHOLMS AKTIEBOLAG, résidant en Suède.

(72) Invention de : Per Hellman.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Cabinet Z. Weinstein,
20, av. de Friedland, 75008 Paris.

La présente invention se rapporte à un procédé de production d'objets en forme, en particulier d'objets ayant une coupe irrégulière, consistant à tasser à chaud et de façon isostatique, de la poudre métallique.

Si de très petits grains sont formés directement d'un métal fondu, comme de l'acier fondu, chaque grain peut être considéré comme un petit lingot. Comme les gouttelettes qui forment les grains individuels sont refroidies extrêmement rapidement, les ségrégations dans les grains sont évitées et les grains peuvent avoir une composition très homogène. Ces conditions sont bien connues et sont utilisées pour la production d'aciers de haute qualité susceptibles de ségrégations, par exemple des aciers rapides. Selon un procédé, connu sous la désignation de méthode ASP (marque déposée), de la poudre d'acier de ce type est produite par fragmentation d'un jet d'un métal fondu dans une atmosphère d'un gaz inerte. La poudre sous forme de petites sphères qui ont été protégées de l'oxydation par l'atmosphère inerte pendant la production mais également par la forme sphérique qui donne un faible rapport surface/volume, est versée dans une capsule en plaque mince. La capsule est ensuite fermée et l'air est évacué, ensuite la capsule et son contenu sont chauffés et soumis à un tassement isostatique jusqu'à densité complète. La billette formée de cette façon est forgée et ensuite laminée d'une façon traditionnelle. Le procédé donne une matière première pour la production d'outils très qualifiés ayant de bonnes caractéristiques, et a par conséquent trouvé un usage de plus en plus important.

On a également proposé de produire, à la façon de la métallurgie des poudres, des outils ayant la configuration des outils finalement formés à produire. L'avantage de ce procédé en comparaison à celui rapidement décrit ci-dessus, nécessitant un travail traditionnel (travail plastique ainsi qu'usinage) est que plusieurs étapes peuvent être éliminées, pouvant permettre une production à des prix réduits. Selon une tendance proposée de

développement, on fabrique un corps en poudre frittée ou agglomérée où un matériau d'infiltration est forcé à s'infiltrer. Cette technique cependant, ne peut être utilisée que pour des produits à des demandes modérées en ce qui concerne la dureté et la résistance à l'usure. Par exemple, pour des outils en acier rapide, il faut un corps en acier rapide homogène principalement. Dans ces cas, par conséquent, la fabrication nécessite un tassement isostatique à chaud. Selon un tel procédé, qui, à un certain point a eu du succès, on produit une poudre par atomisation d'eau. La poudre est ensuite chauffée jusqu'à la température de recuit afin de retirer les oxydes et également afin de réduire la dureté. Ensuite, la poudre peut être pressée à froid à la forme souhaitée et être agglomérée à une densité presque complète à une température suffisamment élevée pour que la structure du matériau soit influencée. Ce processus peut être approprié à la production de pièces soumises à l'usure et autres outils assez simples mais non pas pour des outils en acier rapide et analogues, sur lesquels les conditions de résistance mécanique et à l'usure sont sévères.

Dans la production de produits très qualifiés, comme des outils en acier rapide, à la forme ultime à partir d'une poudre de métal, il semble qu'il y ait une condition préalable selon laquelle la matière première est une poudre ayant une très faible teneur en oxygène. Une poudre pouvant répondre à cette demande est la poudre de forme sphérique qui est utilisée dans le procédé ASP. Cependant, un problème posé dans ce contexte, provient du fait que la poudre sphérique ne peut être pressée à un corps vert à la presse isostatique à froid. On a par conséquent proposé d'agencer la poudre en capsules de diverses sortes, par exemple dans des récipients calibrés en verre ou à plaques et analogues. Cependant, tous ces procédés comprennent des étapes qui augmentent les prix totaux, et cela est peut être la raison majeure pour laquelle la production par métallurgie des poudres d'outils

très qualifiés à une forme ultime n'a pas percé à un point important.

La présente invention a pour objet un procédé pour la production en métallurgie des poudres, d'outils très qualifiés et autres articles à leur forme ultime ou à une forme qui correspond au moins approximativement à la forme ultime souhaitée de l'article. Plus particulièrement, la présente invention a pour objet de résoudre les problèmes ci-dessus mentionnés.

Selon l'invention, on utilise, comme matière première, une poudre dnt les grains individuels ont une forme sensiblement sphérique. Avantageusement, la poudre se compose de poudre atomisée au gaz ayant une faible teneur en oxygène, bien qu'en principe on puisse également considérer une poudre atomisée à l'eau, à condition que la poudre soit désoxydée avant traitement continu. Par exemple, on peut avantageusement utiliser la méthode utilisée dans le procédé ASP. Selon cette méthode, on utilise de l'azote ou de l'argon comme gaz d'atomisation. Le même gaz est également contenu dans la tour de refroidissement où les gouttelettes se solidifient ainsi le produit fondu, les gouttelettes qui sont formées et la poudre solidifiée ne peuvent s'oxyder. Le procédé est révélé par exemple dans le brevet U.S. N° 3 813 196. De cette façon, la matière première pour la présente invention est avantageusement obtenue, cette poudre se composant de particules sphériques ayant un diamètre moyen compris entre 100 et 200 μ. La teneur en oxygène est inférieure à 100 ppm et normalement elle est de l'ordre de 50 ppm.

La poudre sphérique qui est ainsi produite est concassée selon l'invention en particules mineures de forme irrégulière. L'opération de concassage peut être accomplie de plusieurs façons possibles. Par exemple, la poudre peut être désintégrée par procédé "de courant froid". Selon ce procédé, la poudre est refroidie par de l'azote liquide et ainsi elle est extrêmement fragile. Au moyen du gaz refroidi, la poudre est jetée contre une paroi refroidie, elle est

donc concassée par impact. Cependant, cette technique présente un inconvénient parce qu'elle consomme beaucoup d'énergie. De préférence, par conséquent, la poudre est désintégrée par broyage à l'état humide sans accès d'air. Comme liquide de broyage on peut utiliser du dichlorométhane (CH_2Cl_2), de l'éthanol (C_2H_5OH) ou autre liquide non-oxydant ayant une forte pression de vapeur, de façon qu'il puisse facilement être retiré après broyage. Le dichlorométhane a un point d'ébullition de 41°C.

Selon le procédé de concassage, la poudre désintégrée est séchée afin de retirer le liquide de broyage. L'opération de séchage peut forcer la poudre à s'agglomérer en amas assez durs. Par conséquent, le matériau séché est broyé pendant un court instant tandis qu'il est à l'état sec afin de rompre les amas et de rétablir la poudre au même état qu'avant séchage. Le même type de broyeur peut être utilisé que dans l'opération de broyage à l'état humide.

Après concassage, séchage éventuel et post-traitement, la poudre est soumise à un recuit léger . Le recuit léger a pour but de rendre les particules plastiquement déformables afin de pouvoir obtenir un corps vert d'une résistance suffisante par l'opération à la presse à froid qui suit. Le recuit léger est accompli sans présence de gaz oxydant, comme dans une atmosphère réductrice, dans une atmosphère qui est chimiquement inerte en ce qui concerne la poudre de métal, par exemple à l'azote ou à l'argon ou de préférence sous vide. Afin d'obtenir une réduction très considérable de la dureté, on peut chauffer la poudre jusqu'à la température d'austénisation, ce qui signifie environ 850°C pour de l'acier rapide, ensuite la température est abaissée au-delà du nez de perlite jusqu'en dessous de la température Ac_1 où le matériau est maintenu pendant 10-20 heures. Le procédé de recuit léger de la poudre présente un inconvénient cependant parce que la poudre en grains très fins s'agglomère facilement en agrégats très durs aux températures

supérieures. Par conséquent, on peut proposer, malgré le fait que cela ne donne pas une réduction aussi importante de dureté mais cependant suffisante dans le présent cas, que le traitement d'austénisation soit éliminé. A la place, la poudre est chauffée de la température ambiante directement à une température immédiatement en dessous de sa température Ac_1 , ainsi la poudre est doucement recuite à l'état ferritique, on obtient donc une poudre de métal qui dans le cas de l'acier rapide a une structure se composant sensiblement de martensite surtrempée. Un temps de maintien approprié est de 10 à 20 heures.

La poudre doucement recuite est ensuite introduite dans un moule compressible qui a été configuré selon un modèle. On peut principalement considérer un grand nombre de divers matériaux du moule, comme le métal, la matière plastique et autres. De préférence, cependant, le moule se compose de caoutchouc. Un tel moule peut facilement être produit selon la technique connue, en moulant en coquille du caoutchouc sur un modèle, et ensuite , le moule est égalisé. Avant d'introduire la poudre dans le moule, on peut y amener un lubrifiant ou un liant, par exemple du stéarate de zinc. Cependant, un agent tel que le stéarate de zinc présente un inconvénient parce que le carbone dans la poudre d'acier peut réduire le zinc qui s'intègre dans l'alliage en poudre. Comme autre alternative, on peut par conséquent également considérer des liants organiques, qui peuvent rester dans la poudre jusqu'à la température de frittage où ils se vaporisent. Cependant, dans des expériences on a envisagé que par la combinaison du concassage de la poudre et du recuit léger, on pouvait obtenir une si bonne capacité d'auto-liaison de la poudre que l'addition de liants supplémentaires avant opération à la presse à froid pouvait être totalement évitée. Par conséquent, dans le mode de réalisation préféré de l'invention, la poudre est pressée à froid sans addition d'un liant supplémentaire.

Avant de presser à froid, le gaz est évacué du moule qui est ensuite obturé. L'opération est par conséquent

accomplie d'une façon qui peut être connue, en pressant à froid dans une émulsion d'eau à une pression dépassant 1000 bars et dépassant avantageusement 4000 bars. Plus particulièrement, l'opération est accomplie en tant qu'opération à la presse isostatique à froid ce qui signifie qu'elle est accomplie à une température inférieure à la température de frittage de la poudre de métal. Normalement, l'opération à la presse à froid est accomplie à la température ambiante, mais il est principalement possible de l'effectuer à une température supérieure à condition qu'elle soit en dessous de la température de frittage. Cela peut dans certains cas être avantageux. Ainsi, cela peut permettre d'utiliser des moules plastiques qui sont raides et ont une mauvaise flexibilité à la température ambiante mais qui, à la température plus élevée, sont plus flexibles et par conséquent plus compressibles.

Quand le tassement isostatique à froid est fini, le moule est retiré du corps vert. Dans le cas où le moule se compose de caoutchouc, il est tourné pour le retirer du corps vert, ensuite il peut être utilisé de façon répétée. Le corps vert extrait est ensuite fritté. Si le corps vert contient un lubrifiant ou un liant, celui-ci est d'abord retiré. Le frittage est accompli sans aucun accès de gaz oxydant. De préférence, le frittage est accompli sous vide. La température et la durée du frittage sont adaptées à la composition du présent alliage, à la dimension du grain de la poudre et aux dimensions du corps vert, on obtient donc un corps fritté ayant des pores fermés , c'est-à-dire ne communiquant pas, sans rendre grossière la structure du matériau. En général, la température de frittage doit être juste en dessous de la température du solidus du matériau, c'est-à-dire pour de l'acier rapide, à une température comprise entre 1100 et 1300°C. Le temps de maintien est normalement compris entre 1 et 24 heures. L'invention présente un avantage parce que le temps de maintien peut être maintenu comparativement court par le fait que l'on obtient un effet de frittage suffisant,rapidement,grâce au

nombre très élevé de surfaces de contact par volume unitaire. Cela à son tour signifie que toute croissance importante de carbure peut être évitée.

Enfin, le corps fritté est tassé de façon isostatique et à chaud jusqu'à 100% de densité. Cela est effectué d'une façon connue à une très haute pression qui, dans les dispositifs existants, est de l'ordre de 1000 bars en utilisant de l'argon comme fluide pour presser. La température est normalement de 1000 à 1200°C et le temps de maintien de l'ordre de 1 heure. Eventuellement, le corps fritté est préchauffé avant le tassement isostatique à chaud.

Des matériaux composés peuvent également être produits en utilisant les principes de l'invention, auquel cas la poudre peut être formée sur un noyau d'un matériau solide. Dans l'alternative, il est également possible de prévoir une poudre de différents types adjacents les uns aux autres et selon l'invention, de les forcer à se combiner en un article. Les différentes parties de cet article peuvent ainsi obtenir une composition chimique différente ainsi que des caractéristiques différentes.

On décrira maintenant le meilleur mode de mise en oeuvre de l'invention.

Comme matière première, on utilise une poudre d'acier rapide atomisée au gaz, dont les particules sphériques ont des dimensions moyennes de grain de 150 µm, avec une teneur en oxygène de l'ordre de 50 ppm. Par exemple, l'acier rapide peut être de la qualité UHB ASP 23 ayant pour composition nominale 1,27% C, 4,2% Cr, 5,0% Mo, 6,4% W, 3,1% V, le reste étant du fer et des impuretés (W-No 3344; AISI M3:2).

La poudre est broyée à l'état humide avec du dichlorométhane, CH_2Cl_2, comme liquide de broyage pendant 100 heures dans un broyeur d'un type approprié. Pendant des essais en laboratoire, un petit broyeur du type à tige a été utilisé de façon favorable. Le produit broyé est séché sous vide pour expulser le liquide de broyage. Par cette

opération de séchage, on obtient un agglomérat sous forme d'amas qui sont broyés en une courte période de temps, environ 5 minutes, dans le même broyeur afin de réétablir la poudre fine. La poudre est doucement recuite à 780°C, 20 heures, sous vide. Cette opération peut de nouveau provoquer une certaine étendue d'agglomération. Afin de désintégrer ces agglomérats, on utilise un procédé de déchirement. Dans les essais en laboratoire qui ont été accomplis, les amas de poudre ont été déchirés essentiellement sans aucune déformation plastique par traitement à la main dans un mortier. La poudre est ensuite introduite dans le moule en caoutchouc configuré selon le présent modèle. Le gaz dans le moule est évacué et le moule est ensuite obturé et ce moule avec son contenu de poudre est tassé à froid à 4000 bars pendant 10 minutes sous une pleine pression, au total 1 heure. La forme en caoutchouc est ensuite retournée et le corps vert est fritté sous vide, 1190°C, 1 heure. Le corps fritté est refroidi à la température ambiante et est préchauffé à 1150°C et il est tassé à la presse isostatique à chaud à 1000 bars, 1150°C, 1 heure. Par suite, on obtient un corps libre de pores, de fortes inclusions de scories et ayant des carbures importants.

REVENDICATIONS

1.- Procédé de production d'objets en forme, en particulier d'objets ayant une coupe transversale irrégulière, du type consistant à tasser de la poudre de métal à la presse isostatique à chaud, caractérisé en ce que :

a) on utilise comme matière première, une poudre, dont les grains ont une forme sensiblement sphérique,

b) la poudre sensiblement sphérique est concassée en particules mineures de forme irrégulière,

c) un corps vert est formé à partir de la poudre concassée,

d) le corps vert est fritté de façon à obtenir des pores fermés c'est-à-dire non communiquants, et

e) le corps fritté est soumis à un tassement isostatique à chaud à pleine densité.

2.- Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on utilise comme matière première, une poudre atomisée au gaz ayant une faible teneur en oxygène.

3.- Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que la poudre précitée de forme sensiblement sphérique est concassée à une forme minuscule irrégulière essentiellement sans adopter d'oxygène.

4.- Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'un lubrifiant est mélangé à la poudre concassée, comme du stéarate de zinc, avant de former le corps vert.

5.- Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que la poudre, avant d'établir le corps vert, est formée dans une enveloppe dont l'intérieur a la forme souhaitée de l'article à produire, par exemple un moule en caoutchouc.

6.- Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que la poudre concassée est pressée, de préférence à la presse isostatique

à froid, en un corps vert.

7.- Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que le corps vert précité est fritté en au moins deux étapes, pendant une étape d'introduction tout lubrifiant est expulsé et pendant une étape suivante, on obtient un effet de frittage amenant les pores fermés c'est-à-dire non communiquants sans que la structure du matériau ne soit rendue grossière.

8.- Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que la poudre se compose d'une poudre d'acier rapide.

9.- Procédé selon l'une quelconque des revendications 6 à 8, caractérisé en ce que la poudre concassée est doucement recuite avant tassement à la presse isostatique à froid.

10.- Procédé selon la revendication 9, caractérisé en ce que le tassement isostatique à froid de la poudre doucement recuite et concassée est accompli sans aucun liant supplémentaire.