

12

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

22 Date de dépôt : 09.07.99.

30 Priorité :

43 Date de mise à la disposition du public de la
demande : 12.01.01 Bulletin 01/02.

56 Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du
présent fascicule*

60 Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

71 Demandeur(s) : PECHINEY RHENALU Société ano-
nyme — FR et ALUMINIUM PECHINEY — FR.

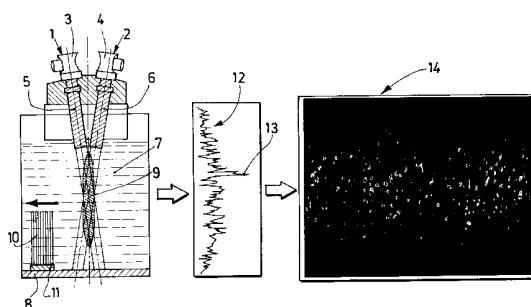
72 Inventeur(s) : MULLER JEAN, LE BRUN PIERRE et
ODIEVRE THIERRY.

73 Titulaire(s) :

74 Mandataire(s) : PECHINEY.

54 PROCEDE ET DISPOSITIF AMELIORES DE COMPTAGE DES INCLUSIONS DANS UN BAIN DE METAL
LIQUIDE PAR ULTRASONS.

57 Procédé de visualisation, de mesure de la taille et de
comptage individuels des inclusions en suspension dans un
métal liquide en mouvement (7), à l'aide d'un capteur com-
prenant au moins une sonde (1) émettant une succession
de tirs de faisceaux d'ultrasons au sein du dit métal liquide,
au moins une sonde (2) recevant les échos réfléchis par les
dites inclusions, et leurs accessoires, caractérisé en ce qu'il
comporte une étape d'étalonnage de la réponse du capteur,
la dite étape mettant en oeuvre au moins un réflecteur éta-
lon (10) de dimension connue stable au cours du temps, des
étapes successives d'acquisition et de traitement des échos
réfléchis, une étape de visualisation, par exemple de type B
scan, et une étape d'analyse d'image pour compter et mesu-
rer le diamètre des inclusions.



PROCEDE ET DISPOSITIF AMELIORES DE COMPTAGE DES INCLUSIONS DANS UN BAIN DE METAL LIQUIDE PAR ULTRA SONS

5 DOMAINE TECHNIQUE

L'invention concerne un procédé et un dispositif améliorés à ultrason permettant de compter les inclusions liquides et/ou solides présentes dans un écoulement de métal liquide circulant généralement dans une cuve ou mieux une goulotte, et de mesurer leur taille. L'invention est applicable en particulier à l'aluminium, au magnésium ou à
10 leurs alliages.

ETAT DE LA TECHNIQUE

Dans le domaine de la coulée de l'aluminium liquide il est de la plus haute importance de contrôler de façon précise la qualité inclusionaire; d'elle, en effet, dépend la qualité et le taux de mise au rebus des tôles minces, en particulier celles obtenues lors
15 de la fabrication des récipients fermés du type boîte de boisson ou aérosol.

Généralement la qualité inclusionaire est déterminée par le taux d'inclusions contenues dans un métal liquide et par leur taille.

Le plus souvent les méthodes de caractérisation partent de prélèvements permettant d'échantillonner au mieux environ 0,01 % du métal liquide. Compte tenu que le
20 niveau du taux d'inclusions à mesurer est faible (de l'ordre de la ppm), qu'il y a peu d'inclusions de grosse taille et que ces dernières sont les plus nuisibles dès que l'on veut obtenir une tôle mince, on voit que ces méthodes par prélèvements présentent le risque de donner des résultats peu représentatifs avec une très faible probabilité de voir les dites inclusions.

25 A titre d'illustration on connaît une méthode, dite Podfa (Porous Disk Filtration of Aluminium), consistant essentiellement à prélever un échantillon de métal liquide de façon discontinue, à le filtrer et à analyser les inclusions récupérées; mais cette

méthode est seulement indicative en taille et en nombre d'inclusions. On connaît également une méthode, dite LIMCA (Liquid Metal Cleanliness Analysis), consistant essentiellement à échantillonner le métal liquide en continu à travers un petit orifice et à y mesurer la variation de résistance du métal liquide à chaque passage d'inclusion; 5 mais cette méthode ne fonctionne pas pour les grosses inclusions (environ 100 μm). Il apparaît donc difficile de bien mesurer, à l'aide de ces méthodes, les progrès qui peuvent être encore faits dans l'élimination des inclusions en particulier celles de grosse taille.

La qualité inclusionnaire peut aussi être évaluée par des mesures faites in situ et en 10 continu à l'aide d'ultrasons; un tel type de méthode peut permettre d'échantillonner jusqu'à 5 % du métal liquide, en particulier quand celui-ci circule dans une goulotte.

Par exemple dans le brevet US 4981045 (University of Toronto) il est décrit une sonde à ultrasons et un procédé mis en œuvre pour tester la présence de défauts, en particulier d'inclusions, dans un creuset de métal liquide. Cette sonde comporte une 15 ligne à retard, faisant la liaison entre le cristal piézoélectrique émetteur-récepteur et le métal liquide, fusible dans ce dernier; pour cela elle est généralement à base du même métal que le métal à analyser et est refroidie pour éviter sa destruction complète. Il y a alors continuité acoustique entre la dite ligne à retard et le dit métal liquide.

La méthode consiste essentiellement à immerger dans le dit métal liquide deux sondes 20 par l'intermédiaire de l'extrémité libre de leur ligne à retard; des trains d'onde sont régulièrement émis et les signaux réfléchis sont analysés. On recueille un pic important dû à l'écho des ultrasons sur la paroi du creuset; une teneur moyenne en inclusions de la fraction de métal analysée est déduite de l'affaiblissement de ce pic, un étalonnage du dit pic étant préalablement fait à l'aide d'un métal réputé pur.

25 Il est aussi fait mention que l'on peut compter le nombre d'inclusions se trouvant à une certaine profondeur dans le volume testé par les sondes en comptant le nombre de pics dus aux réflexions du signal sur les inclusions à l'aide d'un ordinateur et qu'il est difficile de faire des mesures dans tout le métal contenu dans le creuset. Une telle méthode n'est pas étalonnée et le comptage pas précis.

Le brevet US 5708209 (Alcoa) décrit également l'emploi d'un type particulier de sondes, émettrice et réceptrice, avec des lignes à retard fusibles, pour détecter les particules présentes dans un métal liquide. Les mêmes remarques que précédemment peuvent être faites.

- 5 Ces procédés permettent de n'analyser qu'un volume restreint de métal liquide, ne donnent généralement que des renseignements globaux de type indicatif sur les inclusions permettant seulement de dire si le métal liquide est propre ou sale et ne renseigne pas de façon précise sur le nombre et la taille des inclusions.

Des tentatives ont été faites pour essayer d'avoir des renseignements sur la taille des inclusions en introduisant dans de l'aluminium liquide réputé pur des particules de
10 taille connue et en comparant le comptage obtenu avec celui effectué sur le métal à analyser. Une telle méthode n'est pas utilisable industriellement. En effet il apparaît illusoire de vouloir faire passer du métal pur dans une installation industrielle sans risque de le souiller, la mesure d'étalonnage se trouvant de ce fait biaisée; de plus
15 l'introduction de particules est de nature à polluer et perturber fortement le cycle industriel de fabrication.

Par ailleurs pour avoir des renseignements précis sur la taille il faudrait que les particules soient parfaitement sphériques et que la taille des particules contenues dans la coupe granulométrique introduite dans le métal pur soit homogène, ce qui n'est pas
20 habituellement le cas. D'autre part les particules peuvent se faire de l'ombre et s'agglomérer. Tout ceci ne rend pas la méthode fiable et n'est pas simple à réaliser.

Ainsi la demanderesse a cherché une méthode fiable et donnant des résultats significatifs qui permettent d'analyser la qualité inclusionnaire d'un métal liquide. Elle a en particulier cherché une méthode pour compter et donner des renseignements
25 précis sur la taille des inclusions en particulier des grosses inclusions (typiquement supérieures à 50 μm) même en faible quantité, méthode qui soit calibrée, et dont l'exactitude puisse être contrôlée périodiquement sans dérégler le déroulement des opérations industrielles.

DESCRIPTION DE L'INVENTION

L'invention est un procédé de visualisation, de mesure de la taille et de comptage individuels des inclusions en suspension dans un métal liquide en mouvement, à l'aide d'un capteur comprenant au moins une sonde émettant une succession de tirs de faisceaux d'ultrasons au sein du dit métal liquide; au moins une sonde recevant les échos réfléchis par les dites inclusions, et leurs accessoires, caractérisé en ce qu'il comporte une étape d'étalonnage de la réponse du capteur, la dite étape mettant en œuvre au moins un réflecteur étalon de dimension connue stable au cours du temps, des étapes successives d'acquisition et de traitement des échos réfléchis, une étape de visualisation, par exemple de type B scan comme cela sera vu plus loin, et un étape d'analyse d'image pour compter et mesurer le diamètre des inclusions.

Bien que le procédé puisse être mis en œuvre dans tout type de cuve de traitement de métal liquide, il est particulièrement intéressant de l'utiliser dans des goulottes de circulation du dit métal où il permet d'en analyser en continu une proportion importante voire la totalité.

Pour l'étalonnage il est important d'avoir au moins un, de préférence une pluralité de, réflecteur(s) étalon(s) de taille connue individuellement, stable, de géométrie connue et maîtrisée, donnant un écho reproductible au cours du temps. Il est ainsi possible d'établir une courbe d'étalonnage de la réponse du capteur donnant l'amplitude du signal d'écho en fonction des dites dimensions des réflecteurs étalons.

Les réflecteurs peuvent être avantageusement constitués par la section droite de tiges ayant un diamètre calibré. Les tiges, fixées généralement sur un support déplaçable, sont immergées typiquement dans le champ du capteur dans le métal liquide pendant l'étape d'étalonnage, puis retirées hors de son champ pendant les séquences d'analyse du métal liquide; elles peuvent y être réintroduites périodiquement pour vérifier le dit étalonnage. D'autres types de réflecteurs étalons peuvent être utilisés par exemple des sphères ou des cavités calibrées fixées sur un support.

Après avoir établi la courbe de réponse du capteur en fonction du diamètre il est possible de l'extrapoler, par exemple quand le diamètre des réflecteurs étalons les plus petits est de 100 μm , pour de plus petites valeurs du diamètre et de pouvoir ainsi mesurer avec une bonne précision des tailles d'inclusions plus petites, jusqu'à 50 μm et même en dessous.

Les réflecteurs étalons sont typiquement en matière réfractaire et inerte vis à vis du métal liquide, en général de l'alumine dans le cas de l'aluminium; ils peuvent avantageusement être revêtus d'un dépôt de titane pour garantir un bon mouillage par le métal liquide.

10 L'étape de visualisation des signaux peut être réalisée par la juxtaposition des signaux réfléchis successifs, représentation connue sous le nom d'échographie de type B scan. Il est possible d'utiliser une méthode de type C scan.

On voit qu'en procédant selon l'invention, l'étalonnage est simple à mettre en œuvre, ne pollue pas le métal liquide et est rigoureux, compte tenu de la connaissance exacte et individuelle du diamètre des réflecteurs étalons et du fait que l'étalonnage peut être effectué aisément à tout moment à titre de contrôle sans affecter la production. Ainsi la précision de la mesure de la taille des inclusions se trouve garantie.

La figure 1 illustre schématiquement l'invention. La figure 2 donne un exemple de courbe d'étalonnage.

20 Dans la figure 1 on voit que le capteur comprend essentiellement une sonde émettrice (1) et une sonde réceptrice (2). La séparation des fonctions émission et réception permet d'améliorer la sensibilité du capteur. Chaque sonde comporte au moins un élément traducteur à ultrasons (3, 4) (par exemple comportant des transducteurs de type piézoélectrique) prolongé par une ligne à retard (5, 6) faisant la liaison entre le traducteur (3, 4) et le flux de métal liquide (7) circulant dans une goulotte (8) dans le sens de la flèche.

Les caractéristiques de la ligne à retard sont de bien tenir à la température, d'avoir une bonne inertie chimique par rapport au métal liquide, une transparence élevée aux

ultrasons et d'être bien mouillée par le dit métal liquide pour que la transmission du signal se fasse avec le moins de pertes possibles. Les matériaux convenant pour cette application sont généralement des métaux tels que Fe, Al, Zr, Ti, Nb ou des céramiques comme TiB₂, quartz, carbure, nitrure, oxycarbure, oxycarbonitrure (SiAlON). Quand la ligne à retard est du même métal que le métal liquide analysé, il
5 convient de la refroidir pour éviter sa destruction.

L'intersection des faisceaux émis et reçus respectivement par les sondes émettrice (1) et réceptrice (2) forment une tache focale (9) qui est le volume à l'intérieur duquel l'étalonnage est fait et les inclusions analysées. La tache focale peut intéresser toute la
10 hauteur de la veine de métal liquide dans la goulotte et son volume peut représenter jusqu'à 10% du volume du métal circulant dans la goulotte, voire davantage, jusqu'à la totalité, selon la forme de la goulotte.

Le réflecteur étalon de la figure comprend un jeu de tiges réfractaires inertes (10) de diamètres variés, généralement supérieurs à 100 μm , mais connus; les dites tiges sont
15 fixées verticalement sur un support mobile (11) posé sur le fond de la goulotte (8). Lors de l'étape d'étalonnage ou des contrôles épisodiques effectués au cours des séquences de mesure, le support est déplacé de façon à amener les tiges(10) dans la tache focale (9) puis à les en retirer.

A l'aide de ce dispositif on émet des tirs successifs d'ultrasons. La fréquence des
20 ultrasons est choisie généralement dans une gamme de 5 à 50 MHz ce qui correspond à une limite de détection typique des particules ($\lambda/10$) comprise respectivement entre 100 et 10 μm . La fréquence des tirs est habituellement d'environ de 1 kHz.

L'étape d'acquisition et de traitement des signaux est réalisée informatiquement et conduit à chaque tir à un diagramme (12) comportant un bruit de fond et des pics (13)
25 correspondants à des réflexions sur les obstacles réflecteurs (les inclusions et/ou les réflecteurs étalons (10)) situés dans la tache focale (9). Quand la dite tache focale (9) occupe toute la hauteur de la veine de métal liquide, on note des pics correspondants aux échos du fond de la goulotte.

Comme cela a été déjà dit, l'amplitude du signal d'écho obtenu dans ce diagramme varie avec le diamètre de l'obstacle réflecteur pour une fréquence d'ultrasons donnée. A titre d'illustration la figure 2 montre une courbe détalonnage obtenue à l'aide des réflecteurs étalons (10) de diamètres variés et donnant l'amplitude du signal reçu (en ordonnée) en fonction du diamètre des obstacles réflecteurs (en abscisse). Cette courbe permet une extrapolation aisée du côté des petits diamètres dans le cas où on ne disposerait pas d'étalonnage dans cette zone.

Les informations correspondant aux diagrammes successifs (12) sont ensuite traitées informatiquement dans l'étape de visualisation à l'aide d'une représentation du type B scan pour obtenir une image (14) des échos des obstacles réflecteurs, glissante à la vitesse de la veine de métal liquide, sur laquelle les dits échos sont représentées par des taches dont l'intensité est liée à la taille des dits obstacles. On voit qu'après avoir étalonné ces taches à l'aide des réflecteurs étalons calibrés (10), il est aisé de compter et mesurer le diamètre des inclusions de façon précise à l'aide d'une analyse d'image.

Le procédé est surtout intéressant pour compter de façon précise les plus grosses inclusions typiquement supérieures à $100\ \mu\text{m}$ qui sont généralement peu nombreuses, donc difficiles à repérer par les autres méthodes d'analyse, mais qui sont les plus nuisibles.

La présente invention permet avantageusement d'analyser la totalité d'un flux de métal liquide circulant dans un récipient ou une goulotte. Pour cela il suffit de disposer plusieurs sondes, avec leur ligne à retard, cote à cote ou en quinconce en travers du flux de métal liquide ou encore de disposer d'un capteur de la largeur du dit flux dans lequel chaque sonde comporte un traducteur multi-éléments comportant une pluralité de transducteurs piézoélectriques contigus prolongés par une ligne à retard également adaptée à la largeur du flux de métal liquide. Dans tous les cas la pluralité de traducteurs est associée à une commande électronique permettant le balayage électronique du faisceau acoustique ainsi constitué. La totalité du flux de métal liquide est analysé dans le mesure où la tache focale traverse toute le veine de métal liquide dans le sens vertical.

REVENDICATIONS

1. Procédé de visualisation, de mesure de la taille et de comptage individuels des inclusions en suspension dans un métal liquide en mouvement (7), à l'aide d'un capteur comprenant au moins une sonde (1) émettant une succession de tirs de faisceaux d'ultrasons au sein du dit métal liquide, au moins une sonde (2) recevant les échos réfléchis par les dites inclusions, et leurs accessoires, caractérisé en ce qu'il comporte une étape d'étalonnage de la réponse du capteur, la dite étape mettant en œuvre au moins un réflecteur étalon (10) de dimension connue stable au cours du temps, des étapes successives d'acquisition et de traitement des échos réfléchis, une étape de visualisation et un étape d'analyse d'image pour compter et mesurer le diamètre des inclusions.
2. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que l'étape d'étalonnage est effectuée en introduisant une pluralité de réflecteurs étalons, de préférence un jeu de tiges, inertes vis à vis du métal liquide, de diamètres calibrés dans la tache focale (9) formée par l'intersection des faisceaux d'ultrasons émis et reçus par les sondes (1, 2).
3. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 ou 2 caractérisé en ce que les ultrasons ont une fréquence comprise entre 5 et 50 MHz.
4. Dispositif permettant de mettre en œuvre le procédé d'analyse des inclusions contenues dans un flux de métal liquide de l'une quelconque des revendications 1 à 3 caractérisé en ce qu'il comprend un capteur à ultrasons comportant au moins une sonde émettrice (1), au moins une sonde réceptrice (2) et leurs accessoires, des réflecteurs étalons, un dispositif d'acquisition et de traitement des échos d'ultrasons réfléchis, un dispositif de visualisation des dites inclusions et un dispositif d'analyse d'image pour les compter et en mesurer le diamètre.

5. Dispositif selon la revendication 4 caractérisé en ce que les réflecteurs étalons comprennent un jeu de tiges inertes de diamètres connus.
 6. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 4 ou 5 caractérisé en ce qu'il comprend des moyens de capteurs à ultrasons pour sonder la totalité de la largeur du flux de métal liquide.
- 5

1/2

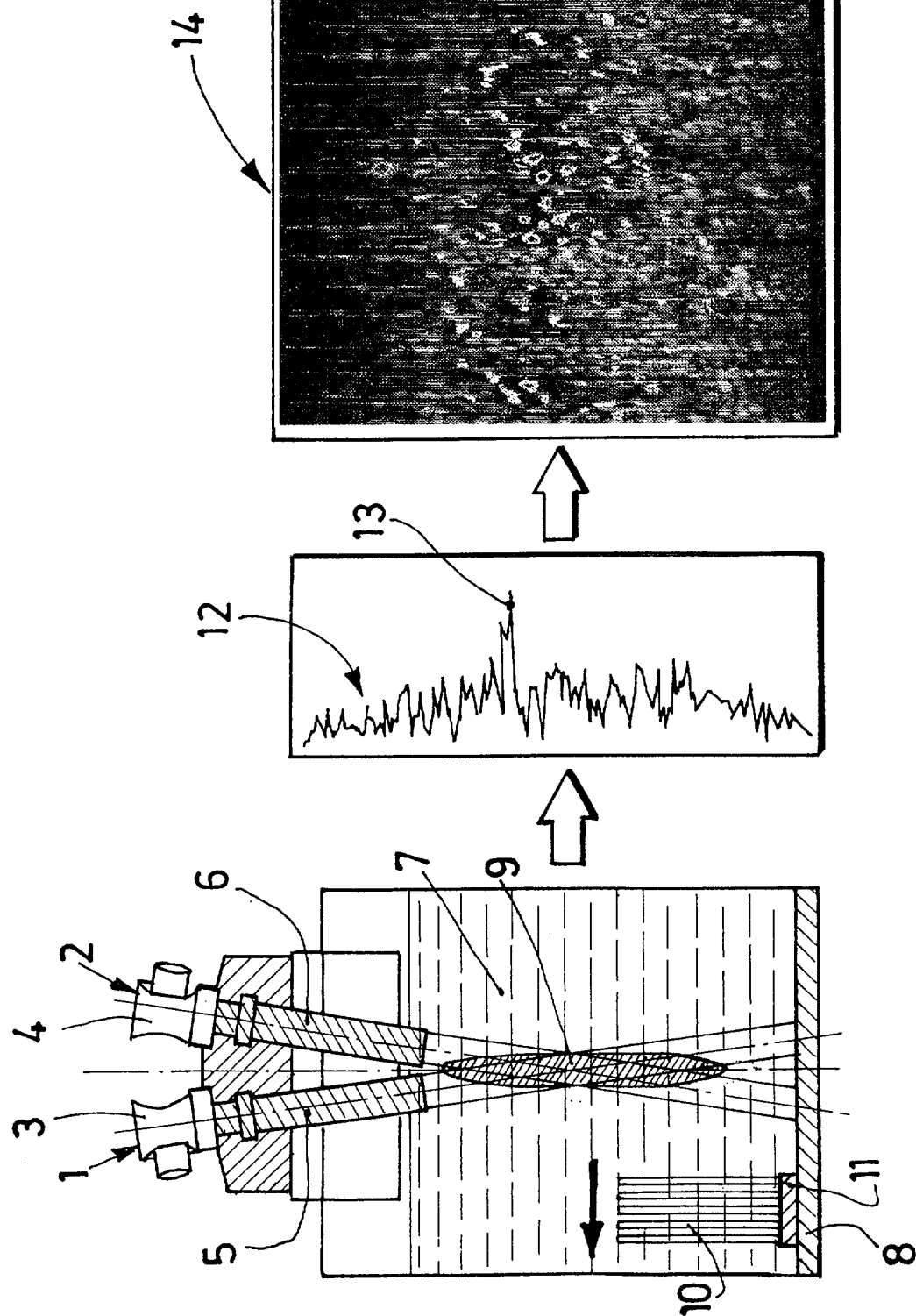
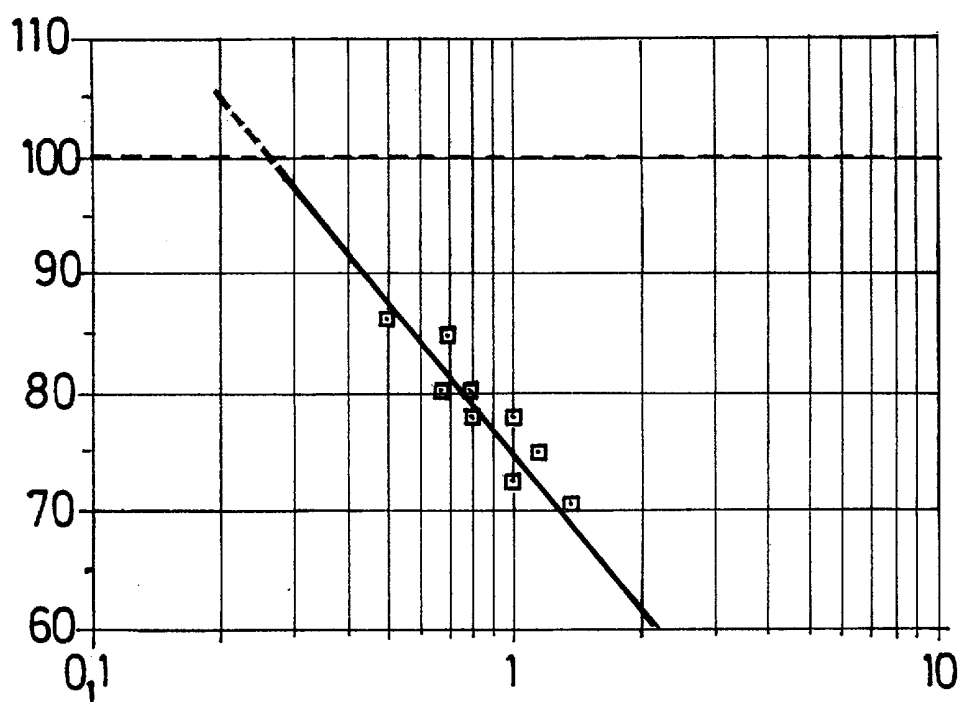


FIG. 1

2/2

FIG.2

INSTITUT NATIONAL
de la
PROPRIETE INDUSTRIELLE

**RAPPORT DE RECHERCHE
PRELIMINAIRE**

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement
national

FA 575684
FR 9909123

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
A	WO 98 46987 A (ABBOTT LABORATORIES) 22 octobre 1998 (1998-10-22) * page 1, ligne 15 - ligne 16 * * page 14, ligne 12 - page 15, ligne 13 * * page 15, ligne 24 - page 16, ligne 2 * * page 17, ligne 17 - page 18, ligne 18 *	1,4
A	US 4 843 866 A (MADSEN) 4 juillet 1989 (1989-07-04) * colonne 1, ligne 24 - ligne 33 * * colonne 3, ligne 54 - ligne 59 * * colonne 7, ligne 35 - ligne 39 * * figure 2 *	1,2,4,5
D,A	US 5 708 209 A (STIFFLER) 13 janvier 1998 (1998-01-13) * abrégé * * colonne 1, ligne 12 - ligne 19 * * colonne 3, ligne 35 - ligne 39 * * colonne 8, ligne 3 - ligne 33 * * figure 3 *	1,3,4
		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.CL.7)
		G01N
Date d'achèvement de la recherche		Examineur
31 mars 2000		Thomas, R.M.
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général O : divulgation non-écrite P : document intercalaire T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant		