



CONFÉDÉRATION SUISSE
INSTITUT FÉDÉRAL DE LA PROPRIÉTÉ INTELLECTUELLE

(11) CH 708 077 B1

(51) Int. Cl.: B01F 15/06 (2006.01)
B22F 1/00 (2006.01)

Brevet d'invention délivré pour la Suisse et le Liechtenstein

Traité sur les brevets, du 22 décembre 1978, entre la Suisse et le Liechtenstein

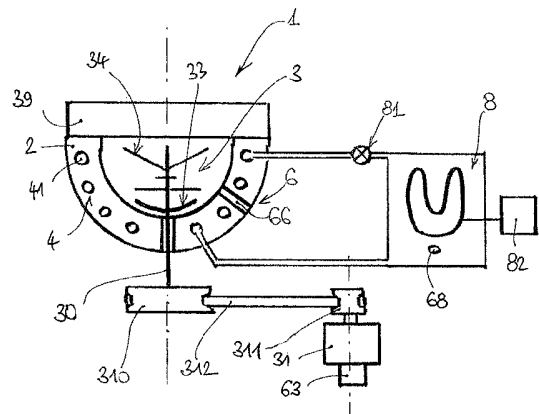
(12) **FASCICULE DU BREVET**

(21) Numéro de la demande: 00984/13	(73) Titulaire(s): Comadur S.A., Col-des-Roches 33 2400 Le Locle (CH)
(22) Date de dépôt: 17.05.2013	
(43) Demande publiée: 28.11.2014	(72) Inventeur(s): Damien Cartier, 25000 Besançon (FR)
(24) Brevet délivré: 13.02.2015	
(45) Fascicule du brevet publié: 13.02.2015	(74) Mandataire: ICB Ingénieurs Conseils en Brevets SA, Faubourg de l'Hôpital 3 2001 Neuchâtel (CH)

(54) **Malaxage de matière première pour métallurgie des poudres.**

(57) Malaxeur (1) de granulés de base dits «feedstock» céramique avec une cuve (2), un moyen de malaxage (3), des moyens d'échange d'énergie thermique (4) comportant des moyens de refroidissement pour le refroidissement du contenu de ladite cuve (2).

Il comporte des moyens de pilotage commandant lesdits moyens d'échange d'énergie thermique (4) qui comportent des moyens de réchauffement (41) agencés pour chauffer le contenu de ladite cuve (2) à une température comprise entre une température inférieure et une température supérieure mémorisées pour un mélange particulier, et lesdits moyens de réchauffement (41) sont agencés pour échanger l'énergie thermique avec un circuit (8) d'échange d'énergie thermique de maintien en température de malaxage, que comporte ledit malaxeur et qui est externe à ladite cuve (2). L'inertie thermique dudit circuit (8) est supérieure à celle de ladite cuve (2) à pleine charge.



Description

Domaine de l'invention

[0001] L'invention concerne un procédé de malaxage de matière première pour métallurgie des poudres, en particulier pour la fabrication de granulés de base dits «feedstock» d'un type de céramique donné à partir d'un mélange particulier comportant au moins une poudre inorganique d'au moins un premier élément de type oxyde ou cermet ou métal ou nitrure ou d'au moins un composé comportant au moins un élément constitué par un oxyde ou un cermet ou un métal ou un nitrure, et au moins un liant organique.

[0002] L'invention concerne encore un malaxeur à contrôle de température pour la fabrication de granulés de base appelés «feedstock» d'un type de céramique donné à partir d'un mélange particulier comportant, d'une part au moins une poudre inorganique d'au moins un premier élément de type oxyde ou cermet ou métal ou nitrure ou d'au moins un composé comportant au moins un élément constitué par un oxyde ou un cermet ou un métal ou un nitrure, et d'autre part au moins un liant organique, ledit malaxeur comportant au moins une cuve dans laquelle est mobile au moins un moyen de malaxage, et comportant des moyens d'échange d'énergie thermique.

[0003] L'invention concerne encore l'utilisation d'un tel malaxeur pour la fabrication sous contrôle de température de granulés de base dits «feedstock» d'un type céramique donné.

[0004] L'invention concerne le domaine de la métallurgie des poudres pour l'obtention de céramiques, et en particulier le processus de malaxage d'un mélange particulier de matières premières pour constituer un matériau intermédiaire appelé «feedstock» destiné à alimenter une presse par injection pour la mise en forme du composant à produire.

Arrière-plan de l'invention

[0005] Dans la fabrication de matériaux durs pour la bijouterie et l'industrie horlogère, ou encore pour des applications techniques telles que le médical, l'électronique, la téléphonie, l'outillage, les plaquettes de coupe d'usinage, l'industrie des biens de consommation, et notamment en ce qui concerne des matériaux durs généralement désignés sous le nom générique de «céramiques» inorganiques, on met en œuvre des techniques de métallurgie des poudres. On appellera ici «céramique» le matériau de synthèse inorganique obtenu, quelle que soit la nature de ce matériau, saphir, rubis, diamant artificiel, glace saphir, céramique, micro-aimant, métal, alliage, ou autre.

[0006] Les matières premières de base sont de différente nature, certaines sont tenues secrètes pour la protection des productions. De façon générale, les matières premières utilisées comportent au moins, d'une part de la poudre de céramique, et d'autre part des liants organiques tels que résines ou matières plastiques ou similaires qui permettent l'injection et la bonne tenue du composant réalisé avec le mélange de l'ensemble des matières premières; d'autres additifs peuvent être incorporés au mélange. On comprend que les matières premières peuvent être de différentes textures: solide, pulvérulente, liquide, ou encore pâteuse. Le mélange peut changer de structure au cours de son élaboration, en particulier, et non limitativement, quand des composants complémentaires d'une résine subissent une réaction de polymérisation.

[0007] Le procédé global de fabrication d'un composant céramique inorganique comporte au moins les étapes suivantes:

- préparation des matières premières;
- mélange(s) des matières premières, ou/et pré-mélange deux à deux (ou plus) si nécessaire;
- malaxage d'homogénéisation;
- granulation
- pressage, notamment dans une chambre de moulage, d'une quantité de poudre ou de granulés de base dits «feedstock» issue du malaxage et de la granulation, pour la réalisation d'une ébauche de composant. Ce pressage peut être réalisé par injection, sous pression, notamment dans un injecteur à vis comportant des moyens de mise en température de cette quantité de poudre ou de granulés de base dits «feedstock» issue du malaxage;
- étuvage de déliantage pour la combustion ou/et la dissolution de certains composants du mélange servant de liant
- traitement thermique de l'ébauche de composant, ou frittage;
- traitement thermique de l'ébauche en sortie de déliantage, pour le frittage donnant sa cohérence finale au composant fini. Ce traitement thermique entraîne un retrait dimensionnel, qui permet l'obtention d'un composant en cotes finies;
- traitement de finition d'aspect du composant.

[0008] Cet exposé simplifié du procédé cache la complexité réelle de mise au point, qui est propre à chaque composition de mélange de matières premières, et à chaque type de composant fini selon ses caractéristiques physiques, notamment de résistance à l'usure et d'aspect, et selon ses caractéristiques mécaniques et chimiques.

[0009] La conduite de chaque étape est délicate, et exige le respect de paramètres précis, sous peine de changements irréversibles de caractéristiques du mélange, de l'ébauche injectée, de l'ébauche déliantée, ou du composant fritté.

[0010] Tout particulièrement, l'étape du malaxage d'homogénéisation est cruciale pour la suite du processus. Cette étape de malaxage peut dans certains cas être combinée avec l'étape préalable de mélange des matières premières, qui peut se faire directement dans le poste de fabrication qu'on appelle ici «malaxeur».

[0011] En effet, lors du malaxage se produisent des réactions entre certaines matières premières, et ces réactions modifient immédiatement les conditions physiques dans lesquels se trouve le mélange en cours de malaxage. En particulier,

des réactions exothermiques non maîtrisées ni compensées peuvent aboutir à une altération complète du mélange, qui est alors inutilisable pour la fabrication du composant final prévu. Les paramètres de température, de vitesse, et de couple, sont à surveiller étroitement. La répétitivité des caractéristiques physiques obtenues in fine est une condition obligatoire, qui impose une régulation parfaite du malaxage, l'anticipation et le contrôle des réactions qui s'y produisent.

[0012] En particulier, quand on malaxe un tel mélange avec des couteaux rotatifs dans un malaxeur, les éléments du mélange montent très vite en température, sous l'effet de la friction, jusqu'à dépasser leur température de fusion et à s'amalgamer sous forme pâteuse. Le problème réside dans le gradient de température extrêmement élevé dans le mélange quand il arrive au voisinage de cette ou ces températures de fusion, avec une valeur de l'ordre de plusieurs °C par seconde, notamment 10 °C par seconde. Il est alors très difficile d'appliquer un refroidissement efficace pour prévenir l'emballement et la détérioration du mélange.

Résumé de l'invention

[0013] L'invention se propose d'améliorer le malaxage en métallurgie des poudres pour l'obtention de céramiques, de façon à obtenir une production de qualité très reproductible, avec un coefficient de retrait maîtrisé, avec une amplitude de dispersion relative inférieure à 2 pour mille, voire à 1 pour mille.

[0014] A cet effet, l'invention concerne encore un procédé de malaxage de matière première pour métallurgie des poudres, en particulier pour la fabrication de granulés de base dits «feedstock» d'un type de céramique donné à partir d'un mélange comportant au moins une poudre inorganique d'au moins un élément de type oxyde ou cermet ou métal ou nitrure ou d'au moins un composé comportant au moins un desdits éléments et au moins un liant organique, selon la revendication 1.

[0015] L'invention concerne encore un malaxeur pour la mise en œuvre d'un tel procédé, selon la revendication 11.

[0016] L'invention concerne encore l'utilisation d'un tel malaxeur pour la fabrication sous contrôle de température de granulés de base dits «feedstock» d'un type céramique donné, selon la revendication 21.

Description sommaire des dessins

[0017] D'autres caractéristiques et avantages de l'invention apparaîtront à la lecture de la description détaillée qui va suivre, en référence aux dessins annexés, où:

- la fig. 1 représente, de façon schématisée, un système de pilotage d'un malaxeur selon l'invention;
- la fig. 2 représente, de façon schématisée, partielle (les liaisons avec le système de pilotage n'étant qu'ébauchées) et en coupe passant par l'axe d'un arbre de malaxage, un malaxeur selon l'invention selon une première variante où la cuve du malaxeur comporte un unique circuit d'échange d'énergie avec un circuit de réchauffage unique;
- la fig. 3 représente, de façon similaire à la fig. 2, une deuxième variante où la cuve du malaxeur comporte deux circuits d'échange d'énergie, l'un échangeant l'énergie avec le circuit de réchauffage de la fig. 2, et l'autre échangeant l'énergie avec un circuit de refroidissement;
- la fig. 4 et la fig. 5 représentent, de façon schématisée et en vue de côté, deux exemples d'arbres de malaxages assemblés selon des compositions différentes;
- la fig. 6 représente, de façon schématisée, partielle (les liaisons avec le système de pilotage n'étant pas représentées) et en vue de dessus, un malaxeur selon la première variante de la fig. 2;
- la fig. 7 représente, de façon analogue à la fig. 6, un malaxeur selon la deuxième variante de la fig. 3;
- la fig. 8 représente, de façon schématisée, partielle (les liaisons avec le système de pilotage n'étant pas représentées) et en vue de dessus, un malaxeur selon l'invention, dont l'arbre de malaxage a été extrait, et remplacé par un ensemble de couteaux et volets mobiles de fractionnement et de concassage d'une galette, en combinaison avec une vis sans fin logée dans une gorge du fond de cuve;
- la fig. 9 représente, sous forme d'un schéma-blocs, une séquence de process de malaxage selon l'invention dans un malaxeur selon l'invention.

Description détaillée des modes de réalisation préférés

[0018] La poudre dite de céramique plus particulièrement mise en œuvre dans le cadre de l'invention est une poudre inorganique d'au moins un élément de type oxyde ou cermet ou métal ou nitrure ou d'au moins un composé comportant au moins un desdits éléments.

[0019] Par exemple, et de façon nullement limitative, cette poudre inorganique comporte du zircon ou de l'alumine, des carbures, des nitrures, ou similaire.

[0020] Ces éléments ou ces oxydes sont sélectionnés pour garantir une dureté élevée, une haute résistance à l'usure, une haute résistance aux efforts mécaniques, et une tenue dans le temps exceptionnelle, sans altération.

[0021] Les liants organiques utilisés, résines ou matières plastiques ou similaires, permettent d'amener cette poudre inorganique à l'opération de pressage ou/et d'injection, avec une viscosité suffisante pour son écoulement dans un moule, tout en ayant une résistance suffisante pour éviter les déformations.

[0022] Le malaxeur selon l'invention, permettant la mise en œuvre du procédé de malaxage décrit plus loin, est polyvalent, et ces exemples de métallurgie des poudres ne sont pas limitatifs de ses utilisations possibles. Par exemple la mise en œuvre de «MIM» (métal injection molding) est également possible.

[0023] Le malaxage a pour but d'enrober les grains de poudre par le ou les liants organiques, de façon à obtenir une pâte homogène.

[0024] Cette pâte homogène devient une masse compacte après refroidissement en sortie du malaxage. Cette masse compacte est ensuite fractionnée par concassage pour l'obtention de granulés de base appelés «feedstock», de composition homogène et de dimensions calibrées, et qui sont prêts à être utilisés en l'état en alimentation d'une presse d'injection par exemple.

[0025] Dans une mise en œuvre particulière, et non limitative, de l'invention, on utilise un malaxeur 1 pour la fabrication de granulés de base dits «feedstock» de type céramique comportant, d'une part au moins une telle poudre inorganique, et d'autre part au moins un liant organique, ce malaxeur 1 comporte au moins une cuve 2. Dans ce malaxeur 1 est mobile au moins un moyen de malaxage 3, plongeant dans une cuve 2 correspondante ou saillant du fond d'une telle cuve 2 tel que représenté sur les figures.

[0026] Le malaxeur 1 comporte des moyens d'échange d'énergie thermique 4, qui peuvent comporter au moins un circuit dans lequel un fluide circule dans une double paroi d'une cuve 2, ou circule dans des serpentins immergés dans une cuve 2, ou autre.

[0027] Le malaxeur 1 comporte avantageusement des moyens de pilotage 5 connectés à des moyens de mesure 6 et à des moyens de mémorisation 7 de paramètres de température en fonction du type de matériau à réaliser.

[0028] Ces moyens de pilotage 5 sont agencés pour la régulation de température de la cuve 2 et l'échange de chaleur entre la cuve 2 et au moins un milieu externe à la cuve 2, par les moyens d'échange d'énergie thermique 4.

[0029] Dans la version la plus simple, les moyens de pilotage 5 sont à commande manuelle, et comportent des moyens de commande des vitesses de rotation de chaque moyen de malaxage 3, et des températures ou/et débits de chaque circuit d'échange d'énergie thermique, au vu d'informations affichées par des moyens de mesure 6 tels que sondes de température situées dans la cuve 2, dans chaque circuit d'échange d'énergie thermique, ou thermomètres plongés dans la pâte, de façon manuelle ou automatisée.

[0030] Dans une fabrication plus automatisée, les moyens de pilotage 5 comportent au moins un automate programmable capable d'effectuer ces actions en fonction de programmes de production mémorisés pour chaque type de matériau inorganique dit «céramique» à produire.

[0031] Ces moyens de pilotage 5 peuvent, selon le degré d'automatisation de l'installation, contrôler notamment ces moyens d'échange d'énergie thermique 4, en corrélation avec des valeurs de vitesse d'arbre ou/et de circulation de la masse compacte mesurées, de températures de masse compacte ou/et de cuve mesurées, et avec des valeurs-seuil, en particulier de température, imposées pour la fabrication d'un produit donné. L'ensemble des paramètres relatif à un produit donné, stocké dans les moyens de mémorisation 7, permet avantageusement de piloter l'ensemble de son cycle de fabrication, incluant toutes les temporisations souhaitées.

[0032] Selon l'invention, les moyens d'échange d'énergie thermique 4 comportent des moyens de réchauffement 41 agencés pour le chauffage de la cuve 2 ou/et de son contenu à une température comprise entre une température inférieure TINF à partir de laquelle un mélange particulier correspondant à un type de céramique donné parvient à l'état pâteux, et à une température supérieure TSUP en-dessous de laquelle doit rester le mélange particulier correspondant au type de céramique donné, pour éviter la dégradation des liants organiques.

[0033] Cette température inférieure TINF et cette température supérieure TSUP sont mémorisées, pour le mélange particulier correspondant à un type de céramique donné, au niveau des moyens de mémorisation 7. Dans la version manuelle de conduite du malaxeur, les moyens de mémorisation consistent en des fiches récapitulatives de la recette de composition de la charge du malaxeur, avec ses tolérances, comportant les températures limites de chaque phase, et une fourchette de durée de chaque phase.

[0034] Ces moyens de réchauffement 41 échangent l'énergie, dans une première connexion, avec un premier circuit 8 d'échange d'énergie thermique de maintien en température de malaxage, externe à la cuve 2. Et l'inertie thermique du premier circuit 8 est supérieure à celle de la cuve 2 à pleine charge du mélange. De préférence elle lui est supérieure dans un facteur K1 supérieur à 2.

[0035] Le fait de chauffer la cuve 2 et son contenu va à rencontre des préjugés de l'art antérieur. Le chauffage permet d'avoir moins d'écart par rapport à une température moyenne, et de maîtriser complètement le gradient de température. Il n'est plus nécessaire de faire tourner l'arbre de malaxage à grande vitesse pour atteindre les températures de fusion des composants par friction de ceux-ci. La production obtenue est plus homogène, ce qui est capital en métallurgie des poudres, car il s'agit de maîtriser parfaitement le coefficient de retrait lors du frittage, et ce coefficient dépend de la qualité du malaxage. Par exemple pour une fabrication de céramique à base de matières premières minérales telles que de la poudre d'oxyde de zirconium ZrO_2 , l'art antérieur permettait d'obtenir pour une production en 5 batchs journaliers de 20 kg chacun, un coefficient de retrait dans la fourchette 1,2850 à 1,2920, tandis que la mise en œuvre du malaxeur selon l'invention et du procédé de malaxage associé permet, toutes choses égales par ailleurs, de ramener ce coefficient dans la fourchette 1,2875 à 1,2895, voire respectivement dans la fourchette 1,2880 à 1,2890, ce qui est excellent, puisque l'amplitude de la dispersion relative est alors de 1,6 pour mille, respectivement 0,8 pour mille contre 5,4 pour mille dans l'art antérieur, soit une division par un facteur d'environ 3,5, respectivement 7. La production est ainsi très reproductible.

[0036] Dans une mise en œuvre particulière de l'invention, illustré par les fig. 3 et 8, les moyens d'échange d'énergie thermique 4 comportent des moyens de refroidissement 42 pour le refroidissement de la cuve 2 ou/et de son contenu. Les moyens de refroidissement 42 sont alors distincts des moyens de réchauffement 41, tel que visible sur les fig. 3 et 8. Dans cette variante, les moyens de refroidissement 42 échangent l'énergie, dans une deuxième connexion, avec un deuxième circuit 9 à température ambiante, externe à la cuve 2, et dont l'inertie thermique est très supérieure à celle de la cuve 2 à pleine charge du mélange, et de préférence supérieure dans un deuxième facteur K2 supérieur à 2.

[0037] Dans une mise en œuvre particulière de l'invention, les moyens de pilotage 5 pilotent les moyens d'échange d'énergie thermique 4 de façon à activer l'échange d'énergie thermique avec la cuve 2, à un instant donné, des seuls moyens de refroidissement 42 ou des seuls moyens de réchauffement 41.

[0038] L'utilisation d'un circuit unique d'échange d'énergie thermique au niveau de la cuve, alternativement mis en situation d'échange d'énergie thermique avec une source chaude ou avec une source froide, permet d'atteindre la courbe de température souhaitée. La deuxième variante avec deux circuits distincts, sur l'un desquels on peut raccorder la cuve de façon instantanée, permet de surmonter les effets de l'inertie thermique propre à la cuve 2, par sa mise en communication instantanée avec un circuit d'inertie thermique très supérieure à la sienne, permettant de la stabiliser très rapidement dans une fourchette de températures compatible avec la bonne conduite du process, et ainsi de réduire sensiblement le temps de cycle global.

[0039] Le moyen de malaxage 3 comporte de préférence, et non limitativement, un arbre 30 en rotation porteur de pales 33 ou/et de couteaux dans la cuve 2. Chaque arbre de malaxage 30 est de préférence entraîné, via une courroie ou similaire, par un moteur 31 équipé d'un variateur continu relié à des moyens de pilotage 5 qui commandent ce variateur. L'arbre 30 est de préférence équipé d'une dynamo tachymétrique 63 qui communique la vitesse réelle de rotation de l'arbre 30 aux moyens de pilotage 5. La fig. 2 montre un arbre de malaxage 30 en porte-à-faux et entraîné sous le fond de la cuve 2, qu'il traverse, cet arbre 30 est équipé d'une poulie 310 de diamètre supérieur à celui de la poulie moteur 311, jointes par une courroie 312 ou similaire, de façon à obtenir plus de couple, dans la mesure où l'on a moins besoin d'atteindre des vitesses de rotation élevées que dans l'art antérieur.

[0040] Les fig. 1 à 3 illustrent l'action des moyens de pilotage 5, sur la base d'au moins une information de vitesse du moyen de malaxage 3 ou d'une masse de produit en cours de transformation par le malaxeur 1, et d'au moins une information de température de la cuve 2 ou de cette masse de produit, relevées par des capteurs qui comportent les moyens de mesure 6, pour commander la vitesse du moteur 31 entraînant directement ou indirectement l'arbre de malaxage 30, et un débit d'échange d'énergie thermique, notamment par une première pompe 81 sur le premier circuit 8 des moyens de réchauffement 41.

[0041] Quand, de façon particulière dans la deuxième variante, les moyens de refroidissement 42 échangent l'énergie, dans une deuxième connexion, avec un deuxième circuit 9, les moyens de pilotage 5 agissent aussi sur une deuxième pompe 91 sur le deuxième circuit 9 des moyens de refroidissement 42.

[0042] Les moyens de pilotage 5 comportent une horloge 51, permettant de respecter les paramètres du process introduits dans les moyens de mémorisation 7.

[0043] Les moyens de mesure 6 peuvent, en particulier et non limitativement, comprendre tout ou partie des capteurs suivants:

- un capteur de température 61 dans le premier circuit 8 des moyens de réchauffement 41, de préférence dans la cuve 2 ou le plus près possible de la cuve. Dans le cas de la première variante qui ne comporte que des moyens de réchauffement 41, un capteur est de préférence disposé en sortie de ce système de réchauffage; un autre capteur est disposé en entrée du même circuit;
- dans le cas de la deuxième variante, un capteur de température 62 dans le deuxième circuit 9 des moyens de refroidissement 42, de préférence dans la cuve 2 ou le plus près possible de la cuve;
- une dynamo tachymétrique 63 pour la mesure de la vitesse de rotation de l'arbre de malaxage 30;
- un capteur de mouvement 64 caractérisant le mouvement de pâte dans la cuve, notamment un capteur de vitesse de rotation d'une vis sans fin ou d'une roue dentée montée libre sur un axe en fond de cuve, ou similaire;

- un capteur de température 65 au cœur du mélange ou de la pâte, notamment couplé avec le capteur de mouvement 64 précédent;
- au moins un (de préférence deux) capteur de température 66 sur une surface intérieure de la cuve 2, de préférence à fleur de la surface intérieure de la cuve 2, de préférence au voisinage du fond de cuve;
- un capteur de température 67 de l'arbre de malaxage 30, de préférence vers l'extrémité de celui-ci au voisinage du fond de la cuve 2;
- un capteur de température 68 dans un gros réservoir du premier circuit 8 d'échange;
- un capteur de température 69 dans un gros réservoir du deuxième circuit 9 d'échange.

[0044] Les moyens de pilotage 5 peuvent, encore, agir sur un premier système de régulation 82 effectuant un apport (ou un enlèvement) de chaleur au premier circuit 8, ou/et agir sur un deuxième système de régulation 92 effectuant un enlèvement (ou un apport) de chaleur au deuxième circuit 8, ce premier système de régulation 82 et ce deuxième système de régulation 92 pouvant comporter une résistance ou/et un groupe froid. De préférence, le premier circuit 8 véhicule de l'huile, tandis que le deuxième circuit 9 véhicule de l'eau glycolée, ou similaire.

[0045] Dans une variante particulière, le malaxeur 1 comporte une pluralité de cuves 2 ainsi équipées, communiquant entre elles depuis une cuve d'amont où sont déversées les matières premières par une alimentation 21 telle qu'une trémie ou similaire, jusqu'à une cuve d'aval servant notamment au concassage final de la masse compacte malaxée. Cette cuve d'aval peut avoir une double fonction de cuve de malaxage et de cuve de concassage: les matières premières en mélange y sont déversées par la cuve d'amont, au moins un arbre de malaxage effectue le malaxage proprement dit avec des pales ou/et couteaux de forme adaptée au retournement d'une masse pâteuse dans la cuve de malaxage et à sa séparation par tranchage, le concassage final pouvant être effectué, selon le cas, par un tel arbre de malaxage 30, ou par au moins un arbre de concassage muni de couteaux 22 plus précisément adaptés à la fragmentation d'une masse compacte solidifiée. Si nécessaire un concasseur d'appoint peut être utilisé en aval pour atteindre la granulométrie souhaitée.

[0046] Les figures illustrent le cas non limitatif d'une cuve 2 unique, dans laquelle est conduit tout le processus de malaxage, depuis l'introduction des matières premières, jusqu'au concassage de la masse malaxée refroidie appelée galette, pour l'obtention de granulés de base dits «feedstock» ou bien d'une fine farine.

[0047] Plus particulièrement, tel que représenté sur la fig. 2, l'arbre 30 est vertical, et comporte notamment des pales 33, de préférence réparties selon plusieurs plans parallèles.

[0048] L'étagement des pales ou/et couteaux est de préférence réglable, de façon à être efficace aussi bien pour des petites charges que pour des grosses: ou bien l'arbre de malaxage 30 entier est interchangeable, au niveau d'un accouplement 32, ou bien il comporte une succession de douilles porteuses de pales ou couteaux, en appui les unes sur les autres et enfilées sur un arbre commun, et séparées si nécessaire par des entretoises 35 pour obtenir une configuration particulière, tel que visible sur les fig. 3 et 4, où l'arbre 30 est ainsi équipé de trois ensembles de pales inférieures 33A, 33B, 33C, surmontées de pales supérieures 34. Si la disposition par niveaux sensiblement plans des pales ou couteaux est la plus courante, on peut aussi utiliser, surtout pour le niveau supérieur adapté aux grosses charges, des pales 34 ou couteaux inscrits dans une enveloppe sensiblement conique par rapport à l'axe de l'arbre. Par pales on entend des ailettes sensiblement radiales ayant une forme permettant de donner un mouvement particulier, au mélange de matières premières d'abord, et à la pâte ensuite. Par couteaux on entend des ailettes de forme similaire et de section plus fine, et comportant un bord d'attaque affûté, notamment pour trancher la masse pâteuse tout en l'entraînant en mouvement; toutefois un bord affûté peut se révéler contre-productif, car plus sensible à l'usure qu'une pale d'entraînement de la pâte, cette usure générant une pollution altérant la précision de la composition des granulés de base dits «feedstock» obtenus, de ce fait l'affûtage éventuel nécessite une surveillance plus poussée de la production. Avantagusement, les pales ou couteaux dits inférieurs, les plus proches du fond de cuve adoptent une forme voisine de celui-ci, ou bien s'inscrivent dans une surface conique, torique, ou sphérique, et exercent une fonction de raclage de la pâte dans le fond de cuve.

[0049] Les pales et couteaux sont de préférence décalés angulairement d'un étage à l'autre, les différents étages pouvant comporter des nombres de pales ou couteaux différents avec une disposition angulaire variable, en particulier pour prévenir tout phénomène de résonance et de bruit. Dans le cas de pales simples à deux bras, deux étages adjacents sont décalés angulairement d'environ 90°.

[0050] De façon connue, les pales 33 ou/et couteaux ont de préférence une légère incidence par rapport au plan perpendiculaire à l'axe de l'arbre 30. Cette incidence peut être réglée, soit très simplement par échange d'un étage de coupe monté sur une douille telle que présentée ci-dessus, soit dans de plus grosses installations avec un mécanisme de renvoi qui toutefois est plus sensible à l'usure générée par le mouvement de la pâte. Selon le cas, l'incidence peut être ajustée, en fonction du sens de rotation de l'arbre, soit pour pousser la masse compacte au fond de la cuve, soit au contraire pour tendre à la décoller: une réalisation mixte consomme certes plus de puissance, mais un étage supérieur tendant à décoller la pâte du fond de cuve facilite son amalgame, tandis qu'un étage de coupe inférieur tendant à rabattre la pâte vers le fond de cuve est avantageux en particulier dans les étapes finales du process et dans le fractionnement de la galette obtenue après refroidissement de la masse compacte pâteuse.

[0051] Le concassage de la galette peut également être effectué, après un dégagement vertical de l'arbre de malaxage 30, par l'action conjuguée d'une vis sans fin 37 noyée dans une gorge 39 en fond de cuve 2, et de volets 36 articulés sur

CH 708 077 B1

un axe vertical, l'extraction des granulés de base dits «feedstock» concassés se faisant par inversion de sens de la vis sans fin et le convoyage vers une station de desserte 38.

[0052] Dans une autre variante, le concassage est mené jusqu'à l'obtention d'une farine. Cette farine est transformée en aval, dans une station annexe de granulation où elle est d'abord comprimée pour former un boudin extrudé, découpé en pellets au fur et à mesure de son avance.

[0053] Chaque cuve 2 est de préférence dotée d'un moyen de fermeture comportant au moins une soupape ou un orifice d'évacuation de surpression.

[0054] L'échange de température, au niveau de la cuve dans laquelle est effectué le malaxage, permet:

– par une élévation de température, un ramollissement de certains liants organiques, sous une température seuil maximale de ramollissement la plus élevée;

– une très bonne homogénéisation de la pâte, avec une dispersion de température au cœur de la pâte de l'ordre de +/- 2 à 3 °C;

– par le maintien à une température maintenue constante d'un premier circuit 8 d'échange d'énergie thermique de maintien en température de malaxage, dont l'inertie thermique est très supérieure à celle de la cuve à pleine charge, de maîtriser le gradient thermique de la masse compacte dans la cuve à une valeur inférieure à 3 °C par minute lors de la friction des composants du mélange, à comparer avec un gradient de l'ordre de 10 °C par seconde dans des malaxeurs de l'art antérieur seulement munis de moyens de refroidissement, cette faible valeur de gradient obtenue par la mise en œuvre de l'invention autorisant un malaxage à vitesse moindre;

– par une diminution de température, le maintien de la température de la pâte sous un seuil limite maximal propre au mélange particulier défini pour prévenir toute altération de ses propriétés, et en particulier lorsque des réactions exothermiques se produisent entre certains constituants du liant organique, ou/et lorsque la vitesse de malaxage est trop importante, ou/et lorsque les frottements dans le mélange ou avec les pales/couteaux ou avec la cuve sont trop importants;

– par une diminution rapide de température consécutive au débrayage du circuit d'échange d'énergie thermique de maintien en température de malaxage, le refroidissement de la masse compacte préalablement malaxée pour sa solidification; cette diminution rapide de température peut être obtenue par la connexion du moyen d'échange d'énergie thermique 4 à un deuxième circuit 9 à température ambiante, dont l'inertie thermique est très supérieure à celle de la cuve à pleine charge.

[0055] La régulation de vitesse de rotation d'au moins un arbre de malaxage permet:

– par une diminution de vitesse, l'abaissement des frottements décrits ci-dessus;

– par une diminution de vitesse en phase finale, une prise progressive de la masse compacte jusqu'à sa solidification sous forme d'une galette;

– par une augmentation de vitesse, l'amélioration de l'agglomération des composants du liant organique autour des grains de poudre inorganique d'au moins un élément de type oxyde ou cermet ou métal ou nitrure ou d'au moins un composé comportant au moins un élément de type oxyde ou cermet ou métal ou nitrure;

– par une augmentation de vitesse, la fragmentation sous forme de granulés de base dits «feedstock» de la masse compacte préalablement solidifiée sous forme de galette.

[0056] La conduite, en fonction du temps, des moyens d'échange de température et de la vitesse de malaxage conditionne donc la qualité du produit final, en même temps que les paramètres propres au produit intermédiaire, notamment sa viscosité. La bonne gestion de cette conduite conditionne naturellement le temps de cycle dans le malaxeur, et donc le coût de production et l'amortissement de l'installation.

[0057] De façon générale, on s'efforce de maintenir à la fois la température et la vitesse de malaxage sous des valeurs seuil propres à chaque mélange.

[0058] Le malaxeur 1 peut, encore, être équipé de moyens de mesure de la vitesse de circulation de la masse compacte dans la cuve, par exemple au niveau d'un mobile 60 tel qu'une vis sans fin ou une roue folle immergée dans la masse à l'intérieur de la cuve, dont on mesure la vitesse de rotation par un capteur de mouvement de pâte 64, et, avantageusement, la température à cœur de la masse compacte pâteuse par un capteur de température de pâte 65.

[0059] Des moyens de mesure de température de la masse compacte peuvent être situés, ou au niveau d'un tel mobile 60, ou/et en fond de cuve 2 par un capteur de température 66 sur une surface intérieure de la cuve 2, ou/et en périphérie de l'arbre de malaxage 30, par un capteur de température 67 de préférence à sa partie inférieure au voisinage du fond de la cuve 2.

[0060] Le procédé de malaxage de matière première pour métallurgie des poudres, selon l'invention, en particulier pour la fabrication de granulés de base dits «feedstock» d'un type de céramique donné à partir d'un mélange particulier propre à ce type de céramique donné, ce mélange particulier comportant, d'une part au moins une poudre inorganique d'au moins un élément de type oxyde ou cermet ou métal ou nitrure ou d'au moins un composé comportant au moins un élément de type oxyde ou cermet ou métal ou nitrure, et d'autre part au moins un liant organique, se déroule en comportant au moins les étapes suivantes:

– on introduit le mélange particulier dans la cuve 2 d'un malaxeur 1 comportant au moins un moyen de malaxage 3;

– on stabilise en température, par connexion de moyens d'échange d'énergie thermique 4 à un premier circuit 8 d'échange d'énergie thermique de maintien en température de malaxage, la cuve 2 et son contenu au voisinage d'une température de

malaxage comprise entre une température inférieure TINF propre au mélange particulier considéré et à partir de laquelle le mélange parvient à l'état pâteux, et à une température supérieure TSUP propre au mélange particulier considéré et en-dessous de laquelle doit rester le mélange, de façon à éviter la dégradation des liants organiques;

- on met en mouvement à vitesse inférieure ou égale à 700 tours par minute le moyen de malaxage 3;
- on effectue le malaxage du mélange particulier jusqu'à l'obtention d'une masse compacte homogène;
- on arrête la stabilisation à température élevée, supérieure ou égale à une température T5 propre au mélange particulier considéré et caractéristique d'une masse compacte homogène, de la cuve 2 et de son contenu, dont on autorise la descente en température.

[0061] Dans la variante des fig. 2 et 6, les moyens d'échange d'énergie thermique 4 comportent un unique circuit de réchauffage, qui comporte des moyens de réchauffement 41 et qui est relié à un premier circuit 8 d'échange d'énergie thermique de maintien en température de malaxage. Les moyens de réchauffement 41 comportent par exemple au moins un thermo-système de régulation de type «HB Therm» ou similaire, à huile, contrôlé en température, sous une pression maximale de 5 bars, qui permet une conduite en température avec un gradient positif, ou avec un gradient négatif. La descente en température de la cuve 2 et de son contenu peut alors être pilotée par ce système de régulation thermique.

[0062] Dans une mise en œuvre particulière de l'invention, quand on arrête la stabilisation à température élevée, supérieure ou égale à une température propre au mélange considéré et caractéristique d'une masse compacte homogène, de la cuve 2 et de son contenu, on effectue la descente en température de la cuve 2 et de son contenu, soit de façon naturelle, soit par conduite des moyens d'échange d'énergie thermique à un deuxième circuit à température ambiante voisine de 20 °C.

[0063] En particulier, quand le malaxeur 1 est équipé d'une deuxième circuit de refroidissement 9, on peut connecter, pour effectuer la descente en température, les moyens d'échange d'énergie thermique 4 à ce deuxième circuit 9 qui est à une température ambiante voisine de 20 °C.

[0064] La cuve 2 est de préférence équipée d'un couvercle 39 étanche pour interdire toute pollution du mélange, et garantir le respect des proportions des différents composants du mélange.

[0065] Dans une mise en œuvre particulière de l'invention, pendant ou après ladite descente en température, on concasse la masse compacte, ou bien dans la cuve 2 à une température inférieure à 100 °C et à vitesse supérieure ou égale à 700 tours par minute du moyen de malaxage 3, ou bien dans une station de concassage annexe au malaxeur 1.

[0066] Pour la mise en œuvre de cette dernière alternative comportant une rotation à vitesse élevée, la cuve 2 est avantageusement revêtue intérieurement d'un revêtement anti-usure, de type diamant, ou vitrification, ou similaire.

[0067] Une séquence particulière d'utilisation du malaxeur 1 est présentée ci-après, pour un exemple de lots de production d'une masse de 5 kg environ (soit un volume d'environ 10 litres) d'un type de céramique donné à partir d'un mélange particulier de composition propre audit type de céramique donné, ledit mélange particulier comportant, d'une part au moins une poudre inorganique à base d'oxyde de zirconium, avec les étapes suivantes, qui précisent notamment ce qu'on entend par vitesse lente, vitesse élevée, température élevée:

- 100: chargement, soit directement dans la cuve 2, soit au niveau d'une alimentation 21, d'une première partie d'une charge de poudre et de structurants, notamment comportant de la poudre et des plastiques polymères, lancement du système de régulation de température de cuve à la température maximale de $T0=180$ °C par activation des moyens de réchauffement 41 et désactivation des moyens de refroidissement 42, démarrage de rotation de l'arbre de malaxage 30 à $V0=300$ tours par minute;
- 110: après l'atteinte d'une température de $T1=145$ °C et d'une vitesse de rotation de $V1=300$ tours par minute, chargement d'une deuxième partie constituant le reste de la charge de liants organiques, notamment comportant des bases de cire;
- 120: après l'atteinte d'une température de $T2=160$ °C, arrêt de la rotation de l'arbre 30, ouverture de la cuve 2, inspection, raclage des parois et pales/couteaux si nécessaire (cette phase d'inspection peut être assistée par une caméra, toutefois la protection contre la pollution est difficile, le meilleur contrôle d'encrassement de la cuve 2 et des pales 33 et 34 peut être effectué par mesure du couple ou de la puissance absorbée au niveau du moteur 31, en référence à des valeurs de consigne d'une production de référence mémorisée dans les moyens de mémorisation 7);
- 130: remise en rotation, après l'atteinte d'une température de $T3=168$ °C et d'une vitesse de rotation de $V3=700$ tours par minute, arrêt de la rotation de l'arbre 30, ouverture de la cuve, inspection étape 135, raclage des parois et pales/couteaux selon une étape 136 si nécessaire;
- 140: remise en rotation, après l'atteinte d'une température de $TINF=T4=170$ °C et d'une vitesse de rotation de $V4=700$ tours par minute, malaxage pendant une durée D4 pré-définie;
- 150: mesure de la température de la masse compacte, qui doit être comprise entre $T5=180$ °C et $TSUP=T6=190$ °C (test étape 155), poursuite du malaxage jusqu'à l'atteinte de cette fourchette de températures;
- 160: arrêt de la rotation de l'arbre 30, refroidissement par désactivation des moyens de réchauffement 41 et activation des moyens de refroidissement 42;
- 170: après l'atteinte d'une température comprise entre $T7=150$ °C et $T8=180$ °C (test étape 175), mise en rotation de la masse compacte pour débloquer les pales/couteaux et/ou améliorer le cisaillement;

CH 708 077 B1

– 180: rotations ponctuelles à $V9=300$ tours par minute pour constituer une galette, et refroidissement à une température comprise entre $T9=95$ °C et $T10=110$ °C. Ce refroidissement est effectué, ou bien par passage en mode refroidissement du système de régulation de température dans la première variante, avec un gradient négatif de l'ordre de -2 °C par minute, ou bien dans la deuxième variante par désactivation des moyens de réchauffement 41 et activation des moyens de refroidissement 42.

– 190: vérification de l'absence de pollution, et arrêt de toute rotation en cas de pollution et alors étape 195: finition manuelle de la découpe de la galette.

[0068] Les étapes qui suivent dépendent de l'équipement du malaxeur 1 en moyens de découpe de galette, de concassage, et en moyens de protection de la cuve 2 contre l'abrasion.

[0069] En l'absence de moyens particuliers, on extrait manuellement des blocs découpés dans la galette, et on effectue le concassage dans un moyen annexe.

[0070] Avec une cuve 2 équipée d'un revêtement interne contre l'abrasion, on peut effectuer les étapes suivantes directement dans la cuve du malaxeur.

– 200: concassage à $V11 = 700$ tours par minute;

– 210: arrêt de la rotation de l'arbre 30;

– 220: évacuation à moins de $V12=2000$ tours par minute et à moins de $T12=85$ °C. La vitesse supérieure à 100 tours par minute conduit en général à un farinage du produit, lequel est alors facile à retravailler pour son conditionnement en pellets ou similaire.

[0071] Dans cet exemple d'une charge de 5 kg, le temps de cycle moteur total est compris entre 20 et 30 minutes, le temps total de refroidissement est compris entre 15 et 30 minutes, le temps total d'évacuation est compris entre 5 et 15 minutes.

[0072] Une telle séquence convient en particulier pour un mélange particulier de matières premières comportant 14% en masse d'un liant organique qui comporte lui-même 50% en volume d'un matériau constitutif d'une matrice structurante, 42% d'un matériau constitutif d'une matrice fluidisante, et 8% d'un matériau constitutif d'une matrice surfactante.

[0073] Cette gamme de travail, utilisée avec un malaxeur 1 tel que défini plus haut, permet de prévenir de nombreux aléas de l'art antérieur:

– tous les gradients de température sont maîtrisés et précis;

– la montée en température du mélange et de la masse compacte est strictement limitée à un seuil maximal prédéfini, ici égal à $TSUP=T6=190$ °C;

– la durée de refroidissement est réduite grâce au moyen d'échange de chaleur qui permet un refroidissement de la masse compacte;

– la température de la masse compacte peut être maintenue à une valeur donnée lorsque la rotation de l'arbre est stoppée, grâce au moyen d'échange de chaleur qui permet un réchauffement ou un refroidissement de la masse compacte, par l'intermédiaire de la cuve;

– la température de la masse compacte est correctement approximée par la température de la cuve, elle est encore mieux déterminée avec un capteur immergé, soit en contrôle manuel, soit avec une sonde manipulée par un bras robotisé;

– la poudre du mélange ne se colle plus sur les parois de la cuve lors de la montée en température, grâce à la maîtrise de la vitesse de rotation des pales lors du prémix à froid des constituants, à vitesse basse;

– la régulation permet de limiter l'usure de la paroi de la cuve et celle des pales/couteaux, et de ce fait la pollution est très fortement réduite, et le matériel s'use beaucoup moins vite;

– la conduite du processus peut être effectuée avec la cuve fermée; une surveillance optique, notamment par caméra, peut permettre de déterminer un éventuel besoin de raclage des parois de la cuve, qui théoriquement est moins encrassée que dans l'art antérieur grâce à une montée progressive en température, et une maîtrise de la vitesse de rotation de la pâte;

– l'homogénéisation du mélange de la masse compacte est satisfaisante, et de ce fait les granulés de base dits «feedstock» ont un comportement identique et répétitif au niveau du passage par injection;

– les consommations d'énergie d'entraînement, de chauffage, et de refroidissement, sont réduites.

Revendications

1. Procédé de malaxage sous contrôle de température de matière première pour métallurgie des poudres, pour la fabrication de granulés de base dits «feedstock» d'un type de céramique donné à partir d'un mélange particulier de composition propre audit type de céramique donné, ledit mélange particulier comportant, d'une part au moins une poudre inorganique, laquelle poudre inorganique comporte au moins un premier élément constitué par un oxyde ou un cermet ou un métal ou un nitrure ou comporte au moins un composé comportant au moins un élément constitué par un oxyde ou un cermet ou un métal ou un nitrure, et comportant d'autre part au moins un liant organique, selon lequel procédé:

– on introduit ledit mélange particulier dans la cuve (2) d'un malaxeur (1) comportant au moins un moyen de malaxage (3);

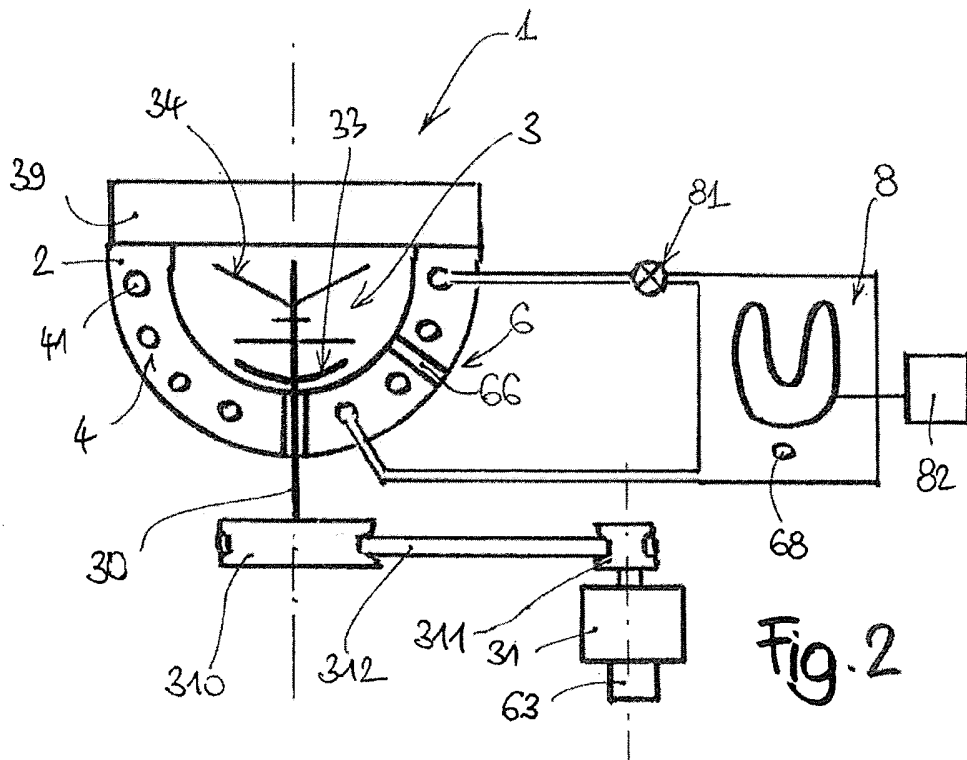
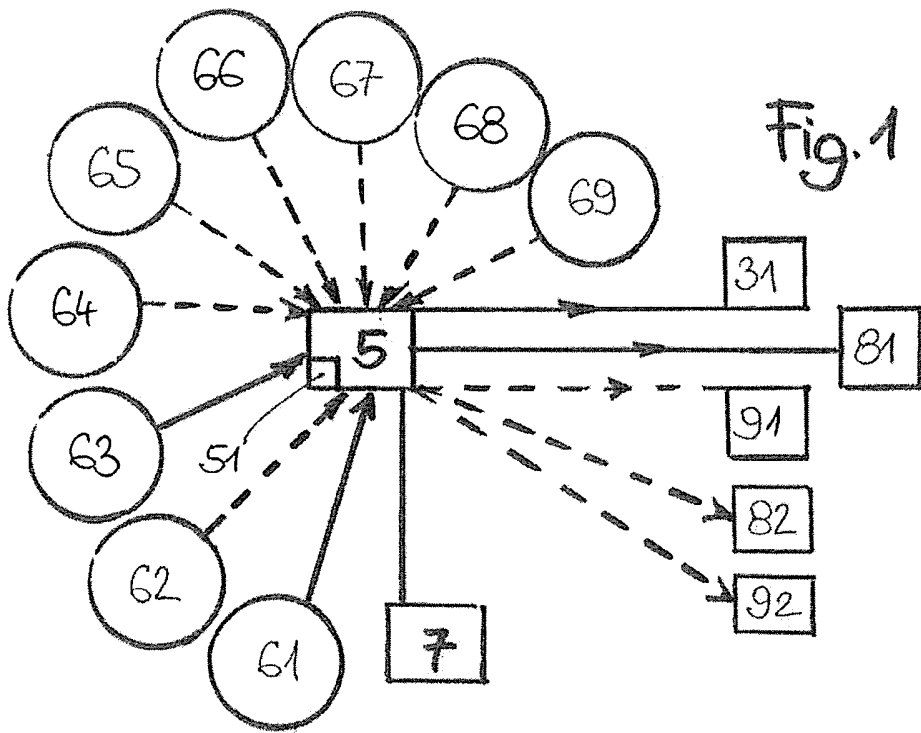
– on stabilise en température, par connexion de moyens d'échange d'énergie thermique (4) à un premier circuit (8) d'échange d'énergie thermique de maintien en température de malaxage, ladite cuve (2) et son contenu au voisinage d'une température de malaxage comprise entre une température inférieure à partir de laquelle ledit mélange particu-

- lier parvient à l'état pâteux, et une température supérieure en-dessous de laquelle doit rester ledit mélange particulier, et on pilote lesdits moyens d'échange d'énergie thermique (4), qui comportent des moyens de réchauffement (41) agencés pour le chauffage de ladite cuve (2) et de son contenu à une température comprise entre ladite température inférieure et ladite température supérieure, ladite température inférieure et ladite température supérieure étant mémorisées, pour ledit mélange particulier, de façon à ce que lesdits moyens de réchauffement (41) échangent l'énergie thermique, dans une première connexion, avec ledit premier circuit (8) d'échange d'énergie thermique de maintien en température de malaxage, externe à ladite cuve (2), et dont l'inertie thermique est supérieure à celle de ladite cuve (2) à pleine charge dudit mélange particulier;
- on met en mouvement à vitesse inférieure ou égale à 700 tours par minute ledit moyen de malaxage (3);
 - on effectue le malaxage dudit mélange particulier jusqu'à l'obtention d'une masse compacte homogène dudit mélange particulier malaxé à l'intérieur de ladite cuve (2);
 - on arrête la stabilisation à une température supérieure ou égale à une température (T5) propre au mélange particulier considéré et caractéristique d'une masse compacte homogène dudit mélange particulier malaxé à l'intérieur de ladite cuve (2), et caractéristique de ladite cuve (2);
 - on laisse descendre la température de ladite masse compacte;
 - on extrait le contenu de ladite cuve (2).
2. Procédé de malaxage selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'inertie thermique dudit premier circuit (8) est supérieure à celle de ladite cuve (2) à pleine charge dudit mélange particulier selon un premier facteur supérieur à 2.
 3. Procédé de malaxage selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que, pour limiter ou réduire la température dudit mélange particulier, ou quand on arrête la stabilisation à une température supérieure ou égale à une température propre au mélange particulier considéré et caractéristique de ladite masse compacte homogène de mélange particulier à l'intérieur de ladite cuve (2) et caractéristique de ladite cuve (2), on effectue la descente en température de ladite cuve et de son contenu, en pilotant, avec un gradient négatif de température, lesdits moyens d'échange d'énergie thermique (4), qui comportent des moyens de refroidissement (42) qui échangent l'énergie thermique, dans une deuxième connexion, avec un deuxième circuit (9) à température ambiante voisine de 20 °C, externe à ladite cuve (2), et distinct dudit premier circuit (8), et dont l'inertie thermique dudit deuxième circuit (9) est supérieure à celle de ladite cuve (2) à pleine charge dudit mélange particulier.
 4. Procédé de malaxage selon la revendication 3, caractérisé en ce que l'inertie thermique dudit deuxième circuit (9) est supérieure à celle de ladite cuve (2) à pleine charge dudit mélange particulier selon un deuxième facteur supérieur à 2.
 5. Procédé de malaxage selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que, pendant ou après ladite descente en température, on concasse ladite masse compacte dans ladite cuve à une température inférieure à 100 °C et à une vitesse supérieure ou égale à 700 tours par minute dudit moyen de malaxage.
 6. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce qu'on produit un volume de plusieurs litres d'un mélange particulier de composition propre à un type de céramique donné, et ledit mélange particulier comportant au moins une poudre inorganique à base d'oxyde de zirconium, avec les étapes suivantes:
 - 100: on déverse, directement dans ladite cuve (2) ou au niveau d'une alimentation (21) en amont de ladite cuve (2), une première partie d'une charge de poudre et de structurants, comportant de la poudre et des plastiques polymères, on lance un système de régulation de température de cuve à la température maximale de $T_0=180$ °C par activation desdits moyens de réchauffement (41), on démarre la rotation dudit moyen de malaxage (3) constitué par un arbre de malaxage (30) dans ladite cuve (2) à une vitesse $V_0=300$ tours par minute;
 - 110: après l'atteinte d'une température de $T_1=145$ °C et d'une vitesse de rotation de $V_1=300$ tours par minute dudit arbre de malaxage (30), on déverse une deuxième partie constituant le reste de la charge de liants organiques;
 - 120: après l'atteinte d'une température de $T_2=160$ °C, on arrête la rotation dudit arbre de malaxage (30);
 - on racle des pales ou/et couteaux que comporte ledit arbre de malaxage (30);
 - 130: on remet en rotation ledit arbre de malaxage (30);
 - après l'atteinte d'une température de $T_3=168$ °C et d'une vitesse de rotation de $V_3=700$ tours par minute, on arrête la rotation dudit arbre de malaxage (30);
 - 136: on racle les pales ou/et couteaux que comporte ledit arbre de malaxage (30);
 - 140: on remet en rotation ledit arbre de malaxage (30), et, après l'atteinte d'une température de $T_{INF}=T_4=170$ °C et d'une vitesse de rotation de $V_4=700$ tours par minute, on malaxe le mélange particulier pendant une durée D_4 pré-définie propre audit mélange particulier;
 - 150: on mesure la température de la masse compacte obtenue, qui doit être comprise entre $T_5=180$ °C et $T_{SUP}=T_6=190$ °C, qu'on vérifie lors d'un test dans une étape 155, on poursuit le malaxage jusqu'à l'atteinte de cette fourchette de températures;
 - 160: on arrête la rotation dudit arbre de malaxage (30), on refroidit ladite masse compacte par désactivation desdits moyens de réchauffement (41);
 - 170: après l'atteinte d'une température comprise entre $T_7=150$ °C et $T_8=180$ °C, qu'on vérifie lors d'un test dans une étape 175, on met en rotation ledit arbre de malaxage (30) pour mettre en rotation ladite masse compacte et pour débloquer les pales/couteaux dudit arbre de malaxage (30) et/ou améliorer le cisaillement;

- 180: on commande des rotations ponctuelles dudit arbre de malaxage (30) à V9=300 tours par minute pour constituer une galette, et on refroidit ladite galette à une température comprise entre T9=95 °C et T10=110 °C, ledit refroidissement étant effectué, ou bien par passage en mode refroidissement du système de régulation de température avec un gradient négatif de l'ordre de –2 °C par minute, ou bien par désactivation desdits moyens de réchauffement (41).
- 7. Procédé selon les revendications 3 et 6, caractérisé à ce qu'on effectue des refroidissements particuliers lors des étapes suivantes:
 - 100: on lance ledit système de régulation de température de cuve à la température maximale de T0=180°C par activation desdits moyens de réchauffement (41) et désactivation desdits moyens de refroidissement (42),
 - 160: on refroidit ladite masse compacte par désactivation desdits moyens de réchauffement (41) et activation desdits moyens de refroidissement (42);
 - 180bis: on refroidit ladite galette à une température comprise entre T9=95 °C et T10=110 °C, ledit refroidissement étant effectué, ou bien par passage en mode refroidissement dudit système de régulation de température avec un gradient négatif de l'ordre de –2 °C par minute, ou bien par désactivation desdits moyens de réchauffement (41) et activation desdits moyens de refroidissement (42).
- 8. Procédé selon la revendication 6 ou 7, caractérisé en ce qu'on équipe ledit malaxeur (1) de moyens de concassage dans ladite cuve (2), et en ce qu'on équipe ladite cuve (2) d'un revêtement interne contre l'abrasion, et en ce qu'on effectue après refroidissement de ladite galette les étapes suivantes directement dans ladite cuve (2):
 - 200: concassage à V11 =700 tours par minute;
 - 210: on arrête la rotation dudit arbre (30);
 - 220: on évacue le produit obtenu à moins de V12=2000 tours par minute et à moins de T12=85 °C.
- 9. Procédé selon la revendication 8, caractérisé en ce qu'on effectue ledit concassage à une vitesse supérieure à 100 tours par minute pour obtenir un farinage du produit malaxé, permettant son conditionnement en pellets.
- 10. Procédé selon l'une des revendications 1 à 9, caractérisé en ce qu'on produit un type de céramique issu d'un mélange particulier de matières premières comportant 14% en masse d'un liant organique qui comporte lui-même 50% en volume d'un matériau constitutif d'une matrice structurante, 42% d'un matériau constitutif d'une matrice fluidisante, et 8% d'un matériau constitutif d'une matrice surfactante.
- 11. Malaxeur (1) à contrôle de température pour la mise en œuvre du procédé selon l'une des revendications 1 à 10, pour ladite fabrication de granulés de base dits «feedstock», ledit malaxeur (1) comportant au moins une cuve (2) dans laquelle est mobile au moins un moyen de malaxage (3), et comportant des moyens d'échange d'énergie thermique (4), caractérisé en ce que lesdits moyens d'échange d'énergie thermique (4) comportent des moyens de réchauffement (41) agencés pour le chauffage de ladite cuve (2) et de son contenu à une température comprise entre une température inférieure à partir de laquelle un mélange particulier correspondant à un type de céramique donné parvient à l'état pâteux, et une température supérieure en-dessous de laquelle doit rester ledit mélange particulier correspondant audit type de céramique donné, ladite température inférieure et ladite température supérieure étant mémorisées, pour ledit mélange particulier correspondant audit type de céramique donné, et encore caractérisé en ce que lesdits moyens de réchauffement (41) sont agencés pour échanger l'énergie thermique, dans une première connexion, avec un premier circuit (8) d'échange d'énergie thermique de maintien en température de malaxage, que comporte ledit malaxeur (1) et qui est externe à ladite cuve (2), l'inertie thermique dudit premier circuit (8) étant supérieure à celle de ladite cuve (2) à pleine charge dudit mélange particulier.
- 12. Malaxeur (1) selon la revendication 11, caractérisé en ce que l'inertie thermique dudit premier circuit (8) est supérieure à celle de ladite cuve (2) à pleine charge dudit mélange particulier dans un premier facteur supérieure à 2.
- 13. Malaxeur (1) selon l'une des revendications 11 ou 12 caractérisé en ce que lesdits moyens d'échange d'énergie thermique (4) comportent des moyens de refroidissement (42) qui sont agencés pour échanger l'énergie thermique, dans une deuxième connexion, avec un deuxième circuit (9) à température ambiante, que comporte ledit malaxeur (1) et qui est externe à ladite cuve (2), et distinct dudit premier circuit (8), et dont l'inertie thermique est supérieure à celle de ladite cuve (2) à pleine charge dudit mélange particulier.
- 14. Malaxeur (1) selon la revendication 13, caractérisé en ce que l'inertie thermique dudit deuxième circuit (9) est supérieure à celle de ladite cuve (2) à pleine charge dudit mélange particulier dans un deuxième facteur supérieur à 2.
- 15. Malaxeur (1) selon l'une des revendications 11 à 14, caractérisé en ce que ledit malaxeur (1) comporte des moyens de pilotage (5) connectés à des moyens de mesure (6) et à des moyens de mémorisation (7) de paramètres de température en fonction du matériau à réaliser, et en ce que lesdits moyens de pilotage (5) sont agencés pour piloter lesdits moyens d'échange d'énergie thermique (4), ladite température inférieure et ladite température supérieure étant mémorisées dans lesdits moyens de mémorisation (7) pour ledit mélange particulier correspondant audit type de céramique donné, et caractérisé en ce que lesdits moyens de pilotage (5) sont agencés pour piloter lesdits moyens d'échange d'énergie thermique (4) de façon à activer l'échange d'énergie thermique avec ladite cuve (2), à un instant donné, des seuls moyens de refroidissement (42) ou des seuls dits moyens de réchauffement (41).
- 16. Malaxeur (1) selon la revendication 15, caractérisé en ce que lesdits moyens de pilotage (5), sur la base d'au moins une information de vitesse dudit moyen de malaxage (3) ou de vitesse d'une masse de produit en cours de transfor-

mation par ledit malaxeur (1), et d'au moins une information de température de ladite cuve (2) ou une information de température de ladite masse de produit, relevées par des capteurs que comportent lesdits moyens de mesure (6), sont agencés pour commander, d'une part la vitesse d'un moteur (31) entraînant directement ou indirectement un arbre de malaxage (30) que comporte ledit moyen de malaxage (3), et d'autre part une première pompe (81) agencée pour réguler le débit d'échange d'énergie thermique entre ledit premier circuit (8) et lesdits moyens de réchauffement (41).

17. Malaxeur (1) selon les revendications 13 et 15, caractérisé en ce que quand lesdits moyens de refroidissement (42) sont agencés pour échanger l'énergie thermique, dans ladite deuxième connexion, avec ledit deuxième circuit (9), lesdits moyens de pilotage (5) sont agencés pour commander une deuxième pompe (91) agencée pour réguler un débit d'échange d'énergie thermique entre ledit deuxième circuit (9) et lesdits moyens de refroidissement (42).
18. Malaxeur (1) selon les revendications 13 et 15, caractérisé en ce que lesdits moyens de pilotage (5) sont agencés pour commander un premier système de régulation (82) effectuant selon le besoin de régulation un apport ou un enlèvement de chaleur audit premier circuit (8), et pour commander un deuxième système de régulation (92) effectuant selon le besoin de régulation un enlèvement ou un apport de chaleur audit deuxième circuit (9).
19. Malaxeur (1) selon l'une des revendications 15 à 18, caractérisé en ce que lesdits moyens de mesure (6) comportent un capteur de mouvement (64) caractérisant le mouvement de mélange à l'état pâteux dans ladite cuve (2), sous forme d'un capteur de vitesse de rotation d'un mobile (60) monté libre en fond de cuve, et un capteur de température (65) dans ladite cuve (2) agencé pour mesurer la température dans ledit mélange particulier à l'état pâteux, et couplé avec ledit capteur de mouvement (64).
20. Malaxeur (1) selon l'une des revendications 15 à 19, caractérisé en ce que lesdits moyens de mesure (6) comportent un capteur de température (67) d'un arbre de malaxage (30) que comporte ledit moyen de malaxage (3), au voisinage du fond de ladite cuve (2).
21. Utilisation d'un malaxeur selon l'une des revendications 11 à 20 pour la fabrication sous contrôle de température de granulés de base dits «feedstock» d'un type de céramique donné à partir d'un mélange particulier de composition propre audit type de céramique donné, ledit mélange particulier comportant, d'une part au moins une poudre inorganique, laquelle poudre inorganique comporte au moins un premier élément constitué par un oxyde ou un cermet ou un métal ou un nitrure ou comporte au moins un composé comportant au moins un élément constitué par un oxyde ou un cermet ou un métal ou un nitrure, et comportant d'autre part au moins un liant organique.
22. Utilisation d'un malaxeur, selon la revendication 21, pour la fabrication de granulés de base dits «feedstock» d'un type de céramique donné à partir d'un mélange particulier de matières premières comportant 14% en masse d'un liant organique qui comporte lui-même 50% en volume d'un matériau constitutif d'une matrice structurante, 42% d'un matériau constitutif d'une matrice fluidisante, et 8% d'un matériau constitutif d'une matrice surfactante.



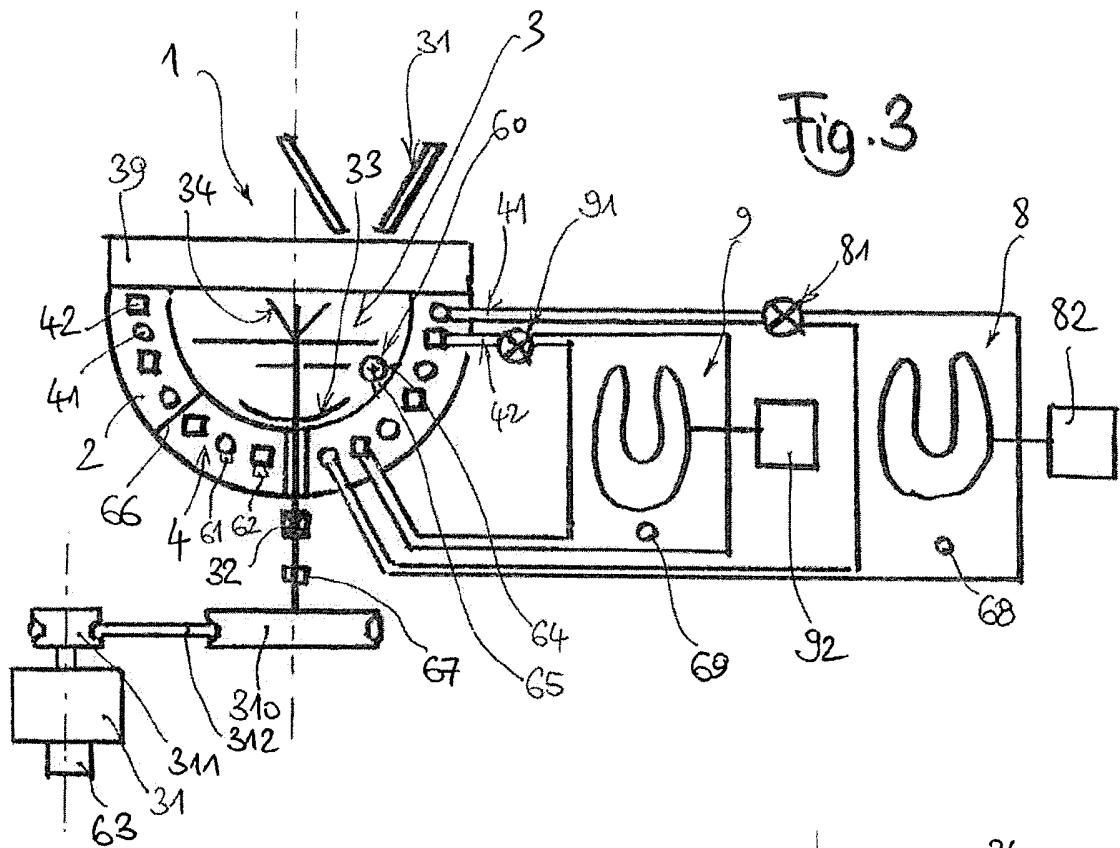


Fig. 3

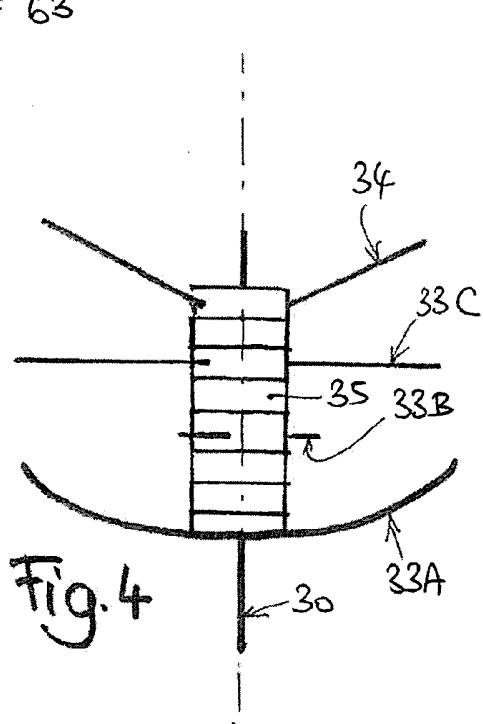


Fig. 4

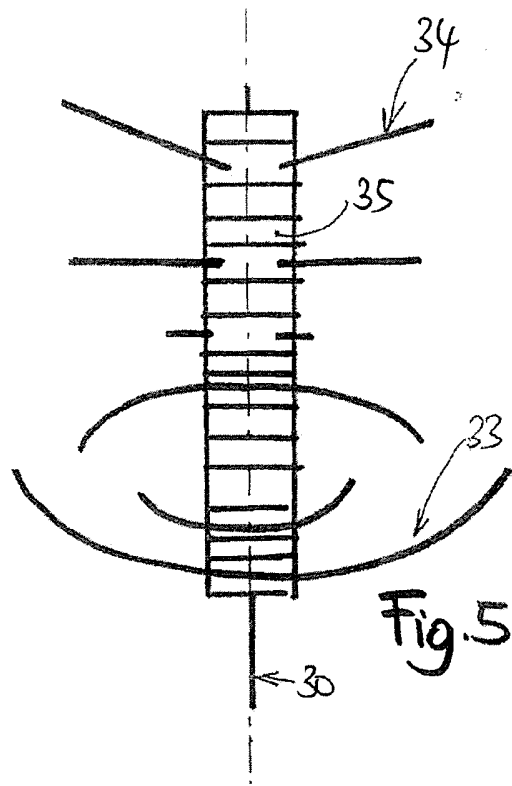


Fig. 5

