



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

⑪ Numéro de publication:

0 030 060
B1

⑫

FASCICULE DE BREVET EUROPÉEN

④⑤ Date de publication du fascicule du brevet:
22.07.87

⑤① Int. Cl.⁴: **C 22 B 21/06**

②① Numéro de dépôt: **80201114.8**

②② Date de dépôt: **19.11.80**

⑤④ **Procédé et dispositif d'automatisation d'un cycle de dégazage sous vide d'alliages d'aluminium.**

③⑩ Priorité: **28.11.79 FR 7929226**

④③ Date de publication de la demande:
10.06.81 Bulletin 81/23

④⑤ Mention de la délivrance du brevet:
22.07.87 Bulletin 87/30

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

⑤⑥ Documents cités:
GIesserei, vol. 66, no. 3, 5 février 1979, Aken (DE),
S. KASTNER et al.: "Aluminium-Vakuumentgasung
in der Giesserei- Stand der Technik", pages 56-62
FONDERIE, vol. 30, no. 350, novembre 1975, K.
ALKER: "Dégazage par le vide des alliages
d'aluminium de fonderie", pages 395-399

⑦③ Titulaire: **ETUDE ET DEVELOPPEMENT EN
METALLURGIE, E.D.E.M. Société à
Responsabilité Limitée dite, 29, rue des Chênes,
F-64140 Billere (FR)**

⑦② Inventeur: **Merrien, Pierre L., 29, rue des Chênes,
64140 Billere (FR)**
Inventeur: **Merrien, Pierre A., 49, rue Pasteur,
92330 Sceaux (FR)**

⑦④ Mandataire: **Thébault, Jean- Louis, Cabinet Jean-
Louis Thébault 50, Cours de Verdun, F-33000
Bordeaux (FR)**

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

Description

La présente invention a pour objet le dégazage sous vide des alliages d'aluminium et sa régulation.

On sait que les alliages d'aluminium dissolvent des gaz en particulier de l'hydrogène. Ces gaz étant moins solubles dans le métal solide que dans le métal liquide, peuvent se dégager lors de la solidification et donner des microporosités.

Pour diminuer la teneur en gaz et essentiellement en hydrogène des alliages d'aluminium on peut:

- ou effectuer un dégazage chimique par l'introduction dans le métal de produits qui, en se décomposant, donnent un élément susceptible de se combiner avec l'hydrogène (en général Cl_2 pour donner HCl , le chlore étant sous forme de chlore naissant);

- ou effectuer un dégazage physique par un barbotage de gaz (azote, argon, chlore en général); la pression partielle de l'hydrogène dans la bulle de gaz barboteur étant inférieure à celle du métal, l'hydrogène du métal diffuse dans la bulle;

- ou effectuer un dégazage sous vide. Le métal est introduit dans un four étanche dans lequel on fait le vide ou on pose sur le creuset un couvercle et on fait le vide sous celui-ci. Les niveaux de vide résiduels sont de 1 à 30 millibars. Le vide est arrêté après un temps tel que la solidification sous vide, après opération, d'un lingotin prélevé dans le métal, soit satisfaisante (concavité de la surface, mesure de la densité, tranche radiographique).

Si le résultat est non satisfaisant, on reprend le dégazage.

Un tel dégazage sous vide est illustré par exemple par le document "FONDERIE, vol. 30, N° 350, Novembre 1975, K. ALKER: dégazage par le vide des alliages d'aluminium de fonderie."

Dans ce document on utilise la méthode de la première bulle qui ne s'applique qu'au départ du dégazage car ensuite les bulles se dégagent sous un plan d'oxyde et ne peuvent plus s'observer. Ce procédé consiste donc à constater a posteriori que l'opération de dégazage est terminée et ne permet pas de diriger cette opération en fonction de son évolution mesurée.

L'objet de la présente invention est un procédé d'automatisation d'un cycle de dégazage dans un four sous vide d'alliages d'aluminium, caractérisé en ce qu'il consiste:

- après avoir au préalable enregistré les courbes optimales de dégazage, c'est-à-dire les courbes de pression partielle en fonction du temps, de l'alliage considéré, au cours d'un stade de mise au point par enregistrement des cycles d'essais et établissement des corrélations existant entre ces enregistrements et les propriétés d'un lingotin solidifié sous vide et celles d'une éprouvette présentant des gradins d'épaisseurs différentes;

- à décomposer les courbes de dégazage en quatre phases: une première phase pendant laquelle l'alliage passe de la pression partielle d'origine P_1 à une pression P_2 avec une vitesse V_1 suffisamment lente pour éviter tout bouillonnement de l'alliage, une seconde phase entre les pressions P_2 et P_3 , effectuée avec une vitesse V_2 supérieure à V_1 , une troisième phase entre les pressions P_3 et P_4 , effectuée avec une vitesse V_3 inférieure à V_2 et une quatrième phase de maintien à la pression partielle P_4 avec une vitesse de dégazage nulle et à mettre en mémoire les valeurs P_1, P_2, P_3, P_4 ainsi que V_1, V_2, V_3 ;

- au stade opérationnel de dégazage d'un alliage donné dans un four, à mesurer à intervalles de temps donnés (Δt) la valeur de la pression partielle d'hydrogène au cours du dégazage, à calculer la variation de pression partielle pendant le temps Δt , à comparer ces valeurs avec les valeurs optimales mémorisées correspondantes et à agir en conséquence sur le vide à l'intérieur du four de manière que lesdites valeurs mesurées suivent constamment lesdites valeurs optimales correspondantes jusqu'à l'obtention, dans la phase finale de maintien, de la pression partielle d'hydrogène prédéterminée.

Le dispositif pour la mise en oeuvre du procédé ci-dessus comporte un four étanche, un creuset contenant l'alliage à dégazer et une source de vide, et est caractérisé en ce qu'il comprend, en outre, un pilote régulant une vanne interposée entre la source de vide et le four étanche contenant le creuset avec l'alliage à dégazer, une électrode à dosage d'hydrogène immergée dans l'alliage et reliée à un enregistreur de pression partielle d'hydrogène lui-même relié au pilote, le pilote comprenant un ensemble entrées-sorties permettant l'introduction des valeurs des paramètres, un ensemble calculateur, et un ensemble mémoires où sont stockées les valeurs des paramètres correspondants des courbes optimales.

A la présente description sont annexées la figure 1 représentant le schéma de dégazage selon l'invention, la figure 2 illustrant une réalisation de l'invention, la figure 3 illustrant le principe de la régulation et la figure 4 représentant une plaque à gradins.

Dans la présente invention le dégazage sous vide est conduit pour atteindre les objectifs suivants:

- obtenir dans trois premières phases des vitesses de dégazage déterminées;
- obtenir dans une quatrième phase, phase finale de maintien, une pression partielle déterminée;
- réguler par un automatisme ces phénomènes;
- avoir une agitation de la masse du métal;
- ne pas détruire la modification du silicium dans le cas des alliages siliciés.

Il est apparu en effet que le dégazage, exprimé par la pression partielle d'hydrogène dans le métal en fonction du temps, doit s'effectuer selon le schéma figure 1.

PHASE 1

Dégazage à vitesse lente V_1 pour éviter tout bouillonnement conduisant à la création d'oxydes dans cette phase où la pression dans l'enceinte laisse subsister dans l'atmosphère au-dessus du métal une pression partielle d'oxygène trop importante.

Ce phénomène entraînerait également la disparition du sodium introduit pour assurer la modification de la forme du silicium de l'alliage dans le cas des alliages siliciés.

PHASE 2

Quand on atteint une pression partielle d'hydrogène P_2 dans le métal, application d'une vitesse rapide de dégazage V_2 jusqu'à obtention d'une pression partielle P_3 , le bouillonnement ayant été évité par le passage de P_1 à P_2 .

PHASE 3

Quand on atteint une pression partielle d'hydrogène P_3 , application d'une vitesse lente V_3 jusqu'à la pression P_4 afin de permettre ensuite l'établissement d'une vitesse nulle.

PHASE 4

Quand la pression partielle d'hydrogène est P_4 , établissement d'une vitesse nulle pour conserver dans le métal une pression d'hydrogène résiduelle.

Il est en effet apparu qu'avec une teneur trop faible en hydrogène dans le métal, des défauts apparaissent au cours de la solidification, caractérisés par une localisation au lieu d'une dispersion sous la forme généralement de retassures marquées dans des rayons de raccordement ou de criques.

REALISATION

La réalisation comprend selon figure 2:

1. un four étanche 1 assurant de préférence le chauffage par induction pour maintenir une température (en général voisine de 750°C) et assurer des mouvements de la masse de métal liquide pour renouveler les couches en contact avec le vide.

Le four comprend ou contient:

- l'inducteur 2;

- le creuset 3;

- le métal 4;

- le couvercle 5;

- le joint 6 résistant à des températures de l'ordre de 300°C (polymère à base de silicone de préférence) protégé de l'atmosphère du four par des briques isolantes;

- le thermocouple 7 permettant d'assurer l'enregistrement de la température et sa régulation par l'enregistreur-régulateur 8 qui commande le circuit de l'inducteur 2.

2. un circuit de vide comprenant:

- la prise 9 dans le four;

- le réfrigérant 10 par exemple à eau;

- les filtres 11 pour neutraliser les produits qui peuvent subsister sous forme de flux dans le métal ou sur les parois du creuset;

- un réservoir 18;

- une pompe à vide 19 branchée sur ce réservoir;

- un ensemble de mesure et de régulation de vide dans le réservoir 18 par:

· l'indicateur de pression 20;

· le pressostat régulateur 21 qui commande la pompe, le vide dans le réservoir étant par exemple de l'ordre de 2 millibars;

· une vanne automatisée 22 mettant le réservoir en communication avec le four;

· un robinet 23 permettant d'isoler le four.

3. un système de mesure et de régulation comprenant:

- une électrode à dosage d'hydrogène immergée (14, 15)

- un enregistreur de pression partielle d'hydrogène 16;
 - un pilote 17 régulant la vanne 22.
- le pilote comprend par exemple:
- un ensemble entrées-sorties;
 - un ensemble calculateur;
 - un ensemble mémoires;
 - et peut être construit autour de microprocesseurs et d'horloges électroniques;

10

ENSEMBLE ENTREES-SORTIES.

Il y est introduit les paramètres de la courbe de base figure 1:

- 15 a) Pressions P_2 fin de la phase I;
 P_3 II;
 P_4 III;
- b) Vitesses V_1 pour la phase I;
 V_2 II;
 V_3 III;

20

- c) L'unité de temps de mesure de pression partielle: Δt

25

ENSEMBLE CALCULATEUR

- reçoit l'indication de variation réelle de pression partielle dans le temps ΔT soit ΔP_R ;
 - calcule la variation théorique de pression partielle à obtenir dans le même temps ΔT soit ΔP_T par la relation:
 $\Delta P_T = V \cdot \Delta T$
 - compare ΔP_R et ΔP_T ;
 - commande:
 - . la fermeture de la vanne automatisée 22 si $\Delta P_R > \Delta P_T$
 - . l'ouverture de la vanne si $\Delta P_R \leq \Delta P_T$.
- Le principe de la régulation est représenté par le schéma figure 3.
- Le pilote peut recevoir ses informations de plusieurs fours à vide et les réguler comme le premier à partir des vannes automatisées 24, 25, etc.

40

ENSEMBLE MEMOIRES

- Il peut recevoir toutes les indications d'entrées sans passer par l'affichage, les paramètres étant mis en mémoire pour:
- chaque type d'alliage;
 - chaque dimension de creuset.
- L'obtention du vide optimal est alors commandée par ces deux seuls paramètres.

50

UTILISATION DE L'APPAREILLAGE

- Les courbes donnant la pression partielle d'hydrogène en fonction du temps sont enregistrées et comparées lors de la mise au point aux résultats de deux tests significatifs:
- 1) Un lingotin de métal est prélevé dans le creuset 3 figure 2 par une capsule d'acier 26 selon figure 2. Il est solidifié sous 2 millibars en branchant l'enceinte 27 où il va se solidifier sur le réservoir 18.
- L'enceinte est munie d'un couvercle de verre 28 à travers lequel on peut suivre la solidification.
- On note:
- le temps d'apparition des premières bulles;
 - la concavité de la surface;
 - la densité du lingotin.
- 2) Une plaque à gradins de 200 mm par 200 mm par exemple selon figure 4, constituée de gradins d'épaisseur variable de 20, 16, 12, 8, 4 mm par exemple est coulée dans un moule en sable de préférence en basse-pression.
- La plaque est examinée en radiographie. Un métal satisfaisant doit conduire avec un alliage AS7606 par exemple à des microporosités:

de rang 0 en clichés 2STME155 pour le gradin 4 mm
 ≤ 1 8
 ≤ 2 12,16,20

5 une dégradation éventuelle de la modification du silicium ne devant apparaître que dans le gradin de 20 mm. Les caractéristiques mécaniques des différents gradins sont par ailleurs comparées aux profils des courbes. Les courbes optimales à mettre en mémoire pour les différents alliages peuvent être déterminées par exemple par ces tests.

10

ALIMENTATION DU FOUR

15 Le four peut être alimenté en métal à partir du four de fusion par pompe, électromagnétique par exemple. De même pour l'évacuation du métal après le dégazage sous vide, par exemple vers le creuset d'une machine basse-pression.

20

Revendications

1. Procédé d'automatisation d'un cycle de dégazage dans un four sous vide d'alliages d'aluminium, caractérisé en ce qu'il consiste:

25 - après avoir au préalable enregistré les courbes optimales de dégazage, c'est-à-dire les courbes de pression partielle en fonction du temps, de l'alliage considéré, au cours d'un stade de mise au point par enregistrement des cycles d'essais et établissement des corrélations existant entre ces enregistrements et les propriétés d'un lingotin solidifié sous vide et celles d'une éprouvette présentant des gradins d'épaisseurs différentes;

30 - à décomposer les courbes de dégazage en quatre phases: une première phase pendant laquelle l'alliage passe de la pression partielle d'origine P_1 à une pression P_2 avec une vitesse V_1 suffisamment lente pour éviter tout bouillonnement de l'alliage, une seconde phase entre les pressions P_2 et P_3 , effectuée avec une vitesse V_2 supérieure à V_1 , une troisième phase entre les pressions P_3 et P_4 , effectuée avec une vitesse V_3 inférieure à V_2 et une quatrième phase de maintien à la pression partielle P_4 avec une vitesse de dégazage nulle et à mettre en mémoire les valeurs P_1, P_2, P_3, P_4 ainsi que V_1, V_2, V_3 ;

35 - au stade opérationnel de dégazage d'un alliage donné dans un four, à mesurer à intervalles de temps donnés (Δt) la valeur de la pression partielle d'hydrogène au cours du dégazage, à calculer la variation de pression partielle pendant le temps Δt , à comparer ces valeurs avec les valeurs optimales mémorisées correspondantes et à agir en conséquence sur le vide à l'intérieur du four de manière que lesdites valeurs mesurées suivent constamment lesdites valeurs optimales correspondantes jusqu'à l'obtention, dans la phase

40 finale de maintien, de la pression partielle d'hydrogène prédéterminée.

2. Dispositif pour la mise en oeuvre du procédé suivant la revendication 1, comportant un four étanche, un creuset contenant l'alliage à dégazer et une source de vide, caractérisé en ce qu'il comprend, en outre, un pilote (17) régulant une vanne (22) interposée entre la source de vide (18, 19) et le four étanche (1) contenant le creuset (3) avec l'alliage à dégazer (4), une électrode à dosage d'hydrogène (14) immergée dans l'alliage et

45 reliée à un enregistreur de pression partielle d'hydrogène (16) lui-même relié au pilote (17), le pilote comprenant un ensemble entrées-sorties permettant l'introduction des valeurs des paramètres, un ensemble calculateur, et un ensemble mémoires où sont stockées les valeurs des paramètres correspondants des courbes optimales.

50

Patentansprüche

55 1. Verfahren zur Automatisierung eines Vakuumentgasungsverfahrens bei Aluminium-Legierungen, dadurch gekennzeichnet, daß es darin besteht, daß,

- nachdem vorher die optimalen Entgasungskurven, d.h. die Kurven des Partialdrucks als Funktion der Zeit, der infrage kommenden Legierung im Verlauf eines Stadiums des Einstellens durch Aufzeichnung von Versuchszyklen und Erstellen von Korrelationen, die zwischen diesen Aufzeichnungen und den Eigenschaften eines unter Vakuum verfestigten Barrens und denjenigen eines verschiedene Stärkestufen aufweisenden Probekörpers existieren, aufgezeichnet wurden,

60 - die Entgasungskurven in vier Phasen, eine erste Phase, während der die Legierung von dem ursprünglichen Partialdruck P_1 zu einem Druck P_2 mit einer Geschwindigkeit V_1 , die genügend langsam ist, um jegliches Sieden der Legierung zu vermeiden, geführt wird, eine zweite Phase zwischen den Drücken P_2 und P_3 , durchgeführt mit einer Geschwindigkeit V_2 größer als V_1 , eine dritte Phase zwischen den Drücken P_3 und P_4 , durchgeführt mit einer Geschwindigkeit V_3 kleiner als V_2 , und eine vierte Phase des Halten des Partialdrucks P_4

65

mit einer Entgasungsgeschwindigkeit Null, zerlegt und die Werte P_1 , P_2 , P_3 , P_4 sowie V_1 , V_2 , V_3 gespeichert werden,

- während der Entgasung einer gegebenen Legierung in einem Ofen in vorgegebenen Zeitintervallen (Δt) der Wert des Wasserstoffpartialdrucks im Verlauf der Entgasung gemessen, die Änderung des Partialdrucks während der Zeit Δt berechnet, diese Werte mit den entsprechenden gespeicherten Optimalwerten verglichen werden und dementsprechend auf das Vakuum im Inneren des Ofens derart eingewirkt wird, daß die besagten gemessenen Werte konstant den besagten entsprechenden Optimalwerten bis zum Erhalten des vorbestimmten Wasserstoffpartialdrucks in der Endphase des Haltens folgen.

2. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens gemäß Anspruch 1, umfassend einen abgedichteten Ofen, einen Tiegel enthaltend die zu entgasende Legierung und eine Vakuumquelle, dadurch gekennzeichnet, daß sie außerdem eine Steuerung (17) aufweist, die ein Ventil (22) reguliert, das zwischen der Vakuumquelle (18, 19) und dem abgedichteten Ofen (1) angeordnet ist, der den Tiegel (3) mit der zu entgasenden Legierung (4) und eine Wasserstoffdosierelektrode (14) enthält, die in die Legierung eingetaucht und mit einem Registrierer (16) für den Wasserstoffpartialdruck verbunden ist, der selbst mit der Steuerung (17) verbunden ist, wobei die Steuerung eine Gesamtheit von Eingängen und Ausgängen, die die Eingabe von Parameterwerten ermöglichen, eine Rechneinheit und eine Speichereinheit umfaßt, in der die Werte der entsprechenden Parameter der Optimalkurven gespeichert sind.

Claims

1. Process for automating a degassing cycle in a vacuum furnace for aluminium alloys, characterised in that it consists of:

- after having first recorded the optimum degassing curves, that is the curves of partial pressure against time, of the alloy involved in the course of a stage of investigation by the recording of test cycles and the establishment of correlations between these recordings and the properties of an ingot solidified under vacuum and those of a test piece which has steps of different thickness;

- dividing the degassing curves into four phases: a first phase during which the alloy passes from the original partial pressure P_1 to a pressure P_2 at a rate V_1 sufficiently slowly to avoid any boiling of the alloy, a second phase between the pressures P_2 and P_3 at a rate V_2 higher than V_1 , a third phase between P_3 and P_4 at a rate V_3 lower than V_2 , and a fourth phase during which the partial pressure P_4 is maintained at a degassing rate of zero, and recording in a store the values P_1 , P_2 , P_3 , P_4 , and V_1 , V_2 and V_3 ;

- during the actual degassing of a given alloy in a furnace, measuring at given time intervals (Δt) the value of the hydrogen partial pressure in the course of the degassing, calculating the variation in partial pressure over the time Δt , comparing these values with the corresponding optimum values stored, and adjusting appropriately the vacuum inside the furnace so that the measured values always follow the corresponding optimum values until, in the final holding phase, the predetermined hydrogen partial pressure is obtained.

2. Apparatus for putting into effect the process according to claim 1, comprising a sealed furnace, a crucible containing the alloy to be degassed and a vacuum source, which further comprises a control (17) regulating a valve (22) lying between the vacuum source (18, 19) and the furnace (1) containing the crucible (3) with the alloy to be degassed (4), a hydrogen electrode (14) immersed in the alloy and connected to a recorder of the hydrogen partial pressure (16), itself connected to the control (17), the latter having an array of input/output terminals for receiving parameter values, a calculator unit, and a number of stores which receive the values of the parameters corresponding to the optimum curves.

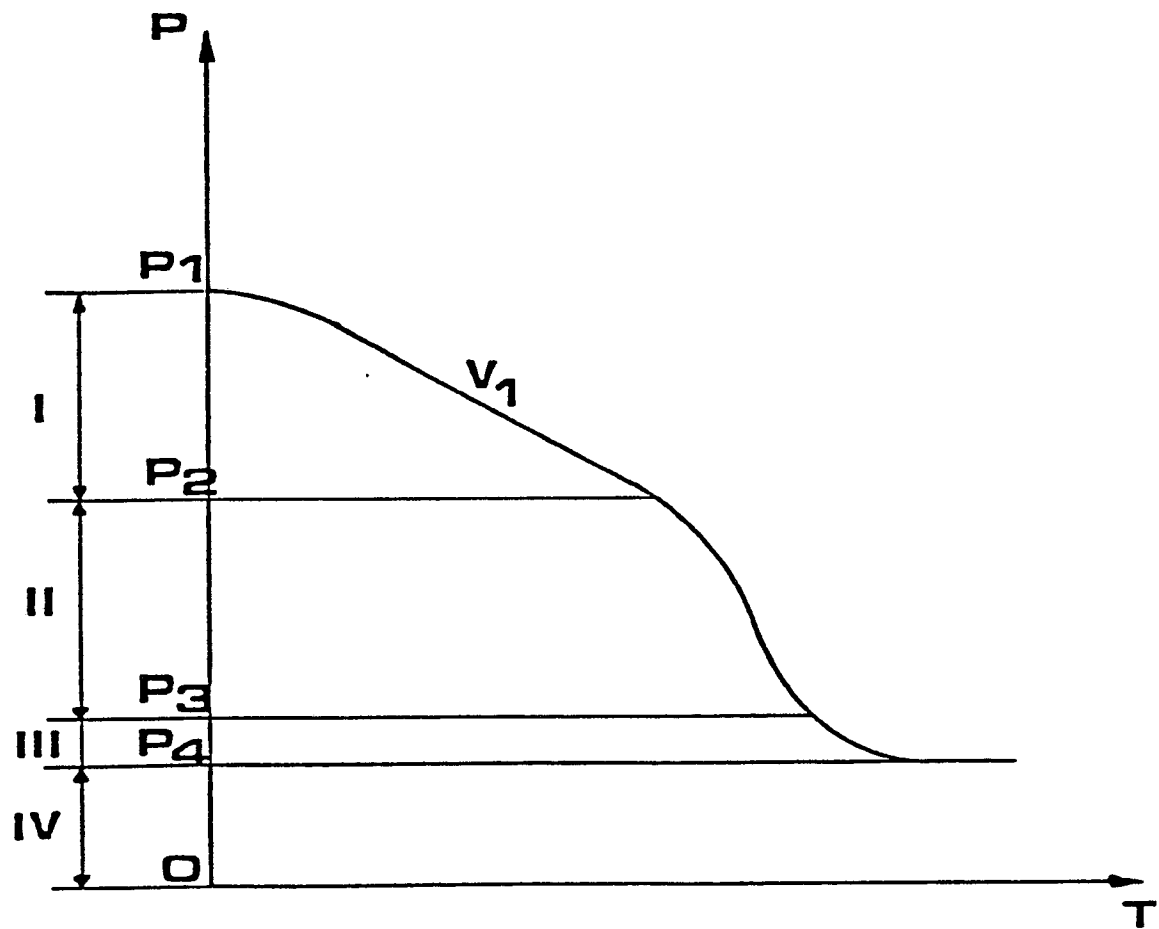


FIG.1

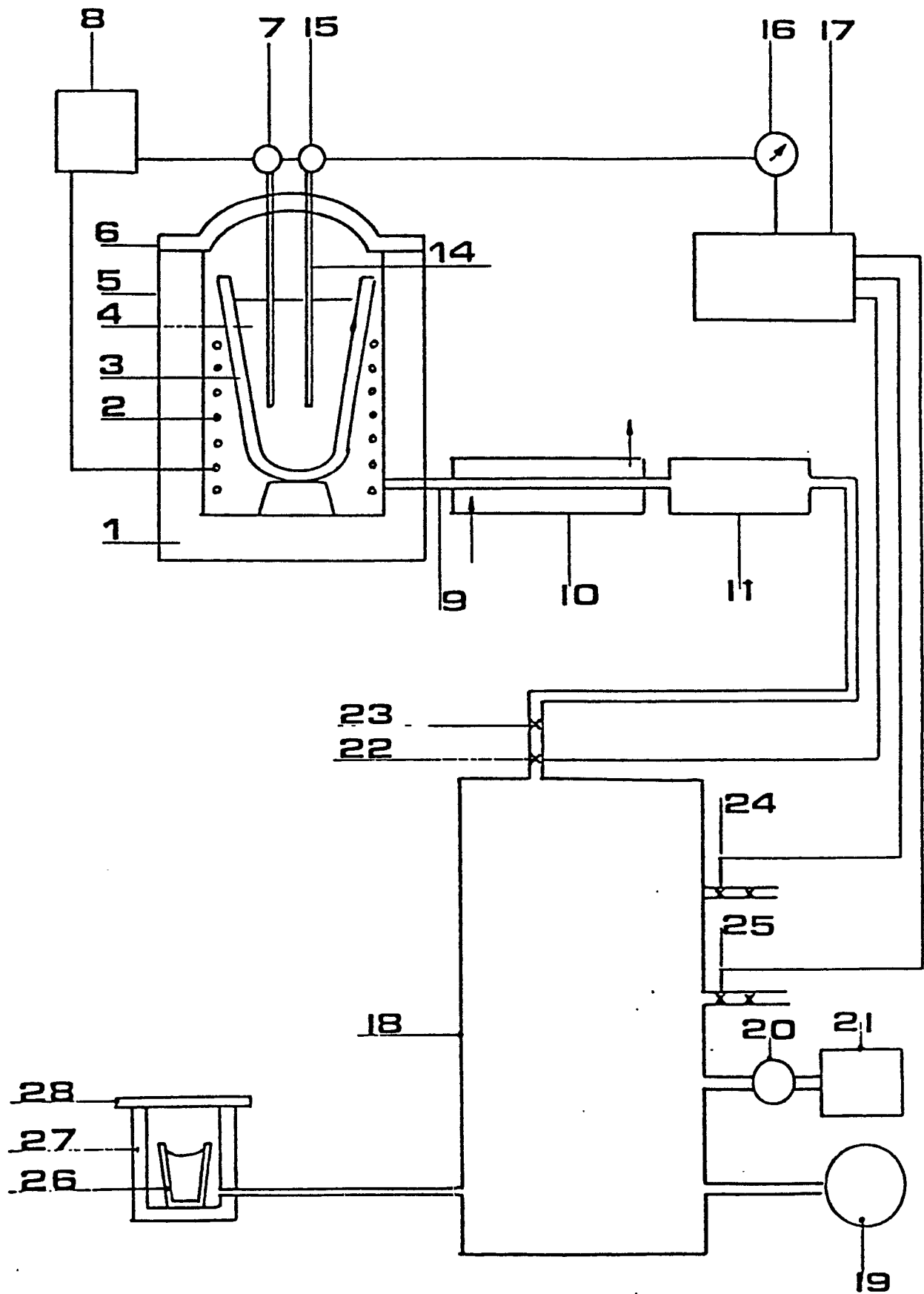


FIG. 2

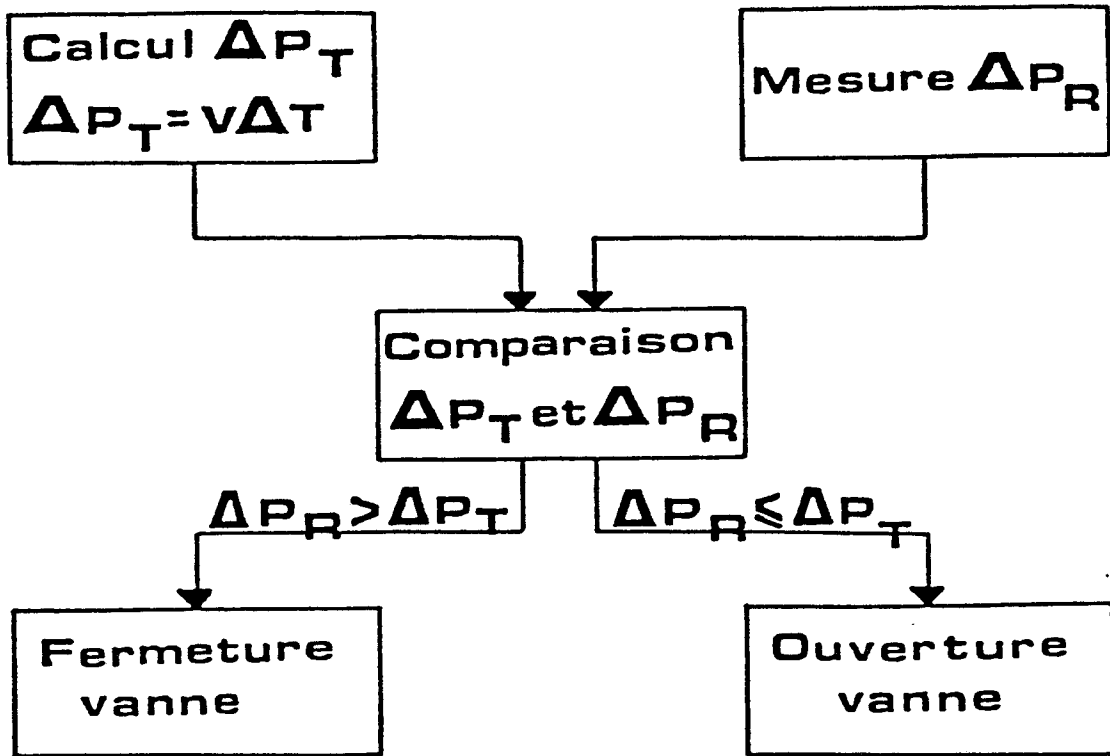


FIG.3

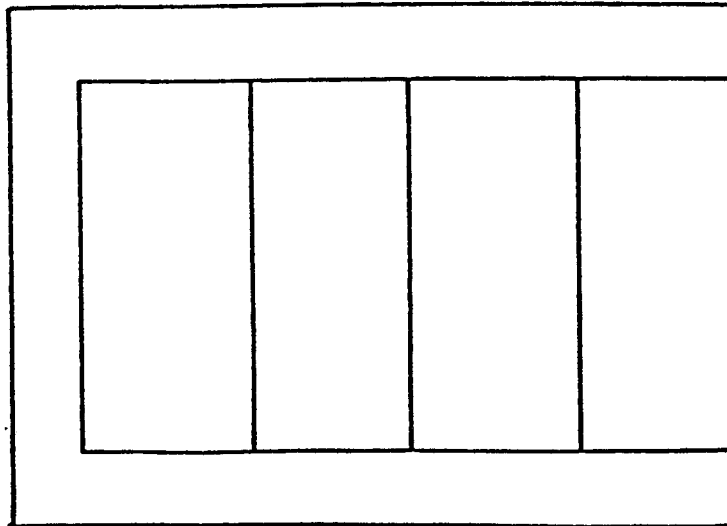


FIG.4