

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

⑫

N° 80 13111

⑤④ Creuset composite pour la fusion d'échantillons d'analyse par voie inductive.

⑤① Classification internationale (Int. Cl.³). B 01 L 3/04; F 27 B 14/10; G 01 N 23/223.

②② Date de dépôt..... 12 juin 1980.

③③ ③② ③① Priorité revendiquée :

④① Date de la mise à la disposition du
public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 51 du 18-12-1981.

⑦① Déposant : INSTITUT DE RECHERCHES DE LA SIDERURGIE FRANÇAISE (IRSID), établisse-
ment professionnel régi par la loi du 17 novembre 1943, résidant en France.

⑦② Invention de : Gérard Willay.

⑦③ Titulaire : *Idem* ⑦①

⑦④ Mandataire :

CREUSET COMPOSITE

La présente invention concerne un creuset composite pour la fusion par voie inductive d'échantillons d'analyse.

5 On connaît des appareils, plus ou moins automatisés, pour la préparation, selon un processus de fusion-dilution dans un fondant, d'échantillons à analyser, par exemple des échantillons non-métalliques sous forme de perles, destinées à l'analyse par fluorescence de rayons X (FR X).

Certains de ces appareils utilisent l'énergie électrique et comportent
10 à cet effet un dispositif de fusion constitué par une bobine à induction verticale, excitée par un courant haute fréquence et au sein de laquelle est placé le creuset contenant l'échantillon.

On connaît, à cet égard, l'appareil automatique décrit dans la demande de brevet français n° 2 381 303 qui comprend un système d'agitation du
15 creuset par mise en mouvement de la bobine pour homogénéiser l'échantillon au cours de la fusion. Celle-ci est suivie d'une opération de coulée dans une nacelle de solidification, elle-même préchauffée en prenant place, soit de façon temporaire sur le dessus de la bobine, soit directement sur le plancher de coulée sur une seconde bobine à induction, de structure plane
20 spiralée.

Le creuset de fusion, comme la nacelle de coulée, sont en matériau devant présenter les propriétés essentielles suivantes : une résistance mécanique à chaud suffisante, compatible avec le poids de l'échantillon, une bonne conductibilité à la fois de l'électricité et de la chaleur, enfin
25 être le plus possible inoxydable et inerte chimiquement, même aux hautes températures nécessitées par la fusion de l'échantillon.

Compte tenu de ces spécificités, on utilise généralement des creusets et nacelles en métal noble, tel que du platine ou un alliage de platine. Ces accessoires sont fort chers et, si la nacelle a une durée de vie très
30 importante, les creusets, en fait, ne sont pas parfaitement inaltérables, mais doivent être remplacés après un nombre de fusions variable en fonction des conditions d'utilisation. En l'occurrence, on sait que certains échantillons contenant des phases métalliques, comme le zinc, peuvent conduire à une dégradation assez rapide des creusets.

35 On comprend donc tout l'intérêt de pouvoir disposer, et c'est là le but de la présente invention, d'un creuset polyvalent, c'est-à-dire répondant mieux aux spécificités indiquées précédemment, de façon à pouvoir s'accomoder d'échantillons de toutes natures et composition avec une égale
39 aptitude et ainsi prolonger au maximum sa durabilité.

A cet effet, l'invention a pour objet un creuset composite pour la fusion d'échantillons d'analyse et destiné à être placé dans une bobine à induction, caractérisé en ce qu'il est constitué de deux récipients distincts, emboîtés l'un dans l'autre, de préférence avec un simple jeu fonctionnel entre eux : un récipient externe de type habituel, en métal noble, tel que du platine ou un alliage de platine et un récipient interne amovible, en matériau réfractaire courant et bon conducteur de la chaleur, tel que du graphite, ou de préférence du carbone vitreux, et destiné à contenir l'échantillon à fondre.

10 Par la suite, pour une plus grande clarté du texte, on emploiera les expressions "récipient en platine" ou "récipient en graphite" pour désigner respectivement le récipient extérieur et le récipient intérieur, sans que l'on puisse pour autant préjuger de la nature chimique exacte des récipients concernés.

15 L'invention résulte de la considération essentielle suivante :

En principe, pour allonger la durée de vie du creuset en platine et par conséquent, réduire le coût unitaire des fusions, il faudrait utiliser un creuset en platine, dans le cas général, et n'utiliser un creuset en graphite que pour des échantillons qui attaquent le platine et qui n'ont
20 pas impérativement besoin d'être fondus dans un creuset de cette nature, mais peuvent se satisfaire d'un creuset en graphite.

Toutefois, les appareils de préparation automatique, équipés d'un dispositif de fusion électrique par induction, s'accommodent fort mal d'une alternance éventuelle creuset en platine, creuset en graphite.

25 Dans ce type d'appareils, en effet, on peut difficilement remplacer un creuset en platine par un creuset en graphite et inversement, car le générateur de courant haute fréquence qui alimente la bobine à induction, n'est accordé, par construction, qu'à un induit de nature déterminée qui, en règle générale d'ailleurs, est en platine. Dans ces conditions, le générateur
30 de courant n'est pas accordé pour un induit en graphite et, dans la majorité des cas, il ne peut l'être, car il alimente également la bobine de préchauffage de la nacelle de coulée laquelle, en pratique, doit impérativement être en platine.

L'intérêt de pouvoir utiliser ces appareils avec des creusets de
35 platine et des creusets de graphite sans modification du matériel, a amené l'inventeur à réfléchir au problème et à trouver la solution, objet de la présente invention, qui consiste, comme on l'aura déjà compris, à placer un récipient en graphite supplémentaire dans le creuset permanent en platine.

39 Ainsi, lorsque la bobine de chauffage est excitée par un courant haute

fréquence (de l'ordre de plusieurs Méga hertz); l'accrochage du courant induit se fait au niveau du récipient extérieur en platine, lequel équilibre rapidement sa température avec celle du récipient intérieur en graphite par échange de chaleur qui s'opère essentiellement par rayonnement. Ce
5 chauffage électrique indirect du récipient interne assure une fusion satisfaisante de l'échantillon qui y est contenu, sensiblement aussi rapide que dans la pratique habituelle (de l'ordre de la minute), mais sans risque de dégradation du platine puisque celui-ci n'est plus en contact avec une
10 matière en fusion susceptible de le détériorer (phases métalliques ou réduites).

Bien entendu, le récipient interne en graphite se justifie moins lorsque l'échantillon à préparer n'est pas de nature chimique pouvant réagir avec le platine et doit donc pouvoir être retiré à volonté. Par ailleurs, il s'use fatalement plus rapidement que le récipient extérieur en platine
15 et doit donc pouvoir être remplacé plus fréquemment.

Dans cette double éventualité, il est prévu de le rendre amovible. De préférence, on prendra soin de ne ménager qu'un jeu fonctionnel minimum entre la paroi intérieure du récipient en platine et la paroi extérieure du récipient en graphite. Ainsi, la bonne correspondance entre les cotes des
20 deux récipients fait que, malgré la haute température d'utilisation (environ 1 200°C), le creuset en graphite ne se consume pratiquement pas sur sa paroi extérieure.

Bien entendu, il demeure possible de ménager entre les récipients un jeu plus important qu'un simple jeu fonctionnel. Dans ce cas toutefois, on
25 aura avantage à éviter une dégradation prématurée du creuset en graphite par oxydation de sa paroi extérieure. Ce résultat peut être atteint par tout moyen approprié, par exemple en confinant l'atmosphère contenue dans l'espace annulaire défini entre les récipients à l'aide notamment d'une colerette prévue à l'extrémité supérieure du récipient en graphite et
30 venant prendre appui sur le bord du récipient en platine (ce qui permet en outre d'éviter, sur ce dernier, des bavures de matière en fusion au moment de la coulée), ou en remplaçant cette atmosphère naturellement oxydante par une atmosphère inerte réalisée par balayage dudit espace avec un gaz neutre ou plus généralement non-oxydant, ou encore par ces deux moyens mis en
35 oeuvre conjointement.

Conformément à une réalisation préférée de l'invention, le récipient interne est en carbone vitreux.

On améliore ainsi la résistance mécanique du récipient par rapport au
39 graphite classique, ce qui permet notamment l'utilisation à moindre risque

de récipients à paroi mince (de l'ordre du millimètre en épaisseur) et par conséquent, de conserver pratiquement la vitesse de chauffe très rapide obtenue avec le récipient en platine seul.

Par ailleurs, contrairement au graphite classique, le carbone vitreux n'est pratiquement pas friable, ce qui évite d'entraîner, au moment de la coulée de l'échantillon, des particules de carbone arrachées à la paroi et qui risqueraient de perturber l'analyse ultérieure. Il doit être signalé en outre que le carbone vitreux s'use au cours des fusions successives mais cette usure est bien plus lente que celle du graphite classique, et elle a pour origine, non pas une érosion mécanique de la paroi, mais une réactivité chimique avec l'oxygène (dégagement de CO ou de CO₂) qui, en tout état de cause, ne pollue pas l'échantillon. Enfin, le carbone vitreux, ayant par définition la consistance du verre, présente des propriétés non-mouillantes pour l'échantillon, ce qui permet de récupérer toute la matière au moment de la coulée, sans avoir besoin de procéder à un nettoyage ultérieur du récipient.

Il doit être souligné que l'intérêt majeur de l'invention, dans sa conception la plus générale, c'est-à-dire indépendamment de la nature chimique du matériau constituant le récipient interne, s'exprime en termes de rentabilité ou, si l'on préfère, d'économie au niveau du coût unitaire de fusion des échantillons.

Dans la pratique antérieure à creuset de platine unique, la reprise des creusets usagés par le façonneur de platine se fait à environ 75 % de leur valeur en métal. L'utilisateur perd donc systématiquement le quart du prix du creuset, auquel se rajoute le coût de l'usinage pour le nombre de fusions réalisées avec celui-ci. De cette façon, l'incidence du platine dans le prix de revient d'une fusion peut être estimée à plus de 10 francs français, au cours actuel des métaux précieux.

Les expériences réalisées avec un creuset composite conforme à l'invention montrent que, pour un creuset intérieur de 1 mm d'épaisseur environ, on peut procéder à une dizaine de fusions environ par creuset de graphite, et à plus d'une vingtaine dans le cas du carbone vitreux, avant de devoir le remplacer. Si l'on prend en compte d'un côté la durabilité améliorée du récipient en platine et, de l'autre, le coût relativement faible des récipients en graphite comparativement à celui du platine, on calcule une réduction d'environ 70 % de l'incidence du creuset dans le prix de revient unitaire de la fusion.

Il va de soi que l'invention peut présenter de nombreuses variantes de réalisation, tant dans la forme, la nature ou la structure du creuset

composite.

- Ainsi, le creuset peut avoir n'importe qu'elle forme géométrique dans la mesure bien entendu où les deux récipients qui le composent peuvent être emboîtés l'un dans l'autre de manière à être aisément séparés, puis assemblés à nouveau. On comprend qu'à cet égard, la forme la plus avantageuse est celle du cylindre de révolution de préférence. De même, le récipient intérieur peut légèrement dépasser de la limite supérieure du récipient extérieur (quelques mm), de manière à constituer une prise possible et faciliter ainsi son introduction dans le récipient extérieur ou son retrait.
- 10 On comprend qu'une telle disposition permet en outre, comme dans le cas de la collerette précédemment évoquée, d'éviter des bavures de matière en fusion sur le creuset en platine au cours de la coulée de l'échantillon. Bien entendu, cette disposition peut être réalisée de différentes manières, par exemple en utilisant un récipient intérieur de hauteur légèrement supérieure à celle du récipient extérieur, ou en plaçant sur le fond de celui-ci une cale en matériau réfractaire, par exemple un coussin de feutre de carbone, ou équivalent, sur laquelle vient reposer le récipient intérieur, ce qui permet d'obtenir le surcroît de hauteur recherché.

- Enfin, il doit être noté que les récipients en graphite ou en carbone vitreux entrant dans le cadre de la présente invention ne présentent aucune difficulté particulière d'approvisionnement car ils sont disponibles ou facilement accessibles dans le commerce.

REVENDEICATIONS

- 1°) Creuset composite pour la fusion d'échantillons d'analyse par voie inductive et destiné à être placé dans une bobine de chauffage par induction
5 alimentée en courant électrique à haute fréquence, caractérisé en ce qu'il est constitué de deux récipients distincts et séparables, emboîtés l'un dans l'autre : un récipient extérieur en métal noble et un récipient intérieur amovible en matériau réfractaire bon conducteur de la chaleur et destiné à recevoir l'échantillon à fondre.
- 10 2°) Creuset selon la revendication 1, caractérisé en ce que le récipient extérieur est en platine, ou alliage de platine ou les mêmes propriétés.
- 3°) Creuset selon les revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que le récipient intérieur est en graphite.
- 4°) Creuset selon les revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que le
15 récipient intérieur est en carbone vitreux.
- 5°) Creuset selon la revendication 1, caractérisé en ce que les deux récipients emboîtés présentent entre eux un simple jeu fonctionnel.
- 6°) Creuset selon la revendication 1, caractérisé en ce que les deux récipients emboîtés définissent entre eux un espace annulaire de séparation
20 et en ce que le creuset intérieur présente à son extrémité supérieure une colerette venant prendre appui sur le bord du récipient extérieur.
- 7°) Creuset selon la revendication 1, caractérisé en ce que le récipient intérieur dépasse légèrement de la limite supérieure du récipient extérieur.
- 25 8°) Creuset selon la revendication 7, caractérisé en ce que le récipient intérieur présente une hauteur légèrement supérieure à celle du creuset extérieur.
- 9°) Creuset selon la revendication 7, caractérisé en ce que le creuset extérieur comporte sur le fond une cale en matériau réfractaire sur laquelle
30 repose le creuset intérieur.