



SPF ECONOMIE, P.M.E.,
CLASSES MOYENNES & ENERGIE

NUMERO DE PUBLICATION : 1015192A5
NUMERO DE DEPOT : 2000/0090
Classif. Internat. : G01N
Date de délivrance le : 09 Novembre 2004

Le Ministre de l'Economie,

Vu la Convention de Paris du 20 Mars 1883 pour la Protection de la propriété intellectuelle;

Vu la loi du 28 Mars 1984 sur les brevets d'invention, notamment l'article 22;

Vu l'arrêté royal du 2 Décembre 1986 relatif à la demande, à la délivrance et au maintien en vigueur des brevets d'invention, notamment l'article 28;

Vu le procès verbal dressé le 03 Février 2000 à 14H50 à l'Office de la Propriété Intellectuelle

ARRETE :

ARTICLE 1.- Il est délivré à : METAL SCIENCE Ltd.; YUWA Co., Ltd.
152-3, Kamihongo, Toyota-cho Iwata-gun SHIZUOKA(JAPON); 2660-4 Akasegawa, Akune
KAGOSHIMA (JAPON)

représenté(e)s par : DONNE Eddy, BUREAU BOCKSTAEL, Arenbergstraat, 13 - B 2000
ANTWERPEN.

un brevet d'invention d'une durée de 20 ans, sous réserve du paiement des taxes annuelles, pour : DETERMINATION DES TENEURS EN CARBONE ET EN SILICIUM D'UNE FONTE EN FUSION.

PRIORITE(S) 04.02.99 JP JPA 1163746

ARTICLE 2.- Ce brevet est délivré sans examen préalable de la brevetabilité de l'invention, sans garantie du mérite de l'invention ou de l'exactitude de la description de celle-ci et aux risques et périls du(des) demandeurs(s).

Pour expédition certifiée conforme

L. WUYTS
CONSEILLER

Bruxelles, le 09 Novembre 2004
PAR DELEGATION SPECIALE :

L. WUYTS
CONSEILLER

**DETERMINATION DES TENEURS EN CARBONE ET
EN SILICIUM D'UNE FONTE EN FUSION**

FONDEMENT DE L'INVENTION

La présente invention concerne un procédé pour déterminer les teneurs en carbone et en silicium d'une fonte en fusion, plus particulièrement un procédé permettant de prédire les teneurs en carbone et en silicium d'une fonte en fusion ou d'une fonte brute par analyse thermique. Ci-après, lorsqu'il n'y a pas lieu d'opérer une distinction entre la fonte ou la fonte brute, on utilise le terme "fonte".

Du fer en fusion préparé à l'aide d'un cubilot ou de fonte brute portée à fusion dans un haut fourneau à courant d'air forcé est désigné par l'expression "structure eutectique" et la teneur en carbone de la structure eutectique du métal en fusion est transformée en fer hypoeutectique ou hypereutectique en fonction des

conditions de travail en ce qui concerne les quantités du coke de fonderie et du courant d'air forcé dans le haut fourneau.

5 Dans certains cas, on peut ajouter des additifs tels que du silicium à la fonte en fusion dans le but d'obtenir une composition désirée et, dans le cas de la fonte brute, on transfère la fonte brute en fusion dans un convertisseur pour éliminer le carbone et le silicium
10 afin de le transformer en acier. Dans le but d'obtenir de l'acier à partir de fonte brute en fusion, il y a lieu de régler la qualité de l'air forcé dans le convertisseur en fonction des teneurs en carbone et en silicium.

15 Habituellement, on procède à une analyse spectroscopique d'émission pour mesurer les teneurs en carbone ou en silicium de la fonte ou de la fonte brute.

20 Dans l'analyse spectroscopique d'émission, on déverse une portion du métal en fusion dans un récipient d'échantillonnage et on solidifie l'échantillon. On polit la surface de l'échantillon solidifié avec un abrasif extrêmement fin, puis on analyse la surface
25 polie.

Dans la technique antérieure, on effectue une analyse thermique pour mesurer les teneurs en carbone et en silicium de la fonte en fusion. Malgré le fait que
30 les équivalents en carbone (CE) de chacune des compositions hypoeutectique et hypereutectique dans de

la fonte en fusion soient différents l'un de l'autre, dans une courbe de refroidissement obtenue par l'analyse, les températures de cristallisation primaire des deux compositions sont souvent situées au même
5 endroit de la courbe. En conséquence, l'analyse thermique pour mesurer les teneurs en carbone et en silicium de la fonte en fusion est habituellement restreinte à un petit nombre de fontes hypoeutectique ou hypereutectique.

10

Dans de la fonte hypereutectique proprement dite, soit du graphite, soit de la cémentite (Fe_3C) cristallise à partir de la fonte en fusion. Toutefois, les températures de cristallisation primaire du graphite
15 et de la cémentite sont différentes l'une de l'autre, comme on peut le voir à partir du diagramme de phases; de même, les teneurs en carbone du graphite et de la cémentite sont différentes.

20

Le cristal primaire de la forme hypoeutectique représente uniquement de la fonte austénitique et les teneurs en carbone peuvent être mesurées par la température hypoeutectique de l'austénite.

25

Comme on peut le voir clairement dans le diagramme de phases de la fonte en fusion contenant du fer et du carbone, dans la région hypereutectique, on trouve deux liquidus dans le plan (AB et BE). La teneur en carbone de la fonte en fusion peut être mesurée par la
30 température de cristallisation primaire, mais étant donné que l'on ne dispose pas d'une quantité suffisante

de germes cristallins, le liquidus de la cémentite dans le plan n'apparaîtra pas sur le diagramme. En conséquence, une température primaire proprement dite apparaît entre les deux liquidus dans le plan.

5

Lorsque la fonte en fusion est de la fonte hypoeutectique, on obtient une cristallisation, soit du graphite, soit de la cémentite. Si la matière de graphite est présente en une quantité plutôt en excès
10 dans la fonte en fusion, le liquidus du graphite dans le plan apparaîtra dans le diagramme de phase de la fonte en fusion contenant du fer et du carbone. Par ailleurs, dans le cas d'une quantité insuffisante d'une matière nucléaire de graphite dans la fonte en fusion, elle
15 refroidit en cas de superrefroidissement et la température de cristallisation primaire apparaît plus bas que le liquidus dans le plan.

En l'absence de matière nucléaire de graphite dans
20 de la fonte en fusion, la cémentite cristallise. Toutefois, la matière nucléaire dans de la fonte en fusion proprement dite n'apparaîtra pas sur le diagramme de phase sous la forme d'un liquidus de cémentite dans le plan.

25

En conséquence, dans le but de mesurer la teneur en carbone d'une fonte en fusion proprement dite, il est nécessaire d'ajouter une quantité suffisante de matière nucléaire de graphite ou d'éliminer la matière nucléaire
30 de graphite qui y est contenue.

A la lumière de ce qui précède, il est impossible de mesurer ou de déterminer la teneur en carbone ou en silicium de la fonte en fusion ou de la fonte brute via le procédé habituel d'analyse thermique lorsque le métal en fusion est à l'état hypereutectique.

Un objet principal de l'invention est de procurer un procédé de détermination des teneurs en carbone et en silicium d'une fonte en fusion ou d'une fonte brute.

10

D'autres objets de la présente invention se dégageront ci-après.

BREVE DESCRIPTION DU DESSIN

15

La FIGURE est un diagramme de phase d'une fonte en fusion contenant du fer et du carbone.

DESCRIPTION DETAILLEE DE L'INVENTION

20

Pour atteindre ces objets, un procédé pour déterminer les teneurs en carbone et en ferro-silicium de fontes ou de fontes brutes en fusion conformément à la présente invention englobe les étapes consistant à:

- 25 (1) préparer un premier récipient d'échantillonnage à utiliser dans l'analyse thermique de la fonte en fusion, auquel on ajoute une petite quantité de tellure (Te);
- (2) préparer un second récipient d'échantillonnage dans lequel on ajoute une petite quantité de ferro-silicium
- 30 (Si);

(3) déverser ladite fonte en fusion dans les premier et second récipients de manière simultanée;

(4) procéder à une analyse thermique de la fonte en fusion dans le premier récipient; afin d'obtenir une
5 température de cristallisation primaire de ladite fonte en fusion dans ledit premier récipient;

(5) procéder à une analyse thermique de la fonte en fusion dans le second récipient; afin d'obtenir une
10 température de cristallisation primaire de ladite fonte en fusion dans ledit second récipient;

(6) comparer la température de cristallisation primaire de la fonte en fusion dans le premier récipient à ladite température de cristallisation primaire de la fonte en fusion dans le second récipient.

15

Conformément à la présente invention, on soumet la fonte en fusion à une analyse thermique en utilisant le premier récipient d'échantillonnage dans lequel on ajoute une petite quantité de tellure et le second
20 récipient d'échantillonnage dans lequel on ajoute une petite quantité de ferro-silicium, puis on compare l'une avec l'autre les températures de cristallisation primaire de la fonte en fusion dans les deux récipients.

25 A partir de la comparaison effectuée ci-dessus, si la température de cristallisation primaire de la fonte en fusion dans le premier récipient est supérieure à celle de la fonte en fusion dans le second récipient, on peut en déduire que la fonte en fusion est de la fonte
30 hypoeutectique. En revanche, si la température de cristallisation primaire de la fonte en fusion dans le

second récipient est supérieure à celle du premier récipient, on en conclut que la fonte en fusion est de type hypereutectique.

5 En outre, étant donné que le premier récipient d'échantillonnage contient une petite quantité de tellure, les cristaux primaires dans la fonte en fusion se transforment en cémentite. En conséquence, lorsque l'échantillon correspond à de la fonte hypoeutectique,
10 la teneur de l'échantillon en carbone sera aisément déterminée par sa courbe d'étalonnage.

Par ailleurs, lorsqu'on déverse l'échantillon de fonte en fusion dans le second récipient contenant du
15 ferro-silicium, l'équivalent en carbone de la fonte en fusion subira une augmentation sous l'action du ferro-silicium. En conséquence, comme on peut le voir dans le diagramme de phases, la température de cristallisation primaire de la fonte en fusion s'approche de la
20 température eutectique qui est inférieure à la température de cristallisation primaire de la fonte en fusion dans le premier récipient.

Lorsque l'échantillon fourni est de la fonte
25 hypereutectique, la température de cristallisation primaire de l'échantillon dans le second récipient est supérieure à celle régnant dans le premier récipient d'échantillonnage.

30 Après avoir déterminé le fait de savoir s'il s'agit d'une fonte hypereutectique ou hypoeutectique, on peut

mesurer la teneur en carbone de la fonte en fusion par la courbe d'étalonnage.

En outre, par le fait que le premier récipient
5 d'échantillonnage contient du tellure, même si la fonte en fusion dans le premier récipient est de la fonte hypereutectique, elle se solidifie en fonte brute blanche et on peut obtenir une température eutectique fixe pour procéder à l'analyse des teneurs en carbone et
10 en silicium.

EXPERIENCE

On maintient respectivement, à une température de
15 1500°C, des échantillons de fonte en fusion numéro 1 à numéro 5 que l'on soumet à une analyse de la composition chimique en ce qui concerne la teneur en carbone (C) et la teneur en silicium (Si), ainsi que l'équivalent en carbone (CE) comme représenté dans le TABLEAU I.

20

On déverse ces échantillons dans le premier récipient d'échantillonnage auquel on ajoute une petite quantité de tellure, dans un deuxième récipient d'échantillonnage auquel on ajoute une petite quantité
25 de silicium tel que des composés de ferrosilicium (par exemple Fe-75% de Si ou Fe-40% de Si-10% de Ca) et dans un troisième récipient d'échantillonnage exempt d'additif, puis on soumet les échantillons à une analyse thermique pour obtenir des courbes de refroidissement
30 dans le but de mesurer la température de cristallisation primaire et la température eutectique, les teneurs en

carbone et en silicium et l'équivalent en carbone, respectivement.

TABLEAU I

5

Echantillon	No. 1	No. 2	No. 3	No. 4	No. 5
C (%)	4,75	4,4	4,1	3,75	3,5
Si (%)	1,4	1,4	1,4	1,4	1,4
CE	5,2	4,9	4,6	4,3	4,0

Les résultats de l'analyse thermique des échantillons numéro 1 à numéro 5 sont repris dans le TABLEAU II et, dans le TABLEAU III, on représente les teneurs en carbone et en silicium de ces échantillons.

10

TABLEAU II

(Résultats de l'analyse thermique)

	Température de cristallisation primaire				
CE	4,0	4,3	4,6	4,9	5,2
1er récipient	1192	1150	1124	1164	1212
2ème récipient	1189	1152	1167	1223	1258
3ème récipient	1195	1157	1160	1185	1241
	Température eutectique				
1er récipient	1123	1123	1123	1123	1122
2ème récipient	1150	1152	1153	1154	1153
3ème récipient	1129	1133	1147	1149	1151

15

TABLEAU III

Echantillon	No. 1	No. 2	No. 3	No. 4	No. 5
C (%)	4,7	4,4	4,1	3,8	3,5
Si (%)	1,4	1,4	1,4	1,4	1,4
CE	5,2	4,9	4,6	4,3	4,0

Lorsqu'on compare le TABLEAU I avec le TABLEAU III,
5 les résultats de l'analyse thermique correspondent
approximativement à ceux de l'analyse chimique.

Conformément à la présente invention, on soumet le
même échantillon de fonte en fusion à une analyse
10 thermique en utilisant un premier récipient
d'échantillonnage dans lequel on a placé une petite
quantité de tellure et un deuxième récipient
d'échantillonnage dans lequel on a placé une petite
quantité de ferro-silicium, et on compare la température
15 de cristallisation primaire de la fonte en fusion dans
le premier récipient d'échantillonnage à celle du second
récipient d'échantillonnage.

Revendications.

1.- Procédé pour déterminer les teneurs en carbone et en
5 ferro-silicium d'une fonte en fusion contenant plus ou
moins Fe-40% Si-10% Ca, constitué par les étapes
consistant à:

(1) préparer un premier récipient d'échantillonnage à
utiliser dans l'analyse thermique de la fonte en fusion,
10 auquel on ajoute une petite quantité de tellure;

(2) préparer un second récipient d'échantillonnage dans
lequel on ajoute une petite quantité de ferro-silicium;

(3) déverser ladite fonte en fusion dans lesdits premier
et second récipients de manière simultanée;

15 (4) procéder à une analyse thermique de ladite fonte en
fusion dans ledit premier récipient afin d'obtenir une
température de cristallisation primaire de ladite fonte
en fusion dans ledit premier récipient;

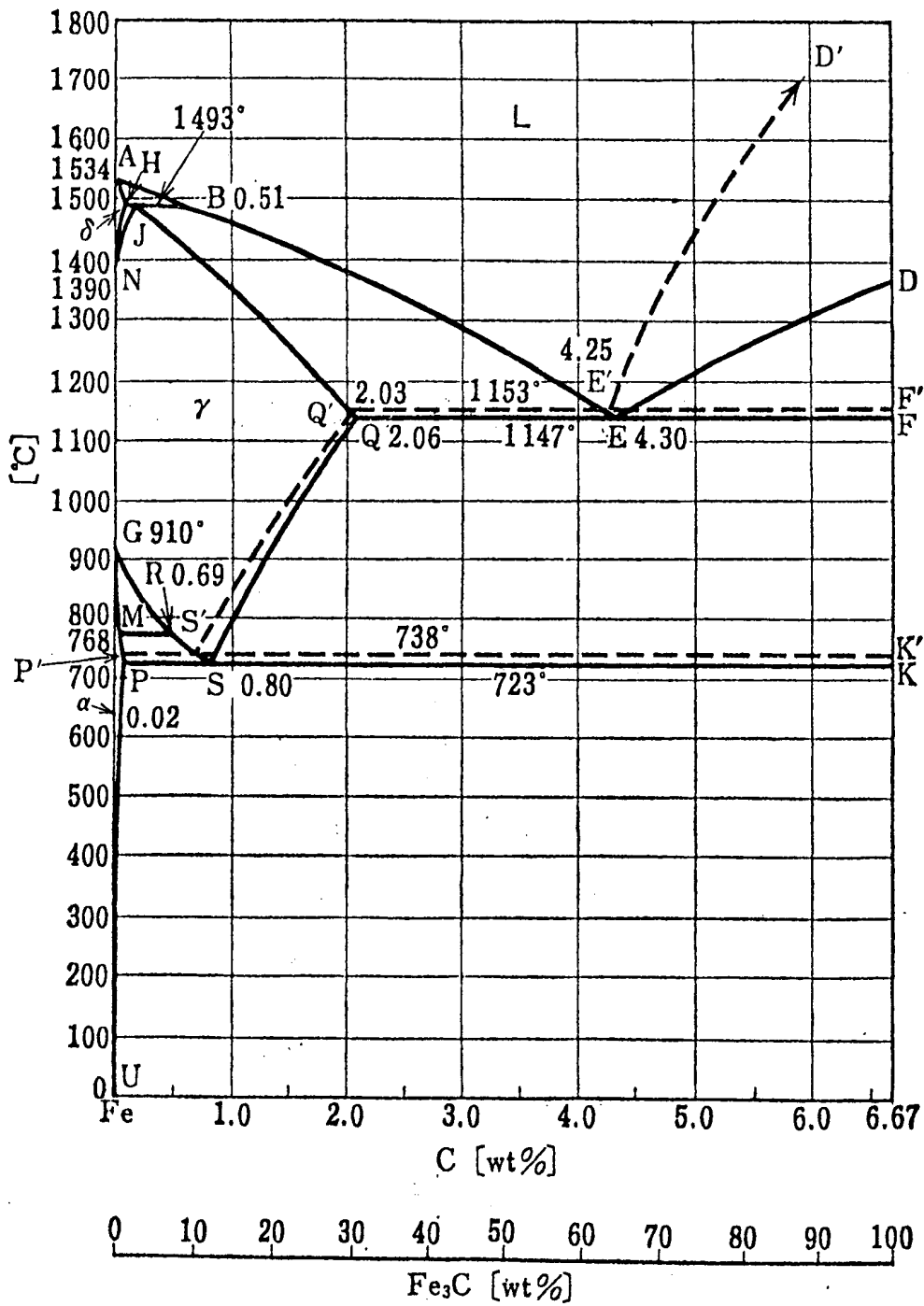
(5) procéder à une analyse thermique de ladite fonte en
20 fusion dans ledit second récipient afin d'obtenir une
température de cristallisation primaire de ladite fonte
en fusion dans ledit second récipient;

(6) comparer ladite température de cristallisation
primaire de ladite fonte en fusion dans ledit premier
25 récipient à ladite température de cristallisation
primaire de ladite fonte en fusion dans ledit second
récipient.

2.- Procédé pour déterminer les teneurs en carbone et en
30 silicium d'une fonte en fusion selon la revendication 1,
dans lequel ledit ferro-silicium est représenté par Fe-

75% de Si.

3.- Procédé pour déterminer les teneurs en carbone et en silicium d'une fonte en fusion selon la revendication 1, dans lequel ledit ferro-silicium est représenté par Fe-40% de Si-10% de Ca.



DETERMINATION DES TENEURS EN CARBONE ET EN SILICIUM D'UNE FONTE
EN FUSION

Un procédé pour déterminer les teneurs en carbone et en silicium d'une fonte en fusion est révélé. Le procédé comprend les étapes consistant à effectuer une analyse thermique de la fonte en fusion versée dans un premier récipient d'échantillonnage auquel on ajoute une petite quantité de tellure et dans un second récipient d'échantillonnage auquel on ajoute une petite quantité de silicium, et comparer les températures de cristallisation primaire de la fonte en fusion dans les premier et second récipients d'échantillonnage.

Figure unique



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE
établi en vertu de l'article 21 § 1 et 2
de la loi belge sur les brevets d'invention
du 28 mars 1984

Numero de la demande
nationale

BO 7742
BE 200000090

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int.CI.7)
X	US 5 804 006 A (SAHARA EIICHI ET AL) 8 septembre 1998 (1998-09-08) * colonne 1, ligne 43 - ligne 59 * * colonne 3, ligne 20 - ligne 28 * ---	1-4	G01N33/20 G01N25/04
A	US 5 503 475 A (YAMAGUCHI TAKESHI) 2 avril 1996 (1996-04-02) * revendication 1 *	1	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.CI.7) G01N C21C
A	EP 0 529 074 A (METEC CORP) 3 mars 1993 (1993-03-03) * revendication 1 *	1	
A	EP 0 327 237 A (BRITISH CAST IRON RES ASS) 9 août 1989 (1989-08-09) * colonne 2, ligne 29 - ligne 40 * -----	1	
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
11 mars 2004		Duchatellier, M	
<p>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons</p> <p>& : membre de la même famille, document correspondant</p>			

1
EPO FORM 1503 03.82 (P04C48)

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET BELGE NO.**

BO 7742
BE 20000090

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche visé ci-dessus.

Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

11-03-2004

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 5804006	A	08-09-1998	JP 2750832 B2	13-05-1998
			JP 8313464 A	29-11-1996
			BR 9602248 A	27-10-1998
			CN 1141351 A , B	29-01-1997
			DE 19619477 A1	21-11-1996
			GB 2300916 A , B	20-11-1996
			IT T0960398 A1	14-11-1997
			SE 515846 C2	15-10-2001
			SE 9601693 A	17-11-1996
US 5503475	A	02-04-1996	AUCUN	
EP 0529074	A	03-03-1993	WO 9118285 A1	28-11-1991
			AU 664534 B2	23-11-1995
			DE 69028214 D1	26-09-1996
			DE 69028214 T2	20-02-1997
			EP 0529074 A1	03-03-1993
EP 0327237	A	09-08-1989	CA 1331952 C	13-09-1994
			DE 68909434 D1	04-11-1993
			DE 68909434 T2	17-02-1994
			EP 0327237 A2	09-08-1989
			ES 2044078 T3	01-01-1994
			GB 2215459 A , B	20-09-1989
			JP 1287247 A	17-11-1989
			JP 2708846 B2	04-02-1998
			US 4913878 A	03-04-1990