

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
—  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
—  
PARIS  
—

①1 N° de publication :  
(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

**2 642 167**

②1 N° d'enregistrement national :

**89 01138**

⑤1 Int Cl<sup>5</sup> : G 01 N 9/36, 33/22.

①2

## DEMANDE DE CERTIFICAT D'ADDITION À UN BREVET D'INVENTION

A2

②2 Date de dépôt : 25 janvier 1989.

③0 Priorité :

④3 Date de la mise à disposition du public de la  
demande : BOPI « Brevets » n° 30 du 27 juillet 1990.

⑥0 Références à d'autres documents nationaux appa-  
rentés : 1<sup>re</sup> addition au brevet 84 18076 pris le 21  
novembre 1984.

⑦1 Demandeur(s) : *INSTITUT DE RECHERCHES DE LA SI-  
DERURGIE FRANCAISE IRSID. — FR.*

⑦2 Inventeur(s) : Georges Heitz.

⑦3 Titulaire(s) :

⑦4 Mandataire(s) : Irsid, Techmetal Promotion.

⑤4 Procédé et appareil pour la détermination rapide du taux d'humidité d'un échantillon.

⑤7 L'invention a pour objet un appareil pour la détermination  
rapide et prédictive du taux d'humidité d'un matériau du type  
faisant l'objet du brevet principal, ainsi qu'un procédé le met-  
tant en œuvre, caractérisé en ce que le chauffage de l'échantil-  
lon est interrompu à plusieurs reprises, au moins dans la phase  
terminale du chauffage.

L'invention s'applique plus particulièrement à l'analyse d'é-  
chantillons de coke métallurgique.

**FR 2 642 167 - A2**

D

1

PROCEDE ET APPAREIL POUR LA DETERMINATION RAPIDE  
DU TAUX D'HUMIDITE D'UN ECHANTILLON

La présente invention se rapporte à la détermination prédictive du taux d'humidité contenue dans un matériau, notamment dans un coke métallurgique.

Plus précisément, l'invention concerne un mode de fonctionnement particulier de l'appareil, objet du brevet principal n° 84/18076 déposé le 21 novembre 1984 au nom du demandeur, et dont l'enseignement est incorporé à la présente description par référence.

On rappelle que le brevet principal a pour objet un appareil pour la détermination prédictive du taux d'humidité d'un matériau, dans lequel l'échantillon est placé dans une enceinte de chauffage rapide (de préférence par micro-ondes) comportant un dispositif de pesée automatique. A des instants successifs déterminés, le poids de l'échantillon est mesuré. Une série  $i$  de mesures du poids est utilisée par une unité de calcul pour la détermination des  $n$  paramètres de l'équation particulière de séchage  $Y^i = f_n^i(t)$  donnant la perte de poids de l'échantillon au cours du chauffage, et dont la forme analytique  $Y = f_n(t)$  est prédéterminée. Cette courbe présente une asymptote de valeur  $A^i$  que l'unité de calcul détermine. Lorsque la différence entre deux valeurs  $A^i$  et  $A^{i+1}$  de l'asymptote, déterminées par deux séries successives de mesures,  $i$  et  $i + 1$  est inférieure à une valeur de consigne correspondant à l'incertitude acceptable sur la détermination du taux d'humidité de l'échantillon, l'expérience est arrêtée automatiquement et son résultat est restitué à l'opérateur. Il n'est ainsi pas nécessaire d'attendre le séchage complet de l'échantillon pour disposer d'une détermination de son humidité.

Avec un tel appareil, le temps d'obtention d'une valeur considérée comme fiable pour l'humidité d'un coke métallurgique est de l'ordre de 30 à 60 % du temps nécessaire au séchage complet de l'échantillon.

Dans une forme de réalisation préférentielle, l'enceinte de chauffage est un four à micro-ondes.

Cet appareil est particulièrement adapté à la mesure de l'humidité d'échantillons de coke métallurgique. Mais, lors du traitement de tels échantillons, les inventeurs ont constaté que parfois, vers la fin de la période de chauffe, alors que l'échantillon

est presque sec, se produit une combustion partielle des morceaux de coke. Cette combustion entraîne une perte de poids de l'échantillon qui n'est pas due à une départ d'eau, et qui vient donc fausser la mesure de l'humidité.

5            Cette combustion est due au fait que la puissance de chauffe utilisée doit être suffisante pour provoquer un départ relativement rapide de la plus grande partie de l'eau emprisonnée dans l'échantillon, afin que la mesure ne soit pas exagérément longue. Mais, cette puissance de chauffe appliquée en permanence à un  
10            échantillon parvenu dans la phase terminale de son séchage peut s'avérer excessive au point d'initier la combustion de l'échantillon.

Le but de l'invention est justement de proposer un mode de chauffage qui permet d'éviter cette combustion de l'échantillon.

15            A cet effet, l'invention a pour objet un procédé de détermination du taux d'humidité d'un matériau, notamment d'un coke sidérurgique, mettant en oeuvre le dispositif selon la revendication principale du brevet principal, caractérisé en ce que l'on interrompt temporairement à plusieurs reprises le chauffage de l'échantillon, au moins dans la phase terminale du séchage.

20            L'invention a également pour objet un appareil pour la détermination du taux d'humidité d'un matériau, notamment d'un coke sidérurgique, selon la revendication principale du brevet initial, comprenant des moyens de chauffage de l'échantillon, caractérisé en ce que des moyens sont prévus pour commander des interruptions  
25            temporaires du fonctionnement desdits moyens de chauffage.

30            Comme on l'aura compris, l'invention consiste à chauffer l'échantillon de manière discontinue, en alternant des périodes de chauffage avec des périodes pendant lesquelles le chauffage est interrompu. La périodicité et la durée des périodes d'arrêt du chauffage est déterminée expérimentalement en relation avec la nature de l'échantillon et la présence du chauffage, de manière à ce que, pendant la phase terminale du séchage, l'énergie communiquée à l'échantillon ne soit jamais suffisante pour initier sa combustion.

35            Les autres caractéristiques du fonctionnement de l'appareil ne sont pas modifiées, en particulier les moments auxquels sont effectuées les mesures du poids de l'échantillon et la forme générale prédéterminée de l'équation  $Y = f_n(t)$ . En effet l'expérience montre que la forme de la courbe de séchage de l'échantillon n'est pas

sensiblement altérée par le nouveau mode de chauffage. Il n'y a donc aucune raison d'interrompre ou d'espacer davantage les mesures du poids de l'échantillon pendant les périodes d'arrêt du chauffage.

Un exemple de mode de chauffage d'un échantillon de coke peut  
5 consister en :

- un chauffage continu pendant 25 minutes, suivi par 5 minutes d'interruption du chauffage,

- puis 13 cycles comprenant chacun un chauffage de 5 minutes suivi par 5 minutes d'interruption du chauffage.

) Le chauffage de l'échantillon est ainsi programmé pour durer 160 minutes. Mais la déduction du poids de l'échantillon sec par extrapolation, effectuée d'après les mesures du poids réalisées pendant le séchage, permet généralement d'interrompre l'opération avant cette limite.

) Sur 54 échantillons de coke soumis à un tel chauffage, seuls 9 d'entre eux ont subi une combustion, et une teneur en eau de 2,5 % peut être déterminée à 0,1 % près au bout de 45 minutes d'analyse. La durée de l'expérience et la précision du résultat obtenu ne diffèrent pas significativement de celles que l'on obtient avec un chauffage continu de l'échantillon.

Un autre exemple de mode de chauffage d'un échantillon de coke est le suivant :

- 20 cycles comprenant chacun un chauffage de 4 minutes suivi par 1 minute d'interruption du chauffage,

- puis 12 cycles comprenant chacun un chauffage de 2 minutes suivi par 3 minutes d'interruption du chauffage.

Grâce à ce dernier mode de chauffage, les risques de combustion partielle d'un échantillon de coke contenant 2 % d'humidité peuvent être totalement écartés, là encore sans allongement significatif de la durée de l'opération et sans altération de la précision de la mesure de l'humidité. Une teneur en eau de 2 % peut être connue à 0,10 % près au bout de 35 minutes d'analyse. Après 45 minutes, la précision sur le résultat atteint 0,06 %.

Bien entendu, ce mode opératoire peut être appliqué à la mesure de l'humidité d'échantillons de tous matériaux autres que le coke, dont on peut craindre qu'un chauffage intense et ininterrompu provoque la combustion ou la décomposition.

## REVENDICATIONS

1) Procédé de détermination du taux d'humidité d'un matériau, notamment d'un coke sidérurgique, mettant en oeuvre le dispositif selon la revendication 1 du brevet principal, caractérisé en ce que l'on interrompt temporairement à plusieurs reprises le chauffage de l'échantillon, au moins dans la phase terminale du séchage.

2) Appareil pour la détermination du taux d'humidité d'un matériau notamment d'un coke sidérurgique, selon la revendication 1 du brevet principal, comprenant des moyens de chauffage de l'échantillon, caractérisé en ce que des moyens sont prévus pour commander des interruptions temporaires du fonctionnement desdits moyens de chauffage.