



PONTIFICIA
ACADEMIA
SCIENTIARVM

COMMENTARI

VOL. II

N. 48

GEORGES CHAUDRON

LES TECHNIQUES
POUR OBTENIR LES HAUTES TEMPERATURES
ET LEUR APPLICATIONS

EX AEDIBVS ACADEMICIS IN CIVITATE VATICANA



PONTIFICIA
ACADEMIA
SCIENTIARVM

LES TECHNIQUES POUR OBTENIR LES HAUTES TEMPERATURES ET LEUR APPLICATIONS

GEORGES CHAUDRON

Académicien Pontifical

SUMMARIVM — Novae indicantur viae, quibus magnus calor obtineri potest, quae viae utiliter adhibentur in metallorum arte, praesertim ad purissima metalla apparanda. Per fistulam quae plasmate utitur i.e. vulgo « chalumeau à plasma », qualis in Vitryana officina facta est, maximi calores haberi possunt in aëre purissimo.

Les méthodes de chauffage à haute température ont pris un grand développement au cours de ces dernières années. Il est possible, non seulement d'atteindre des températures de plus en plus élevées, mais également d'opérer dans des conditions de vide ou d'atmosphère qui permettent d'obtenir, dans le cas des métaux ou des alliages, des puretés particulièrement remarquables. On évite ainsi les principales causes de pollution.

Nous indiquerons un certain nombre de techniques relativement nouvelles, utilisées pour la fusion des métaux réfractaires et la préparation de ces métaux à un haut degré de pureté.

On peut considérer que les métaux réfractaires sont ceux

dont la température de fusion est supérieure à 1400°C. Si l'on se reporte à la classification périodique des éléments, on constate qu'il s'agit de métaux de transition des groupes B, (du groupe IV B au groupe VIII B). Les températures de fusion vont de 1500°C environ pour le fer, le manganèse, le cobalt, jusqu'à 3000°C pour le tantal, le rhénium et l'osmium; elles atteignent 3400° pour le tungstène (voir figure 1).

Chauffage par courants haute fréquence:

Depuis sa découverte par G. Ribaud, qui fut professeur à la Faculté des Sciences de Strasbourg puis de Paris, cette technique a pris une importance capitale. Elle avait été présentée par son auteur dans le traité « Les Hautes Températures et leurs utilisations en chimie », publié à Paris en 1950 sous la direction de Paul Lebeau. Nous indiquerons plus loin des applications nouvelles qui sont apparues au cours de ces quinze dernières années, en particulier dans la méthode de purification par fusion de zone.

Chauffage par bombardement électronique:

Le principe de la fusion par bombardement électronique consiste à concentrer sur la surface de la substance à fondre un faisceau d'électrons accélérés dans un champ électrique. Le rendement énergétique du phénomène peut être très élevé car l'énergie est entièrement concentrée sur la surface utile. L'opération peut être utilisée en particulier pour la soudure des métaux.

Chauffage au four à image:

Le principe du four à image consiste à former au moyen d'un système optique l'image d'une source de brillance élevée.

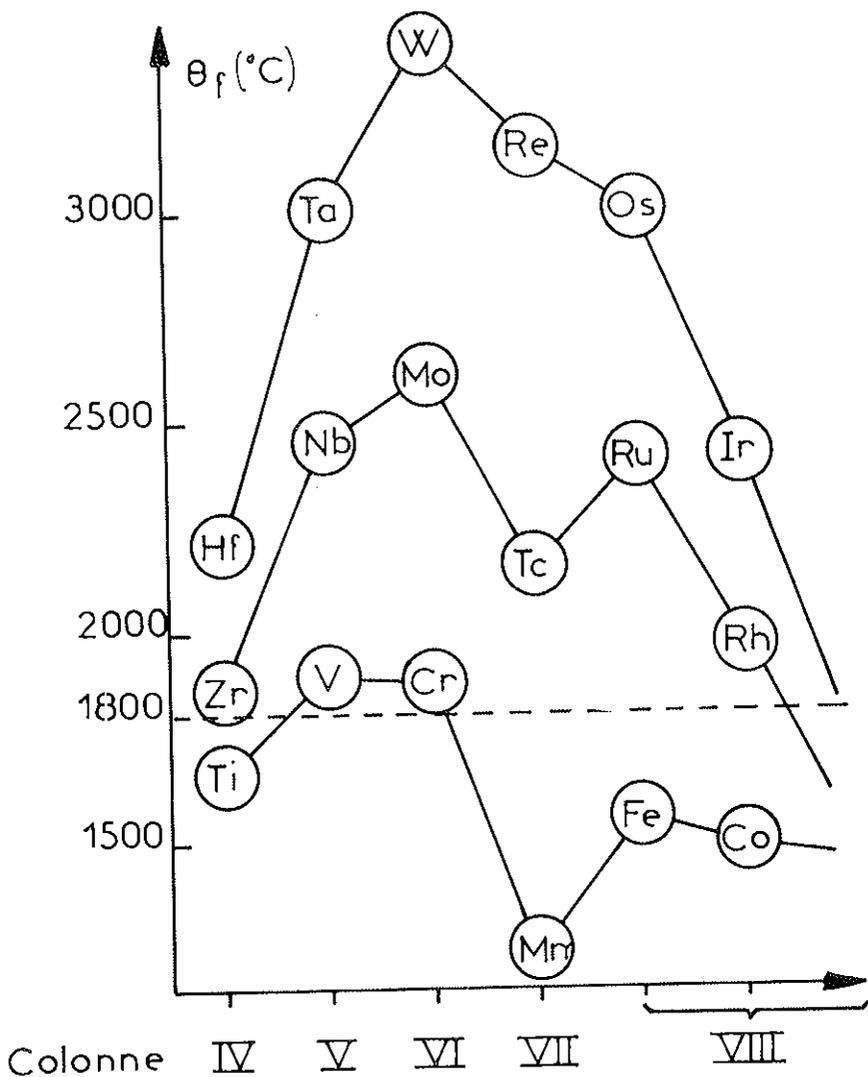


Fig. 1 — Température de fusion des métaux réfractaires en fonction de leur position dans la classification périodique.

La structure et les performances des fours à image varient évidemment selon la nature du système optique et de la puissance de la source (voir figure 2).

Chauffage au four à plasma :

On a pensé que l'utilisation des températures très élevées qui peuvent être produites dans un four à plasma permettrait de franchir une nouvelle étape dans la fusion des métaux. On pouvait envisager la préparation de cristaux suivant une technique analogue à la méthode de Verneuil.

Principe : On sait que le chalumeau à plasma est fondé sur l'accumulation de l'énergie qui résulte du confinement d'un

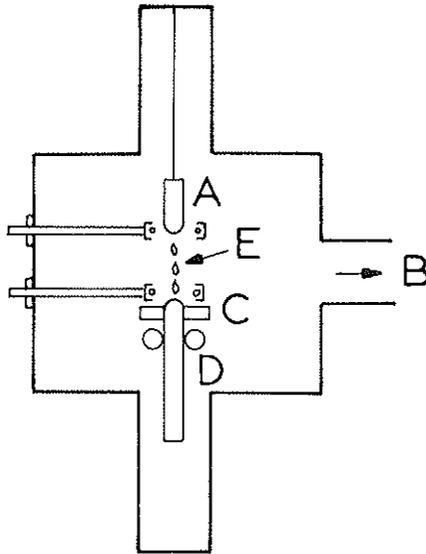


FIG. 2 — Schéma du four à bombardement électronique: A) Lingot à purifier; B) Pompe à haut vide; C) Lingotière refroidie par circulation d'eau; D) Lingot purifié, obtenu par coulée continue; E) Canon pour le bombardement électronique.

fluide ionisé (argon, azote, oxygène...). L'ionisation peut être obtenue soit par un arc électrique (chalumeau à plasma-arc), soit par un courant de haute fréquence d'origine inductive.

Les appareils utilisés au Laboratoire de Vitry comporte essentiellement deux parties:

- un générateur haute fréquence dont la fréquence optimum varie avec la nature du fluide plasmagène. Par exemple, elle est de 5 MHz pour le plasma à forte teneur en argon.
- Le chalumeau proprement dit, qui est constitué:
 1. d'un tube de silice transparente à double paroi, refroidi par un courant d'eau. L'extrémité supérieure du tube est munie d'une tête permettant l'arrivée du fluide plasmagène; l'extrémité inférieure est ouverte à l'air libre.
 2. d'un inducteur du type solénoïde comportant de 4 à 6 spires.
 3. enfin, différents dispositifs permettent d'augmenter considérablement la puissance totale du chalumeau.

Application du four à plasma à la préparation de fer de haute pureté.

Le four à plasma haute fréquence mis au point au Laboratoire de Vitry a été utilisé avec des mélanges gazeux à base

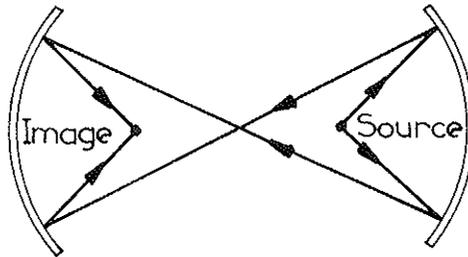


FIG. 3 — Schéma d'un four à image.

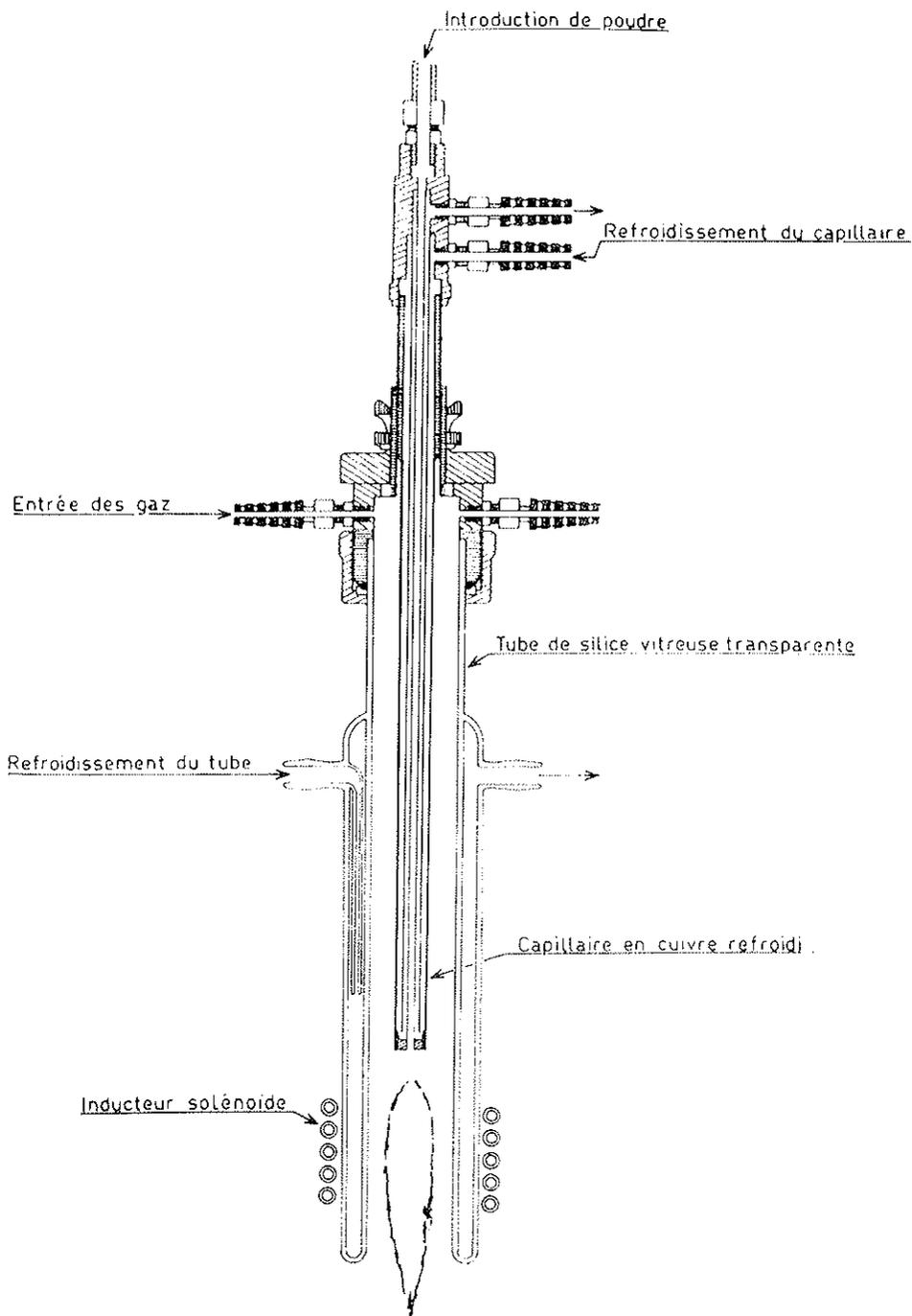


FIG. 4 — Schéma d'un chalumeau à plasma haute fréquence. L'appareil ne comporte aucune électrode.

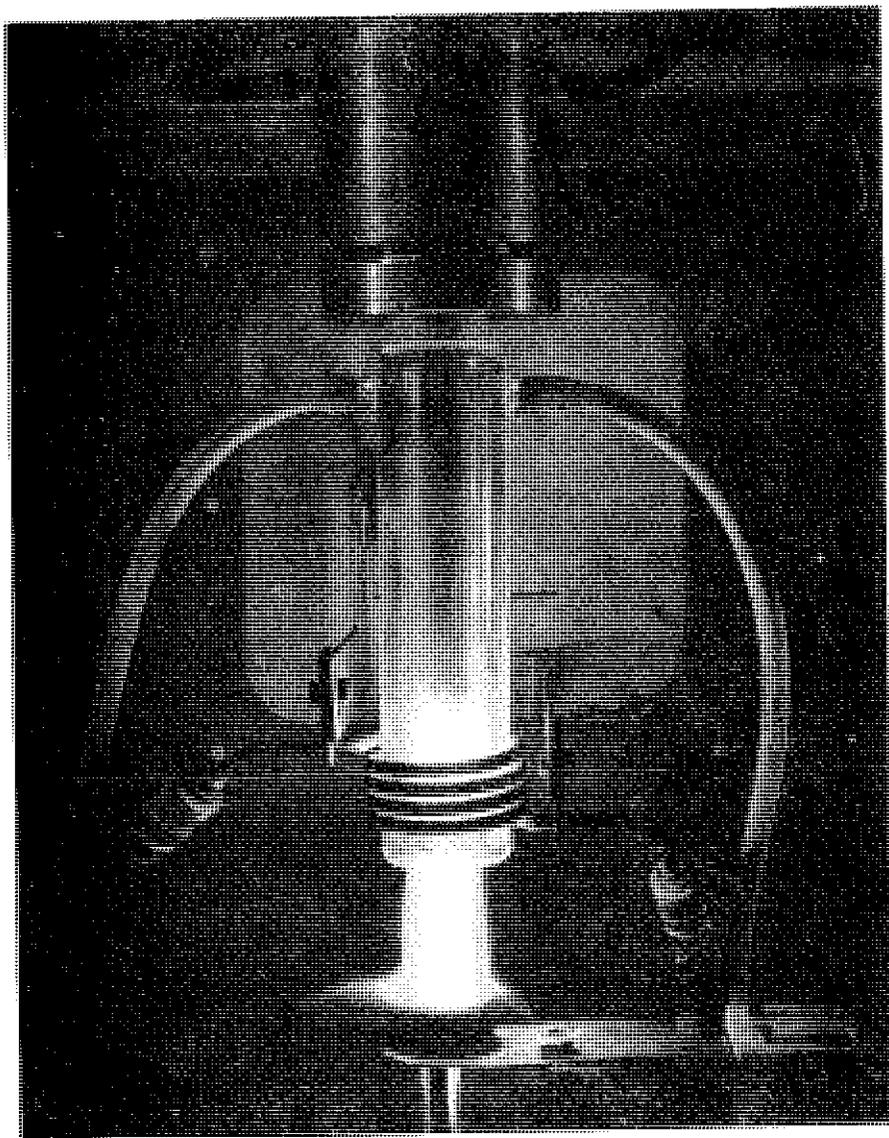


FIG. 5 — Fonctionnement du chalumeau à plasma alimenté uniquement en courant haute fréquence

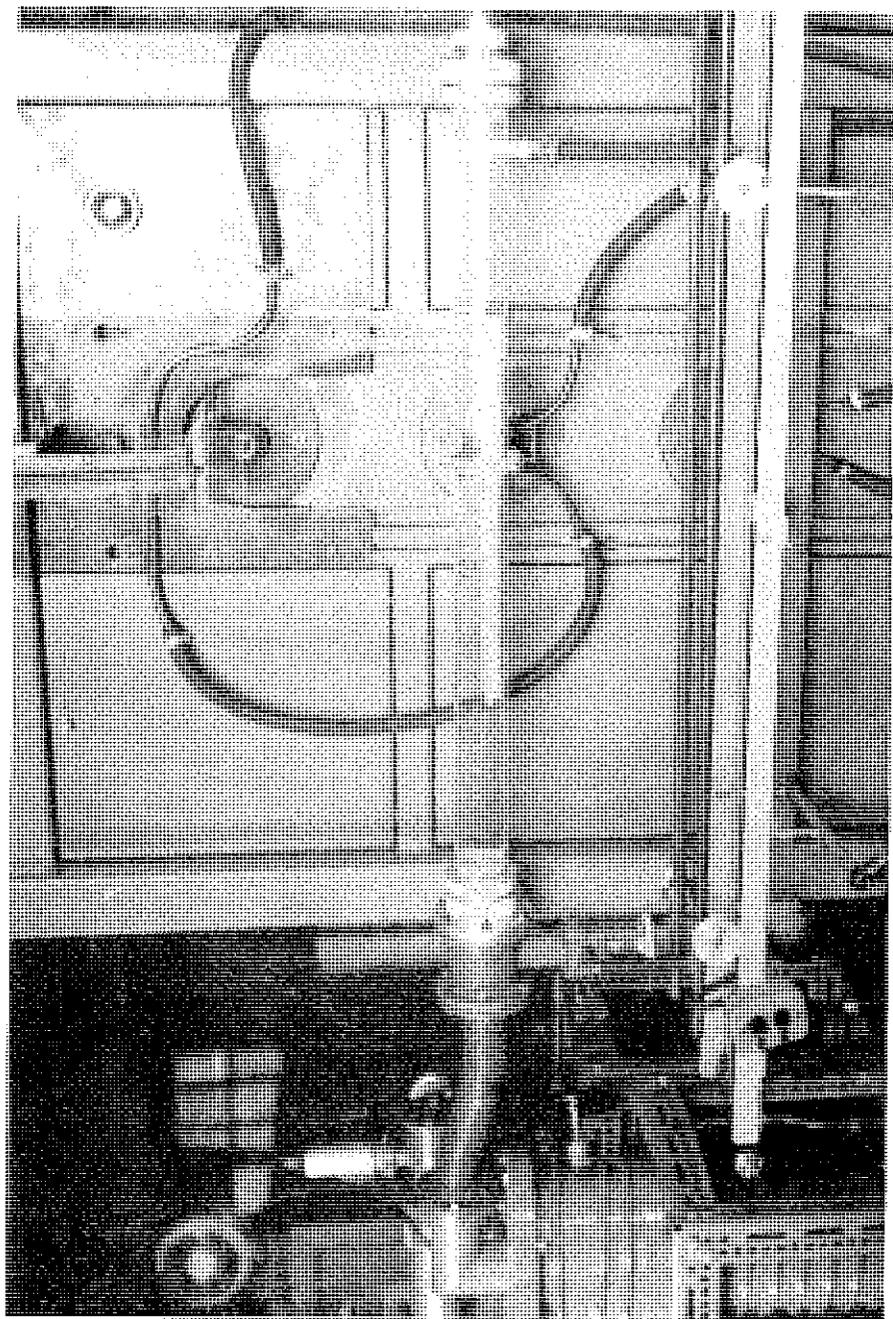


FIG. 6 — Appareil de purification du fer par fusion de zone dans une nacelle de chaux. La nacelle est placée dans un tube de silice qui est en communication avec des dispositifs permettant de réaliser le vide ou une atmosphère contrôlée. L'ensemble est placé sur un chariot mobile et la nacelle contenant la barre à purifier est déplacée d'un mouvement lent et continu par rapport à la spire de chauffage haute fréquence.

d'argon additionné de petites quantités d'hydrogène (5%). Les opérations de fusion du fer dans le four à plasma, réalisées dans ces conditions, provoquent une élimination extrêmement rapide et poussée des impuretés carbone et oxygène. Ainsi, on a obtenu des échantillons dans lesquels les teneurs en ces deux éléments étaient de l'ordre de 1.10^{-6} , donc inférieures à celles résultant d'une opération de purification par fusion de zone,

On envisage de traiter par cette méthode du fer déjà très pur, obtenu par fusion de zone. C'est le principe de la purification dite « en cascade ».

Application de la technique de fusion de zone à la purification des métaux réfractaires

Le principe de la purification par fusion de zone consiste à déplacer les impuretés d'un métal en utilisant la différence de solubilité de celles-ci en phase solide et en phase liquide. Pour cela, sur un barreau du métal à purifier, on réalise la fusion d'une zone très étroite et on déplace celle-ci par rapport au barreau les impuretés plus solubles à l'état liquide vont se concentrer vers la queue du barreau; le solide formé sera plus pur que le liquide et le rapport $K = C_s/C_l$, appelé coefficient de partage de l'impureté est inférieur à l'unité. Dans le cas contraire, c'est à dire pour un coefficient de partage supérieur à l'unité, le solide qui se forme est moins pur que le liquide, l'impureté est dite inverse.

Dans le cas du fer, on a pu établir un tableau la valeur de K pour un certain nombre d'éléments en solution dans le fer (tableau I). Dans le tableau II, on montre l'intérêt de l'opération de zone fondu sur un métal ayant déjà subi certaines purifications.

TABLEAU I — *Valeurs à l'équilibre du coefficient de partage k_0 de différents éléments en solution dans le fer.*

Coefficient de partage	Éléments dissous dans le fer
0 - 0,1	B, (O), (S), (Ta), (Pb, Bi, Ag, etc.)
0,1 - 0,2	C, P. (As)
0,2 - 0,3	N, Ti
0,3 - 0,4	H, (Sb), (Nb)
0,4 - 0,5	(Ge)
0,5 - 0,6	(Au), (Zr), Pd
0,6 - 0,7	(Be), (Si), (Sn), (Cu)
0,7 - 0,8	(Mn), (Mo), Rh, Ni
0,8 - 0,9	(V), (Co)
0,9 - 1,0	(Al), (Cr), (W), (Ru), (Pt)
> 1,0	(Re)

TABLEAU II — *Analyse de fers purifiés par la technique de la fusion de zone (concentration en 10^{-6}).*

Éléments dosés	Fer de Z. F. obtenu à partir de fer ex-carbonyle (extraction à l'éther)	Fer de Z. F. obtenu à partir de fer ex-carbonyle (échange d'ions)
cuiivre	4,8	0,16
molybdène	5	1,53
tungstène	0,03	0,012
antimoine	0,002	0,001
arsenic	0,002	0,007
or	0,0002	—
gallium	0,02	—
chrome	0,1	0,33
zirconium	1	—
manganèse	0,5	0,06
nickel	0,5	1,02
zinc	0,1	—
cobalt	0,25	0,12
sodium	0,01	—
carbone	10 à 20	8 à 10
oxygène	1 à 3	—

Purification du cuivre par la méthode de la zone fondue

La purification du cuivre par la méthode de la zone fondue est particulièrement efficace, mais également très délicate à réaliser. La fusion est obtenue par un chauffage haute fréquence, un effet électromagnétique permet d'obtenir sur le métal liquide un pincement qui supplée à l'insuffisance de la tension superficielle, (voir figure 7). Cette méthode de purification du cuivre a permis d'obtenir pour la première fois un métal dont la teneur globale en impuretés dosées est comprise entre 0,6 et 0,7 p.p.m.

La teneur en soufre, qui constitue la principale impureté est réduite de 0,2 à 0,01 p.p.m. Les autres impuretés: zinc, or, arsenic, antimoine, argent, phosphore sont réduites à des teneurs de l'ordre de 0,001 p.p.m.

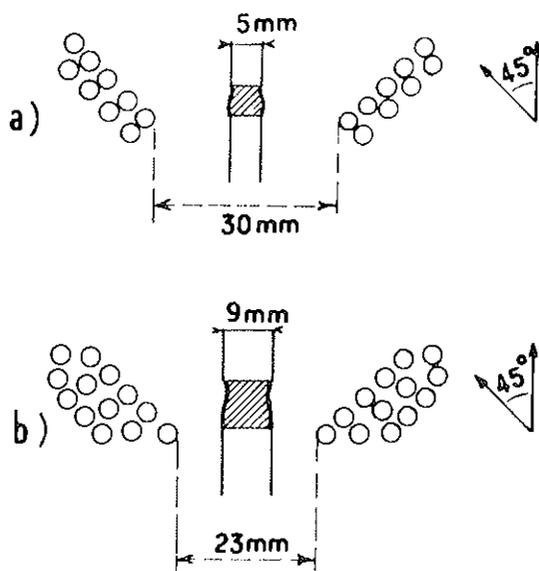


FIG. 7 — Enroulements inducteurs coniques pour la zone fondue flottante du cuivre: a) pour tige de cuivre de 5 mm. de diamètre; b) pour tige de cuivre de 9 mm. de diamètre.

Au Laboratoire de Vitry, cette méthode de fusion de zone a permis également de préparer à un très haut degré de pureté le chrome et le nickel.

Conclusion

En fin d'exposé, nous avons présenté un film sur les différentes techniques qui ont été mises au point au Laboratoire de Vitry, principalement dans le service de Monsieur le Professeur Robert Collongues, et qui permettent la fusion des métaux et alliages, mais également la préparation de certains cristaux par exemple par une méthode qui dérive de celle de Verneuil. La haute qualité des projections des expériences projetées dans ce film a bien mis en évidence l'intérêt de ces nouvelles techniques aussi bien pour la recherche de base que pour les applications qui seront apportées à la suite de ces travaux sur les hautes températures.