



(12) FASCICULE DE BREVET

- (11) N° de publication : **MA 33394 B1** (51) Cl. internationale : **G01N 22/00; G01N 5/00**
- (43) Date de publication : **03.07.2012**

-
- (21) N° Dépôt : **33416**
- (22) Date de Dépôt : **10.12.2010**
- (71) Demandeur(s) : **UNIVERSITE CADI AYYAD, BOULEVARD PRINCE MY ABDELLAH, B.P. 511 MARRAKECH (MA)**
- (72) Inventeur(s) : **BENCHANAA M'BAREK**
- (74) Mandataire : **BENCHANAA M'BAREK**

-
- (54) Titre : **DISPOSITIF COUPLANT UNE MICROBALANCE A UN MONTAGE MICROONDE POUR LES TRAITEMENTS THERMIQUES DES MATERIAUX SOUS CHAMP MICROONDE**
- (57) Abrégé : L'INVENTION CONCERNE UN DISPOSITIF (FIGURE I) COUPLANT UNE MICROBALANCE (1) À UNE CAVITÉ MICROONDE (6), FAISANT PARTIE D'UN MONTAGE MICROONDE (19), DESTINÉE AU TRAITEMENT D'UN MATÉRIAU SOLIDE SOUS IRRADIATION MICROONDE. LE MATÉRIAU EST PLACÉ DANS UNE NACELLE (14); CETTE DERNIÈRE EST PORTÉE À SON TOUR PAR LA PARTIE INFÉRIEURE DU PLATEAU (2) DE LA MICROBALANCE. L'ASSOCIATION DE LA MICROBALANCE (1), D'UNE PORTÉE MAXIMALE DE 210 MG, À LA TECHNOLOGIE MICROONDE PERMET DE SUIVRE EN CONTINUE, PAR THERMOGRAVIMÉTRIE, SOUS PRESSION ATMOSPHÉRIQUE ET TEMPÉRATURE CONTRÔLÉE, LES VARIATIONS DE MASSE (15) ET DE TEMPÉRATURE RÉPONSE (18) DE L'ÉCHANTILLON IRRADIÉ PAR MICRO-ONDE SOUS UNE PUISSANCE INCIDENTE (16) FIXÉE OU VARIABLE DANS LE TEMPS SELON L'EXPÉRIENCE SOUHAITÉE. LES PUISSANCES RÉFLÉCHIES ET TRANSMISES (17) SONT ÉGALEMENT MESURÉES. CET INVENTION PERMET ÉGALEMENT D'ATTEINDRE, GRÂCE AUX ÉTUDES QUI PEUVENT SE FAIRE PAR CE COUPLAGE "MICROONDE - GRAVIMÉTRIE", LE COMPORTEMENT THERMIQUE DES MATÉRIAUX TRAITÉS QUI SONT SOUVENT EN RELATION DIRECTE AVEC, D'UNE PART, LEURS PROPRIÉTÉS DIÉLECTRIQUES ET LEURS ÉVOLUTIONS EN FONCTION DE LA TEMPÉRATURE, DE LA TENEUR EN EAU (POUR LES PROCÉDÉS DE SÉCHAGE) ET DES PROPRIÉTÉS STRUCTURALES, ET D'AUTRE PART, DE

LA DISTRIBUTION DES CHAMPS ÉLECTROMAGNÉTIQUES DANS CES MATÉRIAUX
LORS DU CHAUFFAGE.

UN DISPOSITIF COUPLANT UNE MICROBALANCE A UN MONTAGE MICROONDE ET PROCEDE DE TRAITEMENTS THERMIQUES DES MATERIAUX SOUS IRRADIATION MICROONDE.

RESUME DE L'INVENTION

L'invention concerne un dispositif (Figure I) couplant une microbalance (1) à une cavité microonde (6), faisant partie d'un montage microonde (19), destinée au traitement d'un matériau solide sous irradiation microonde. Le matériau est placé dans une nacelle (14); cette dernière est portée à son tour par la partie inférieure du plateau (2) de la microbalance.

L'association de la microbalance (1), d'une portée maximale de 210 mg, à la technologie microonde permet de suivre en continue, par thermogravimétrie, sous pression atmosphérique et température contrôlée, les variations de masse (15) et de température réponse (18) de l'échantillon irradié par micro-onde sous une puissance incidente (16) fixée ou variable dans le temps selon l'expérience souhaitée. Les puissances réfléchies et transmises (17) sont également mesurées.

Cet invention permet également d'atteindre, grâce aux études qui peuvent se faire par ce couplage "Microonde - Gravimétrie", le comportement thermique des matériaux traités qui sont souvent en relation directe avec, d'une part, leurs propriétés diélectriques et leurs évolutions en fonction de la température, de la teneur en eau (pour les procédés de séchage) et des propriétés structurales, et d'autre part, de la distribution des champs électromagnétiques dans ces matériaux lors du chauffage.

DOMAINE TECHNIQUE DE L'INVENTION

La présente invention est liée à deux importantes techniques :

- ① La technique d'analyse thermogravimétrique qui permet la mesure de caractéristiques d'un corps ou d'un système en fonction de la montée en température. Cette technique a pour objet la caractérisation des matériaux et produits solides par l'étude de leurs propriétés en fonction de la température et du temps. Les mesures sont effectuées le plus souvent en continu; l'échantillon étant soumis à un cycle de température préprogrammé grâce à un chauffage par voie thermique classique, en utilisant des fours classiques.
- ② La technologie microonde qui conduit à un traitement thermique et un chauffage rapide et souple des matériaux solides lors de leurs procédés de transformation.

Devenue actuellement un domaine de recherche et de développement très intéressant scientifiquement et économiquement, la technologie micro-onde se présente comme une nouvelle énergie alternative pour le séchage et le traitement de divers matériaux et permet d'apporter la chaleur nécessaire au cœur du matériau : les micro-ondes possèdent des caractéristiques avantageuses bien connues telles que la rapidité du traitement, la possibilité de défilement continu, un bon rendement énergétique, une régulation et automatisation précises. Ce chauffage rapide conduit à un traitement différent du traitement classique et donc à une qualité différente du matériau traité sous champ micro-onde.

Mais face à l'immense succès des techniques micro-ondes pour les applications domestiques, les traitements des matériaux sous irradiation microonde situent aujourd'hui clairement :

- ▶ la complexité et le couplage des phénomènes concernés. Ces phénomènes font intervenir simultanément l'électromagnétisme, la thermique, la mécanique des fluides et la chimie ou la physico-chimie; en termes de catégories d'utilisation des concepts du génie des procédés

micro-ondes, on distingue habituellement le génie agro-alimentaire, le génie chimique et le génie des matériaux.

- les nombreux problèmes qui restent à résoudre pour avoir une meilleure efficacité de cette technologie. Ces problèmes sont liés à la méconnaissance de l'interaction des matériaux traités avec le rayonnement micro-ondes. C'est en appréhendant avec rigueur l'interaction micro-ondes - matière et les mécanismes thermiques et électromagnétiques mis en jeu que les techniques micro-ondes accéderont à la place qu'elles méritent dans l'amélioration des procédés industriels. Mais également en cernant les véritables enjeux et toutes les potentialités de cette technologie, qui sont très étendues du domaine du séchage des produits agro-alimentaires à d'autres domaines tels que celui du traitement et l'élaboration des matériaux (matériaux composites, minéraux, organiques), de la stérilisation, de la synthèse chimique,....

Le dispositif proposé ici, couplant une microbalance à un montage microonde, et le procédé utilisé pour les traitements thermiques des matériaux sous irradiation microonde, se situent dans ce cadre et permet d'étudier l'interaction micro-ondes - matière et les mécanismes thermiques : les courbes thermogravimétriques sous irradiations microondes et les distributions spatiales et temporelles des températures régissant l'ensemble des phénomènes physico-chimiques de transformation de la matière. Leurs connaissances permettent de restituer les possibilités de la technologie et de choisir les moyens techniques nécessaires, en termes d'applicateurs micro-ondes par exemple, et enfin de définir les paramètres des étapes de la recherche et du développement indispensable à une utilisation raisonnée de cette technologie.

Cette invention vise le couplage des deux techniques : la technique thermogravimétrique utilisant une microbalance pour suivre instantanément l'évolution de la masse d'un échantillon d'un matériau à étudié et irradié grâce à la technique microonde basée sur un montage microonde permettant le suivi des puissances microondes incidentes et réfléchies et la température de l'échantillon.

ETAT DE LA TECHNIQUE ANTERIEUR

De nombreux dispositifs et méthodes analytiques ont été développés afin d'analyser et de caractériser divers matériaux ainsi que les produits des transformations obtenus lors de leur traitement thermique.

Dans le domaine des techniques thermogravimétriques, utilisant la technologie microonde pour le chauffage des matériaux, on connaît de nombreuses techniques :

- ▶ Microwave oven with variable speed fan (SHON JONG-CHULL [KR]; OH KEUN-SEUK [KR]; LEE WON-WOO [KR]; LEE SO-HYUN [KR], brevet d'invention EP 1318699)
- ▶ Method and apparatus for measuring volatile content (COLLINS MICHAEL J [US]; JENNINGS WILLIAM EDWARD [US], brevet d'invention WO0016067)
- ▶ Drying Balance (SARTORIUS AG,; DIEDRICH, KARIN,; NAGEL, HORST,; SPANNAGEL, WILFRIED, brevet d'invention WO 2006048080);
- ▶ A microwave moisture analyzer : apparatus and method (DENVER INSTRUMENT COMPANY,; SCALESE, ROBERT, F,; TAYLOR, THOMAS, B,; HOLZSCHUH, TIMOTHY, S,; HARBERT, DOUGLAS, E,; PLAVEN, THOMAS, G,; MAPLE, MARTIN, L,; CLAESSION, JAN, Brevet d'invention WO9961878).
- ▶ Etc,....

Dans les trois premières, comme dans la majorité des cas, on utilise des fours de chauffage par voie thermique classique ou des fours microondes classiques. Ce sont des techniques qui permettent de mesurer les teneurs en composés volatils lors des traitements des matériaux étudiés (par exemple l'eau vapeur lors du phénomène du séchage). Cependant, les réponses obtenues ne peuvent être liées aux contraintes imposées et par conséquent l'interprétation des résultats obtenus et l'optimisation des phénomènes produits lors du traitement et la transformation des matériaux ne peuvent se faire avec optimisation.

Dans la dernière technique, l'invention porte sur un analyseur d'humidité microonde. On peut suivre rapidement, de manière discontinue, la teneur en eau ou le contenu volatil d'un échantillon sous irradiation microonde. Cette technique est très utilisée dans le domaine de séchage des matériaux, en particulier le séchage des produits agro-alimentaires sensibles avec des teneurs en eau initiaux élevés.

Pour étudier et optimiser des procédés, autres que ceux du séchage agro-alimentaire, cet analyseur d'humidité ne permet pas de déterminer avec précision les phénomènes qui règlent le séchage du matériau étudié. La maîtrise de ces phénomènes est à la base de l'optimisation des procédés industriels de séchage. Il ne s'agit pas de connaître les teneurs en eau du produit, mais il est extrêmement important de les maîtriser pour le conserver et de l'obtenir avec une meilleure qualité (Humidité, goût spécifique, texture, uniformité, transformation des aliments,...). De même, dans les domaines énergétiques, des synthèses organiques, d'élaboration des matériaux solides (composites, minéraux ou organiques), il est important d'optimiser les procédés industriels utilisant la technologie microonde.

Cependant l'optimisation de ces procédés nécessite, d'une part, la compréhension de l'interaction micro-onde avec le matériau traité et par fois transformé, et d'autre part, l'utilisation de techniques expérimentales, de dispositifs et de procédés appropriés à cet interaction "matière - microonde".

L'intérêt est d'avoir un dispositif et un procédé utilisant la technique thermogravimétrique et chauffant le matériau traité par la technologie microonde et qui soit capable :

- D'une part, d'atteindre, en continu, sous des contraintes imposées (puissance microonde incidente, atmosphère de l'échantillon, granulométrie du matériau,.....), des réponses telles que :
 - Les courbes thermogravimétriques de la transformation étudiée (séchage, pyrolyse, calcination, clinkérisation,.....) sous irradiation microonde;
 - Les mesures thermiques sous champ microonde;
 - Les aspects cinétiques du phénomène étudié;
 - Les aspects thermodynamiques,.....
- Et d'autre part, d'apporter des informations importantes dans la compréhension du phénomène de chauffage du matériau par l'application de la technologie micro-onde. Ces informations pourront être mises à profit pour l'optimisation des procédés étudiés.

C'est l'objet principal de cette invention.

OBJET DE L'INVENTION

L'invention vise à proposer un dispositif couplant une microbalance à un montage microonde et le procédé de traitements thermiques des matériaux sous irradiation microonde :

- ❶ Le montage microonde (19) comprend cinq principales parties à savoir un générateur (3), un circulateur d'ondes (4), un guide d'ondes (5), un applicateur ou cavité micro-ondes (6) et un piston de court-circuit (7):
 - Le générateur est formé de deux parties, une alimentation qui transforme le courant électrique du réseau (220V-50Hz) en une haute tension allant de quelques kilovolts à quelques dizaines de kV et un tube émetteur d'ondes qui convertie cette haute tension en rayonnement micro-ondes. Deux types de tubes sont utilisés, les **magnétrons** pour produire les faibles puissances allant au maximum à 6 kW sous des tensions de 2500 à 7300 V et les **klystrons** pour créer les fortes puissances qui varient entre 30 et 100 kW sous des tensions de plus de 30000 V.

Le générateur utilisé (Figure 1) est de marque SAIREM modèle GMP 12T. Il présente les caractéristiques suivantes :

- Structure formée d'une tête micro-onde avec alimentation Haute Tension et filament, rack de commande 19 4U;
 - Génère une fréquence de 2450 Mhz;
 - Affichage de la puissance incidente et/ou réfléchie se fait sur galvanomètre;
 - Puissance de sortie : 0 à 1.2 kW ajustable par potentiomètre extérieure 0/10V;
 - Tension d'alimentation 240V, 50 HZ 2kVa;
 - Puissance Réfléchie maximum : 250 W avec option IR, 1200W avec option IR;
 - Sortie Micro-onde WR340.
- Le Générateur est protégé par un **Circulateur** d'onde (4) type MARCONI F 1192-12 dont le rôle est d'éviter le retour vers le générateur de la puissance réfléchie; celle-ci est détournée vers une charge à eau incorporée et adaptée.
 - Le rayonnement micro-ondes fourni par le générateur est acheminé vers le guide d'onde à travers un circulateur (4) à ferrite. L'onde

électromagnétique se propage à l'intérieur du guide d'onde rectangulaire relié avec le reste du montage par des jonctions de guides (8). Le guide d'onde rectangulaire (5) utilisé est standard RG 112 U (dimensions = 86 mm x 43 mm) et ne laisse propager que le mode TE_{01} : le champ électrique conserve une direction permanente parallèle (9) au petit côté de la section du guide. Son grand avantage est que la distribution du champ électrique peut être parfaitement connue.

- L'applicateur est la partie qui a le plus d'importance dans un montage micro-ondes. Il s'agit d'un volume de l'espace délimité par une surface métallique conductrice. Une fois dedans, les micro-ondes subissent un ensemble de réflexions qui font apparaître une distribution stationnaire des champs électriques et magnétiques caractérisée par des points à champs forts, appelés ventres d'énergie (10), et des points à champs faibles, appelés nœuds d'énergie. Dans un ventre, un matériau diélectrique peut convertir l'énergie électromagnétique en énergie calorifique. Il peut s'échauffer et c'est pourquoi un applicateur correspond au four ou plus généralement à la chambre de traitement thermique. La cavité microonde utilisée dans le dispositif, objet de l'invention, est un applicateur monomode. Le choix s'est fixé sur ce genre d'applicateur car elle présente les avantages suivants :
 - La solution idéale est une cavité symétrique, de manière à ce que l'irradiation de l'échantillon soit homogène;
 - Avec une telle cavité le rapport des volumes de l'échantillon et de la cavité est très faible. La perturbation induite par l'introduction de l'échantillon est faible et par conséquent on peut considérer que le champ électromagnétique est uniforme au niveau de l'échantillon;
 - Cavité mieux adaptée aux matériaux et aux phénomènes que nous souhaiterions étudiés (Phosphates et séchage, pyrolyse, décomposition,...);
 - Cavité permettant d'atteindre, au cours d'une expérience, la puissance absorbée par l'échantillon. Ce paramètre est d'une importance capitale si on veut interpréter les résultats expérimentaux et comprendre l'interaction des micro-ondes avec le matériau.
- L'énergie microonde est transférée dans la cavité grâce à un iris de couplage (11) placé à son côté gauche. L'énergie transmise de la cavité est réfléchiée par un piston d'accord (7) permettant ainsi, l'interférence entre l'onde incidente et l'onde réfléchiée et l'établissement d'une onde stationnaire avec des nœuds

et des ventres d'énergies dans la cavité micro-onde. L'ajustement continu de ce piston d'accord permet le maintien de l'échantillon toujours dans une ventre d'énergie.

② La microbalance (1) utilisée est de type SARTORIUS dont nous rappelons brièvement les principaux éléments.

- Microbalance GENIUM modèle ME215P ;
- Etendue de pesée 60/110/210g ;
- Précision 0,01/0,02/0,05 mg ;
- Calibrage automatique ;
- Module électronique de pesée ;
- Sortie RS 232 et Sortie imprimante ;
- Liaison avec le montage micro-onde se fait à travers la partie inférieure de la microbalance.
- Cage de pesée vitrée ;

Le couplage du "montage micro-onde - gravimétrie" se fait par l'association de la microbalance (1) et de la cavité micro-onde (6) à travers un tube en verre (12). Cette cavité est percée au centre des plus grandes faces pour laisser passer le porte échantillon (13); celui-ci, est portée par la partie inférieure du plateau (2) de la microbalance (1). Il permet de positionner la nacelle (14) dans l'axe et à mi-hauteur de la cavité micro-onde (6). La nacelle (14) est réalisée dans un tube en téflon. Le choix du téflon est basé sur le fait que l'absorption des micro-ondes par ce matériau est quasiment nulle car il possède, grâce à structure non métallique, une constante diélectrique très faible pour qu'il reste transparent aux microondes. Il ne forme donc pas d'écran aux hyperfréquences et permet aux échantillons de chauffer tout en épargnant l'énergie non utilisée pour son chauffage.

Cette invention permet d'enregistrer (20), par gravimétrie, en continue sous pression atmosphérique et température contrôlée les variations de masse (15) de l'échantillon irradié par micro-onde sous une puissance incidente (16) fixée ou variable dans le temps selon l'expérience souhaitée. Cette technique permet également de suivre en continue, la puissance microonde réfléchi (17) et la température réponse (18) atteinte au niveau du matériau irradié.

REVENDEICATIONS

Ce qui est revendiqué au niveau de cette invention est :

1. Un dispositif, selon le schéma de la figure I, couplant une microbalance (1, 2) à un montage microonde (19) qui permet de traiter thermiquement divers matériaux solides.
2. Un dispositif selon la revendication 1 caractérisé en ce que le chauffage des matériaux se réalise grâce à l'application de la technologie microonde (3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11).
3. Un dispositif selon les revendications 1 et 2 caractérisé par la mesure en continu des puissances microondes incidentes (16), réfléchies et transmises (17).
4. Un dispositif selon les revendications 1, 2 et 3 caractérisé par le suivi en continu de la perte de masse de l'échantillon (15) d'un matériau traité et par l'obtention de ses courbes thermogravimétriques (20).
5. Un dispositif selon les revendications 1, 2 et 3 caractérisé par la mesure en continu des températures de l'échantillon (18) d'un matériau traité et par l'obtention de ses courbes thermiques (20) et leur évolution en fonction de la puissance microonde incidente.
6. Un procédé de traitement thermique de divers matériaux solides sous irradiation microonde (1 à 20).
7. Un procédé selon les revendications 6 permettant d'obtenir les courbes thermogravimétriques (20) et les distributions spatiales et temporelles des températures (18, 20) d'un matériau solide irradié sous champ microonde (9, 19).
8. Un procédé selon les revendications 6 et 7 permettant d'atteindre les mécanismes physico-chimiques et thermiques régissant l'ensemble des phénomènes de transformation d'un matériau solide (20).
9. Un dispositif selon les revendications 1, 2, 3, 4 et 5 et un procédé selon les revendication 6, 7 et 8 permettant d'étudier l'interaction micro-ondes - matière (1 à 20).
10. Un dispositif selon les revendications 1, 2, 3, 4 et 5 et un procédé selon les revendication 6, 7, 8 et 9 permettant de contribuer à l'optimisation des procédés de traitement des matériaux solides par application de la technologie micro-ondes (1 à 20).

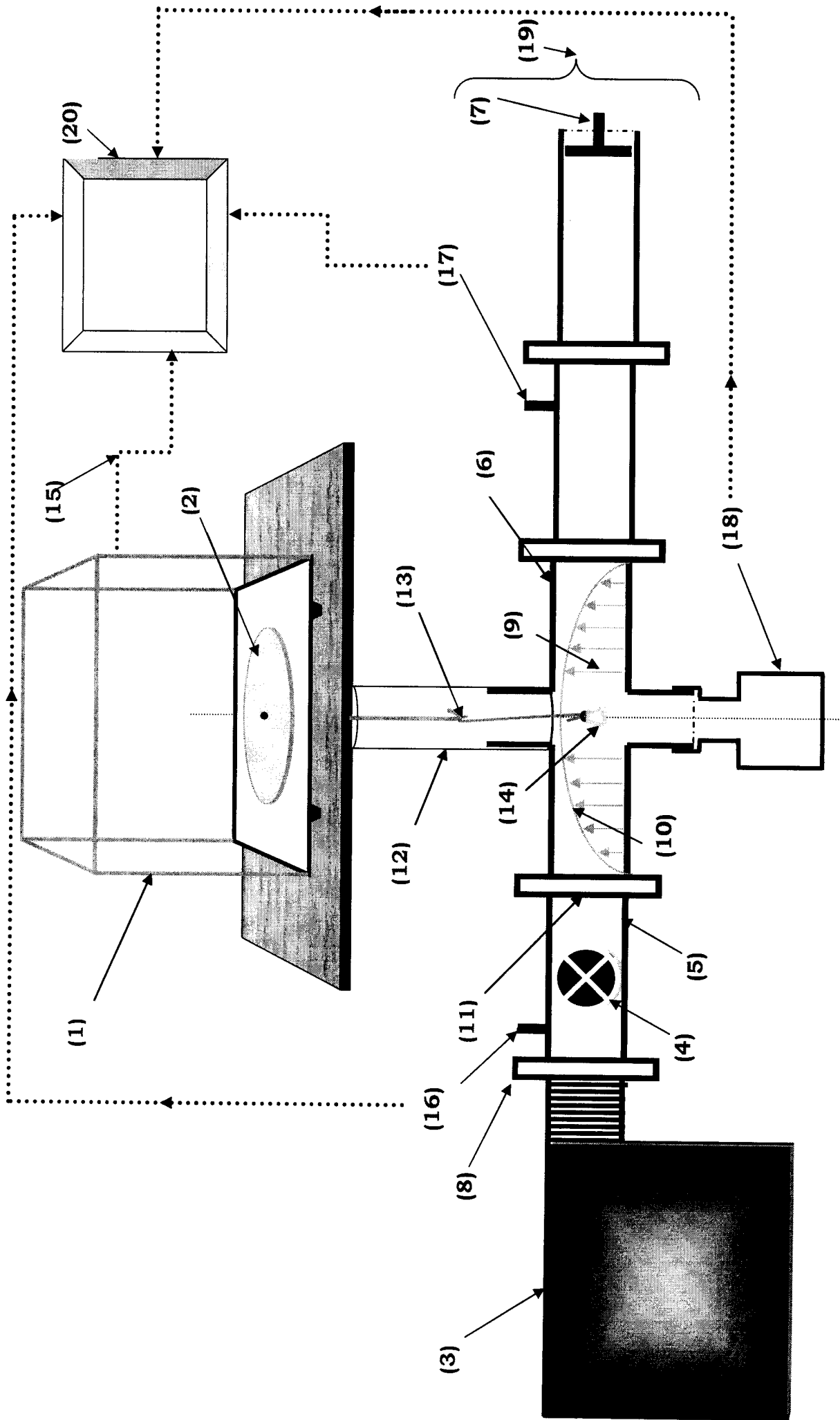


Figure 1 : Vue globale du dispositif couplant une microbalance à montage microonde.