

Rapport C.E.A. n° 569

Pulverization of boron element and proportions of boron carbide in boron.

Summary.- It is possible to reduce boron element into fine powder by means of a mortar and pestle made of sintered boron carbide, the ratio of boron carbide introduced being less than one per cent.

Boron element at our disposal is made of sharp edged, dark brown, little grains of average size greater than 5 μ . Grain sizes smaller than 1 μ are required for applying thin layers of such boron.

1956

5 pages

LANG F.M., FINCK C.

RAPPORT C.E.A. N° 569

Broyage de bore élément et dosage de carbure de bore dans le bore.

Sommaire.- Il est possible de pulvériser finement du bore élément au moyen de mortier et pilon en carbure de bore fritté, le taux de carbure de bore introduit étant inférieur à 1 pour cent.

Le bore élément dont nous disposons est constitué de petits grains brun foncé, à arêtes vives, de dimension moyenne supérieure à 5 μ . L'application de ce bore en couches minces demande des grains de dimensions inférieures à 1 μ .

1956

5 pages

Service de Chimie Physique

BROYAGE DE BORE ELEMENT ET
DOSAGE DE CARBURE DE BORE DANS LE BORE

par

F.M. LANG., C. FINCK

BROYAGE DE BORE ELEMENT
ET
DOSAGE DE CARBURE DE BORE DANS LE BORE

Résumé.

Il est possible de pulvériser finement du bore élément au moyen de mortier et pilon en carbure de bore fritté, le taux de carbure de bore introduit étant inférieur à 1 pour cent.

Le bore élément dont nous disposons est constitué de petits grains brun foncé, à arêtes vives, de dimension moyenne supérieure à 5 μ . L'application de ce bore en couches minces ⁽¹⁾ demande des grains de dimensions inférieures à 1 μ .

I. - BROYAGE DE BORE ELEMENT

L'indice de dureté Knoop du bore varie entre 2 700 et 3 200 suivant son mode de préparation. Nous avons essayé de le pulvériser en y introduisant le minimum d'impureté. Initialement nous avons

(1)

Dépôts électrophorétiques de bore sur plaques de duralumin, destinés à des flux de neutrons (en parution dans le Journal of Nuclear Energy).

utilisé des mortiers et pilons de type courant en agate (dureté 820), carbure de tungstène (1 880), alumine frittée (2 100), mus mécaniquement pendant la durée nécessaire ; la grande quantité de produit d'usure du mortier devait ensuite être éliminée par des traitements chimiques appropriés. Parmi ces matériaux, l'agate nous a donné les meilleurs résultats, car il est possible d'extraire totalement la silice du bore par traitement à l'acide fluorhydrique. Nous avons cependant dû écarter ce moyen car les impuretés de l'agate (sels de cuivre-aluminium-calcium-magnésium-manganèse-béryllium) bien qu'en faible teneur, se concentrent lors du traitement chimique et sont difficiles à éliminer. Le carbure de bore fritté a le double avantage d'être le plus dur des matériaux actuellement connus (2 750) en dehors du diamant et de n'introduire comme élément étranger qu'une petite quantité de carbone qui n'est en général pas gênant du point de vue nucléaire. Nous avons utilisé des mortiers et pilons en acier inox dont les parties utiles sont revêtues de carbure de bore fritté ⁽²⁾. Mus mécaniquement, le mortier effectue 4 tours par minute et le pilon 40 en sens inverse.

A condition de roder préalablement le mortier et le pilon par broyage de carbure de bore il est possible en 20 heures de pulvériser très finement (grains inférieurs à 1 μ) du bore, en introduisant comme impureté moins de 1 pour cent de carbure de bore ; celui-ci a été dosé par le procédé dont la description suit.

(2)

Réalisés par les Etablissements Partiot à Rueil-Malmaison.

L'addition de quelques gouttes d'huile de vaseline dans le mortier est favorable à un broyage régulier. Cette huile est ensuite extraite du bore pulvérisé par lavage à l'acétone et centrifugation. Le bore est séché 1 h à 100 °C.

II. - DOSAGE DU CARBURE DE BORE INTRODUIT DANS LE BORE

Il est basé sur les remarques suivantes :

- 1° - le bore peut être éliminé par oxydation à l'acide nitrique à 50 pour cent suivi d'une évaporation en présence de méthanol ; cette attaque est quantitative à condition d'effectuer plusieurs traitements séparés par des passages d'un quart d'heure au four à 350 °C pour faciliter l'oxydation complète du bore ;
- 2° - le chauffage à 350 °C de ce résidu d'attaque n'amène que très lentement à poids constant (mais celui-ci est atteint en un quart d'heure à 850 °C) ;
- 3° - le carbure de bore n'est pas attaqué à 350 °C ; à 850 °C par contre il est fortement oxydé ;
- 4° - le bore non broyé est attaqué aussi facilement que celui traité au mortier.

Ces constatations nous ont permis de fixer le mode opératoire suivant.

Deux opérations sont menées en parallèle sur 50 mg de bore non broyé et 50 mg de bore broyé contenant du carbure de bore ⁽³⁾. La différence entre le résidu laissé par le bore broyé et celui provenant du bore non broyé doit donc indiquer la quantité de carbure de bore présent dans le produit broyé.

A partir du troisième traitement le poids de CB_4 ainsi déterminé est très proche de celui réellement introduit ; nous nous sommes donc arrêtés à trois traitements successifs. L'erreur absolue est alors de + 0,02, soit sur 5 mg, une erreur relative inférieure

(3)

Le traitement de prises d'essai supérieures à 50 mg est notablement plus long.

à 1 pour cent. Les traitements ultérieurs conduisent à des erreurs par défaut.

Mélanges synthétiques à partir de bore et carbure
de bore servant au frittage.
Mis : 10 pour cent de CB_4 .

Traite- ment N°	Résidu de 45 mg de bore seul	Résidu (1) de $\begin{matrix} 5,00 \text{ mg } CB_4 \\ 45,00 \text{ mg B} \end{matrix}$			Résidu (2) de $\begin{matrix} 5,00 \text{ mg } CB_4 \\ 45,00 \text{ mg B} \end{matrix}$		
		Total	CB_4	Δ mg	Total	CB_4	Δ mg
1	4,98	11,00	6,02	+ 1,02	11,40	6,42	+ 1,42
2	4,13	9,70	5,57	+ 0,57	9,70	5,57	+ 0,57
3	3,98	9,00	5,02	+ 0,02	9,00	5,02	+ 0,02
4	3,88	8,80	4,92	- 0,08	8,80	4,92	- 0,08
5	3,82	8,70	4,88	- 0,12	8,70	4,88	- 0,12

Ces résultats montrent que l'erreur absolue reste inférieure à 0,25 mg ; les erreurs relatives ne deviennent donc im-

Resultats de mélanges synthétiques divers.

$\frac{CB_4}{CB_4 + B}$ pour cent		Erreur absolue (mg) sur 50 mg de mélange	Erreur relative pour cent
mis	trouvé		
49,70	49,70	$\pm 0,00$	< 1
46,60	46,45	- 0,15	"
20,42	20,65	+ 0,13	"
19,70	19,70	$\pm 0,00$	"
10,20	10,15	- 0,05	"
9,95	10,00	+ 0,05	"
5,45	5,40	- 0,05	1
4,85	5,05	+ 0,20	4
2,40	2,17	- 0,23	10
2,06	2,16	+ 0,10	5
1,90	2,14	+ 0,24	12,5

portantes que pour les faibles teneurs en carbure. Au-dessous de 2 pour cent de CB_4 cette méthode ne donne plus qu'un ordre de grandeur de cette teneur ; mais nous avons constaté que l'erreur absolue est alors toujours par excès ce qui permet donc d'indiquer une teneur maximum de CB_4 introduite par le broyage.

Analysez de bore broyé dans CB_4 .

	CB_4 pour cent		
	premier mortier	deuxième mortier	troisième mortier (frittage amélioré)
Après le 1er broyage	7,2	2,2	(4)
Après le 4ème broyage	4,4	2,0	0,8

Manuscrit reçu le 26 juin 1956

(4) Le mortier a été rodé par trois broyages successifs de CB_4 de dimensions inférieures à 1μ .

FIN