

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11)

EP 1 222 841 B1

(12)

FASCICULE DE BREVET EUROPEEN

(45) Date de publication et mention
de la délivrance du brevet:

01.12.2004 Bulletin 2004/49

(21) Numéro de dépôt: **00966254.5**

(22) Date de dépôt: **02.10.2000**

(51) Int Cl.7: **H05B 6/32**

(86) Numéro de dépôt international:
PCT/FR2000/002728

(87) Numéro de publication internationale:
WO 2001/026424 (12.04.2001 Gazette 2001/15)

(54) **PROCEDE DE FUSION ET DE SOLIDIFICATION SANS CONTACT D'UN ECHANTILLON
CONDUCTEUR D'ELECTRICITE**

VERFAHREN ZU BERÜHRUNGSLOSEN SCHMELZEN UND ERSTARREN EINER ELEKTRISCH
LEITENDEN PROBE

METHOD FOR MELTING AND SOLIDIFYING WITHOUT CONTACT AN ELECTRIC CONDUCTOR
SAMPLE

(84) Etats contractants désignés:
**AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU
MC NL PT SE**

(30) Priorité: **04.10.1999 FR 9912367**

(43) Date de publication de la demande:
17.07.2002 Bulletin 2002/29

(73) Titulaire: **CENTRE NATIONAL DE
LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE (CNRS)
75794 Paris Cedex 16 (FR)**

(72) Inventeur: **GILLON, Pascale
F-38000 Grenoble (FR)**

(74) Mandataire: **Michelet, Alain
Cabinet Harlé et Phélip
7, rue de Madrid
75008 Paris (FR)**

(56) Documents cités:
EP-A- 0 294 913

- **BONVALOT M ET AL: "Combined
electromagnetic and magnetic levitation"
MAGNITNAYA GIDRODINAMIKA, APRIL-JUNE
1996, PLENUM, LATVIA, vol. 32, no. 2, pages
216-219, XP002139106 ISSN: 0025-0015**
- **BONVALOT M ET AL: "Magnetic levitation
stabilized by eddy currents" JOURNAL OF
MAGNETISM AND MAGNETIC MATERIALS,
NOV. 1995, ELSEVIER, NETHERLANDS, vol. 151,
no. 1-2, pages 283-289, XP002139107 ISSN:
0304-8853**

Il est rappelé que: Dans un délai de neuf mois à compter de la date de publication de la mention de la délivrance du brevet européen, toute personne peut faire opposition au brevet européen délivré, auprès de l'Office européen des brevets. L'opposition doit être formée par écrit et motivée. Elle n'est réputée formée qu'après paiement de la taxe d'opposition. (Art. 99(1) Convention sur le brevet européen).

EP 1 222 841 B1

Description

[0001] La présente invention se rapporte à un procédé de fusion et de solidification d'un échantillon conducteur d'électricité, ainsi qu'à une application de ce procédé à la fabrication d'échantillons comprenant au moins une phase métastable.

[0002] La lévitation de matériaux métalliques fondus est un phénomène d'un grand intérêt en génie des procédés d'élaboration, du fait de l'absence de parois en contact avec le matériau liquide. Ainsi, une telle technique permet d'élaborer ou de transporter des métaux très réactifs, à très haut point de fusion, ou nécessitant une très grande pureté, de mesurer à l'état liquide les propriétés physiques de certains alliages ou encore de produire des taux de surfusion importants dans des liquides, pouvant conduire à des phases métastables par solidification rapide.

[0003] Une technique connue de lévitation d'un matériau métallique est la lévitation électromagnétique, qui consiste à appliquer un champ magnétique alternatif haute fréquence à ce matériau. L'application du champ magnétique produit deux effets : la génération de courants induits circulant dans l'échantillon, qui produisent un chauffage par effet Joule et font ainsi fondre l'échantillon, et la création d'une force électromagnétique de répulsion, qui soulève et maintient l'échantillon en lévitation. De plus, l'échantillon à l'état fondu subit un brassage électromagnétique intense.

[0004] Cette technique présente l'inconvénient de ne pouvoir mettre en lévitation qu'un échantillon de taille réduite. De plus, la puissance de chauffage et la force de lévitation sont couplées, car elles sont toutes deux proportionnelles au carré de l'intensité du champ magnétique alternatif appliqué, de telle sorte qu'il n'est pas possible d'en dissocier les effets. Enfin, l'échantillon suit des instabilités, dues en particulier au brassage interne, qui risquent de provoquer notamment des mouvements latéraux importants et même d'entraîner l'échantillon hors de la zone de champ.

[0005] Il a été proposé une technique de lévitation permettant de résoudre ces inconvénients, qui consiste à coupler un champ magnétique alternatif haute fréquence avec un champ magnétique de force intensité et présentant une forte variation spatiale. Cette méthode est décrite, par exemple dans l'article « Stabilized levitation meeting of métallique matériaux » de Pascale Guillon, deuxième Conférence Internationale E.P.M., Paris 27-29 mai 1997 ou dans l'article « Combined electromagnetic and magnetic levitation » MAGNITNAYA GIDRODINAMIKA, PLENUM, LATVIA, vol. 32, no.2. Elle permet de produire une lévitation stable d'échantillons massifs pouvant peser jusqu'à une centaine de gramme, diamagnétiques ou paramagnétiques. Cette stabilisation s'explique par un freinage du brassage électromagnétique par le champ magnétique continu intense.

[0006] Les avantages procurés par la lévitation de

matériaux métalliques fondus sont cependant souvent limités, ou même compromis, lors de la solidification de ces matériaux. En effet, après fusion, l'échantillon fondu est récupéré dans un récipient où il se solidifie, de telle sorte qu'il est en contact avec des parois. Des germes de solidification apparaissent donc au niveau des contacts de l'échantillon avec les parois du récipient et, de plus, la pureté de l'échantillon ne peut pas être maintenue. Ceci porte préjudice à une surfusion et entraîne une solidification prématurée, empêchant d'obtenir tous les avantages escomptés.

[0007] Plusieurs techniques existent pour solidifier sans contact des échantillons. Toutes sont fondées sur l'élimination de l'effet de pesanteur : en navette spatiale, en chute libre ou en vols paraboliques. Cependant, de telles méthodes sont sujettes à des contraintes considérables : durées disponibles, quantités pouvant être mises en jeu et/ou coûts impliqués, auxquelles s'ajoutent pour les systèmes embarqués des problèmes liés à la présence de matériaux inflammables ou ayant des propriétés magnétiques perturbatrices.

[0008] La présente invention concerne un procédé de fusion et de solidification d'un échantillon conducteur d'électricité, permettant une solidification sans contact de l'échantillon tout en s'affranchissant des contraintes présentes dans les techniques connues de solidification sans contact. Le procédé de l'invention permet ainsi de traiter des quantités de matériaux identiques à celles soumises à la fusion, pendant la durée désirée et de manière économique, sans être restreint par des mesures de sécurité liées à des systèmes embarqués.

[0009] L'invention concerne également l'application d'un tel procédé à la fabrication d'échantillons comprenant au moins une phase métastable.

[0010] A cet effet, l'invention telle que définie par les caractéristiques techniques de la revendication 1, est relative à un procédé de fusion et de solidification d'un échantillon conducteur d'électricité, dans lequel :

- dans une première étape, on fait fondre l'échantillon par induction au moyen d'un champ magnétique alternatif,
- dans une deuxième étape, on superpose au champ magnétique alternatif un gradient d'un champ magnétique continu, de manière à provoquer une lévitation de l'échantillon fondu sans contact avec des surfaces solides, et
- dans une troisième étape, on produit une solidification de l'échantillon.

[0011] Selon l'invention, dans la troisième étape, on réduit l'intensité du champ magnétique alternatif tout en faisant varier l'intensité du gradient du champ magnétique continu, de manière à maintenir l'échantillon en lévitation sans contact avec des surfaces solides et à diminuer la température de l'échantillon pour obtenir une solidification sans contact de cet échantillon.

[0012] Ainsi, de manière surprenante, on parvient à

solidifier l'échantillon sans contact, au moyen du même dispositif que celui utilisé pour la fusion sans contact. Contrairement à toute attente, il n'est pas nécessaire de faire cesser la lévitation pour réduire la température et solidifier ainsi l'échantillon, et l'on peut s'abstenir de mettre en oeuvre de complexes techniques d'apesanteur pour obtenir cette solidification sans contact.

[0013] De cette manière, on peut surchauffer la phase liquide sans contact pour éliminer tous les germes de solidification, puis la refroidir sans contact. La solidification n'a alors pas lieu à la température thermodynamique de solidification, mais l'échantillon reste liquide en dessous de cette température : c'est le phénomène de surfusion. Quand la solidification intervient, les conditions hors équilibre permettent de fabriquer des phases métalliques qui ne peuvent pas se former à l'équilibre. Ces conditions favorisent la fabrication de phases métastables. De plus, la solidification peut être très rapide et engendrer des microstructures très fines à base de petits grains (par exemple des nanograins), ou même rendre possible l'obtention de verres.

[0014] Généralement, la variation de l'intensité du gradient du champ magnétique est une augmentation. Cependant, pour certains matériaux, la variation de susceptibilité magnétique avec la température engendre une augmentation d'intensité de force magnétique, qui nécessite un maintien ou une diminution du champ magnétique continu.

[0015] Préférentiellement, le champ magnétique alternatif est à haute fréquence, c'est-à-dire à une fréquence supérieure à 1 kHz, et avantageusement supérieure à 50 kHz. De plus, le champ magnétique continu a préférentiellement une forte intensité maximale, d'induction supérieure à 0,3 T et avantageusement supérieure à 3 T.

[0016] Par "champ magnétique continu", on entend un champ invariant dans le temps.

[0017] Le champ magnétique continu permet préférentiellement de produire un fort gradient (variation dans l'espace), le produit de l'induction magnétique du champ magnétique continu par le gradient d'induction magnétique ayant une intensité supérieure à $1 \text{ T}^2/\text{m}$ et avantageusement supérieure à $50 \text{ T}^2/\text{m}$.

[0018] Le procédé selon l'invention est applicable non seulement à des matériaux diamagnétiques, mais aussi paramagnétiques ou ferromagnétiques.

[0019] L'application du champ magnétique continu dans la deuxième étape produit les deux effets suivants :

- une lévitation qui soulève verticalement l'échantillon ; en le détachant ainsi de son support, on réduit les pertes thermiques par contact et on peut donc obtenir une surchauffe importante ; cet effet est particulièrement avantageux dans le cas d'un creuset froid, car des pertes thermiques par contact empêcheraient alors toute surchauffe ;
- et une réduction, voire un arrêt du brassage élec-

tromagnétique, ce qui stabilise la forme du liquide et fixe sa position, permettant de mettre en lévitation l'échantillon liquide de manière stable.

5 **[0020]** Par << surchauffe >>, on entend une élévation de température à une valeur supérieure à la température de fusion.

[0021] La combinaison des champs magnétiques alternatif et continu permet de maintenir l'échantillon en 10 lévitation tout en contrôlant suffisamment sa position pour éviter des contacts avec des surfaces solides. Grâce à cette combinaison, on parvient à éviter les instabilités de positionnement de l'échantillon, tout en réduisant sa température.

15 **[0022]** De plus, la présence du champ alternatif assure une autorégulation partielle du système : si l'échantillon est soulevé au delà du champ alternatif, il subit une force moindre de lévitation électromagnétique. Il existe donc une position électromagnétique stable le long d'un 20 axe vertical, qui constitue une sorte de puits de potentiel. Qui plus est, le champ alternatif permet aussi de compenser des instabilités radiales, en particulier lorsque le champ magnétique continu génère une force de lévitation qui n'est pas parfaitement verticale.

25 **[0023]** Dans la troisième étape, on compense la réduction d'intensité du champ magnétique alternatif par une variation adaptée d'intensité du gradient du champ magnétique continu, de façon à exercer sur l'échantillon une force de lévitation approximativement constante. 30 L'échantillon reste ainsi sensiblement à la même position durant sa solidification.

[0024] La variation d'intensité du gradient du champ magnétique continu est avantageusement produite par la variation d'intensité du champ continu lui-même. Une 35 telle opération est en effet simple à mettre en oeuvre. Selon une autre technique, cette variation du gradient est obtenue en modifiant le positionnement relatif de l'échantillon dans le champ continu, soit par déplacement du champ, soit de l'échantillon. Enfin, une troisième 40 forme de variation du gradient combine les deux premières techniques (modification de l'intensité du champ et du positionnement relatif de l'échantillon).

[0025] Selon une première forme de mise en oeuvre de la combinaison des champs magnétiques alternatif et continu durant la troisième étape, on évalue la variation de la force de lévitation produite par le champ magnétique alternatif (induction) au cours du temps, en 45 prenant préférentiellement en compte les variations avec la température des propriétés magnétiques de l'échantillon. En effet, celles-ci diminuent généralement avec la température, selon une fonction dépendant du matériau considéré. Une fois évaluée la variation de force de lévitation due à la diminution d'induction et de température, on modifie le gradient du champ magnétique 50 continu de manière à compenser la diminution de la force de lévitation et à la maintenir approximativement constante. Préférentiellement, on asservit le gradient du champ magnétique continu à la variation de force de lé-

vation évaluée.

[0026] Il est avantageux que l'évaluation des variations de force de lévitation dues aux diminutions de l'induction et de la température soit calculée numériquement en temps réel, au moyen de tables donnant des données relatives aux propriétés magnétiques du matériau traité.

[0027] Dans une seconde forme de mise en oeuvre de la combinaison des champs magnétiques alternatif et continu durant la troisième étape, on asservit le gradient du champ magnétique continu aux mouvements de l'échantillon. On compense ainsi directement les effets des variations de la force de lévitation, qui se manifestent spatialement. Avantageusement, on asservit de manière automatique l'intensité du gradient du champ magnétique continu. Dans une variante de mise en oeuvre, on effectue les ajustements manuellement.

[0028] Dans la deuxième étape, on ajuste l'intensité du champ magnétique alternatif de manière à obtenir une surchauffe de l'échantillon. Cette surchauffe est avantageusement suffisante pour produire une surfusion de l'échantillon dans la troisième étape.

[0029] L'intensité du champ magnétique alternatif doit alors être suffisamment élevée pour surchauffer la phase liquide de manière à dissoudre tous les germes de solidification dans la deuxième étape. Le refroidissement de l'échantillon dans la troisième étape n'entraîne ainsi une solidification que dans un état de surfusion. L'obtention d'une telle surfusion est obtenue grâce à la combinaison de deux caractéristiques du procédé : la fusion sans contact, qui permet de monter très haut en température de manière très homogène dans l'échantillon, et la solidification sans contact, qui évite l'apparition de germes de solidification compromettant la surfusion.

[0030] Avantageusement, dans la première étape, on n'applique aucun gradient de champ magnétique continu. Cette technique a le mérite de sa simplicité et est particulièrement appropriée lorsqu'on utilise un creuset froid pour faire fondre l'échantillon.

[0031] Selon un autre mode d'application du champ magnétique continu, on applique un gradient de champ magnétique continu dès la première étape, c'est à dire avant et pendant la fusion de l'échantillon. On peut ainsi faire fondre l'échantillon en lévitation. Une telle méthode requiert généralement une réduction progressive du champ continu, à mesure qu'on augmente le champ alternatif pour accroître le chauffage de l'échantillon. En effet, il convient de préserver la stabilité spatiale de ce dernier, et même préférentiellement d'exercer sur l'échantillon une force de lévitation environ constante.

[0032] On procède donc généralement en quatre temps pour l'application du champ continu : augmentation à partir de zéro pour obtenir la lévitation, réduction pour compenser l'augmentation du champ alternatif (première et deuxième étapes), augmentation pour compenser la diminution du champ alternatif (troisième étape) et de préférence réduction jusqu'à zéro pour ré-

cupérer l'échantillon solidifié.

[0033] Cette technique est plus complexe à mettre en oeuvre que la précédente (sans aucun champ continu pendant la première étape). Cependant, elle s'avère particulièrement intéressante lorsqu'on souhaite éviter un contact entre l'échantillon liquide et le récipient le contenant, afin de préserver la pureté de cet échantillon. Notamment, on y a avantageusement recours lorsqu'on utilise un creuset réfractaire comme récipient. De cette manière, on évite en effet de charger le matériau de l'échantillon en impuretés réfractaires, qui seraient produites par des réactions aux parois du creuset lors de la fusion.

[0034] Durant la deuxième étape, un mode avantageux de mise en oeuvre consiste à réduire légèrement l'intensité d'induction, ce qui peut permettre de réduire considérablement la température sans perturber sensiblement la position de l'échantillon.

[0035] Préférentiellement, dans une quatrième étape, on réduit progressivement les champs magnétiques alternatif et continu jusqu'à zéro, de façon à récupérer l'échantillon solidifié.

[0036] On dispose de préférence l'échantillon dans une zone de gradient du champ magnétique continu, ce gradient ayant une intensité décroissant vers le haut.

[0037] Cette décroissance s'entend comme couvrant en particulier la zone où on met l'échantillon en lévitation au moyen des champs magnétiques alternatif et continu. De cette manière, on complète l'autorégulation partielle obtenue au moyen du champ alternatif, qui conduit à une position électromagnétique stable le long d'un axe vertical. En effet, la composante de la force de lévitation due au champ continu est alors moindre quand l'échantillon s'élève. L'effet de la pesanteur se conjugue ainsi avec les effets du champ alternatif et du gradient du champ continu, de façon à prévenir des instabilités et à pouvoir maintenir l'échantillon en position.

[0038] De préférence, on applique le champ magnétique continu au moyen d'un aimant supraconducteur.

[0039] Selon un mode préféré de mise en oeuvre, on fait fondre l'échantillon dans un creuset froid. Ce creuset est, par exemple, en cuivre refroidi. L'utilisation d'un creuset froid permet de monter très haut en température et d'éviter des réactions chimiques aux parois. De plus, la lévitation de l'échantillon permet d'éviter les échanges thermiques aux parois et d'élever ainsi la température sensiblement au-dessus du point de fusion du matériau considéré.

[0040] Dans un autre mode de mise en oeuvre, on fait fondre l'échantillon dans un creuset en briques réfractaires. Ce mode de mise en oeuvre n'est cependant pas applicable à des matériaux susceptibles d'attaquer chimiquement les parois du creuset, et il convient alors de faire fondre l'échantillon en lévitation en appliquant dès la première étape un champ magnétique continu, comme exposé précédemment.

[0041] Dans un mode de mise en oeuvre avantageux mettant en jeu un aimant supraconducteur pour l'appli-

cation du champ magnétique continu et un creuset froid pour la fusion de l'échantillon, ce creuset froid est inductif et est positionné dans une zone de gradient de champ magnétique de l'aimant supraconducteur, capable de produire sur l'échantillon une force verticale dirigée vers le haut.

[0042] L'invention concerne également l'application du procédé de fusion et de solidification à la fabrication d'échantillons comprenant au moins une phase métastable. Ce procédé autorise en effet l'obtention de phases métastables qui ne peuvent pas être obtenues autrement que par surfusion.

[0043] Avantagusement, cette phase métastable est à base d'un alliage de titane, préférentiellement de TiAl.

[0044] L'invention sera mieux comprise et illustrée au moyen d'un exemple de mise en oeuvre nullement limitatif, en référence à la figure annexée, représentant un dispositif de fusion sans contact utilisé pour mettre en oeuvre le procédé de l'invention.

[0045] Un dispositif de fusion sans contact par lévitation couplée et électromagnétique et magnétique comprend (figure) un inducteur 1 placé dans une bobine supraconductrice 2 et entourant un creuset froid 3.

[0046] Le creuset froid 3 est, par exemple, un creuset hémisphérique en cuivre sectorisé ayant un diamètre intérieur de 16 mm, inséré dans l'inducteur 1. Le fond du creuset 3 est équipé d'un doigt refroidi 4 escamotable, relié à un support horizontal 5 de translation verticale.

[0047] L'inducteur 1 est, par exemple, un inducteur à quatre spires alimenté en courant alternatif haute fréquence. Le système inductif comprenant l'inducteur 1 et le creuset froid 3 est placé dans une enceinte étanche 10, reliée à une pompe à vide primaire. Cette enceinte 10, reposant sur le support 5, est pourvue d'un hublot supérieur 7 autorisant un suivi par caméra vidéo 6 des phénomènes se produisant dans l'enceinte 10.

[0048] La bobine supraconductrice 2 est pourvue d'un trou de champ de 120 mm de diamètre et est capable de délivrer un champ magnétique vertical jusqu'à 8 T au centre. L'enceinte 10 est insérée au centre de cette bobine 2.

[0049] En fonctionnement, un échantillon solide est tout d'abord placé dans le creuset froid 3 et on réalise le vide sur cet échantillon. On effectue les opérations suivantes de traitement de l'échantillon sous atmosphère partielle d'argon.

[0050] A champ continu nul, l'échantillon est chauffé puis fondu par induction en augmentant l'intensité du champ magnétique alternatif. Une fois l'échantillon liquide, l'intensité du champ continu est progressivement augmentée jusqu'à l'obtention de la lévitation. Dès que l'échantillon quitte le creuset froid 3, il s'ensuit une surchauffe importante du liquide. La force responsable de la lévitation est constituée d'une composante issue du champ magnétique alternatif (répulsion entre inducteur et charge métallique) et d'une composante issue du gradient de champ magnétique continu liée à la susceptibilité magnétique du matériau.

[0051] Pour solidifier sans contact, on diminue la température de l'échantillon tout en conservant la force totale de lévitation constante. La diminution de la température est obtenue par diminution progressive de l'intensité du champ magnétique alternatif. Cette opération produit deux effets : une diminution de la composante électromagnétique de la force de lévitation et une variation de la susceptibilité magnétique (qui est fonction de la température) qui agit sur la valeur de la composante magnétique de la force de lévitation.

[0052] La solidification sans contact est donc obtenue en compensant en temps réel au cours du refroidissement la variation de la force de lévitation par une variation de l'intensité du gradient du champ magnétique continu correspondante.

[0053] Grâce au suivi par caméra vidéo 6, on détecte la lévitation dès l'apparition de mouvements libres de l'échantillon et on peut ajuster l'intensité du champ magnétique continu en fonction de la position de l'échantillon. De plus, un pyromètre infrarouge permet préférentiellement de suivre la température de l'échantillon en cours de traitement. On peut ainsi, éventuellement, déterminer les variations des propriétés magnétiques de l'échantillon et les combiner avec les variations d'induction pour déterminer la variation à appliquer au champ magnétique continu, donc au gradient induit.

[0054] Plusieurs échantillons de titane pur et d'un alliage de TiAl (50 %) ont été réalisés. Ils se présentent sous la forme d'un oeuf, sans aucune trace de contact avec une surface solide. Le suivi de la température de surface par pyrométrie infrarouge a révélé l'obtention de surfusions.

Revendications

1. Procédé de fusion et de solidification d'un échantillon conducteur d'électricité dans lequel :

- dans une première étape, on fait fondre l'échantillon par induction au moyen d'un champ magnétique alternatif,
- dans une deuxième étape, on superpose au champ magnétique alternatif un gradient d'un champ magnétique continu, de manière à provoquer une lévitation de l'échantillon fondu sans contact avec des surfaces solides,
- dans une troisième étape, on produit une solidification sans contact de l'échantillon par réduction de l'intensité du champ magnétique alternatif pour diminuer la température de l'échantillon,

caractérisé en ce que dans la deuxième étape, on ajuste l'intensité du champ magnétique alternatif de manière à obtenir une surchauffe de l'échantillon et **en ce que** dans la troisième étape, la réduction du champ magnétique alternatif est effectuée tout en

faisant varier l'intensité du gradient du champ magnétique continu, de manière à maintenir l'échantillon en lévitation sans contact avec des surfaces solides, la réduction d'intensité du champ magnétique alternatif étant compensée par une variation adaptée d'intensité du gradient du champ magnétique continu, de façon à exercer sur l'échantillon une force de lévitation environ constante.

2. Procédé de fusion et de solidification selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** ladite surchauffe est suffisante pour produire une surfusion de l'échantillon dans la troisième étape. 10
3. Procédé de fusion et de solidification selon la revendication 1 ou 2, **caractérisé en ce qu'on** dispose l'échantillon dans une zone de gradient du champ magnétique continu, ledit gradient ayant une intensité décroissant vers le haut 15
4. Procédé de fusion et de solidification selon la revendication 1, 2 ou 3, **caractérisé en ce que** l'on applique un gradient de champ magnétique continu dès la première étape, de manière à provoquer une lévitation de l'échantillon et obtenir une fusion sans contact. 20 25
5. Procédé de fusion et de solidification selon la revendication 1, 2 ou 3, **caractérisé en ce qu'on** fait fondre l'échantillon dans un creuset froid (3). 30
6. Procédé de fusion et de solidification selon la revendication 5, **caractérisé en ce que** le creuset froid (3) est inductif et est positionné dans une zone de gradient de champ magnétique continu d'un aimant supraconducteur (2), capable de produire sur l'échantillon une force verticale dirigée vers le haut. 35 40
7. Application du procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes à la fabrication d'échantillons comprenant au moins une phase métastable. 45
8. Application selon la revendication 7, **caractérisée en ce que** la phase métastable est à la base d'un alliage de titane, préférentiellement de TiAl. 50

Patentansprüche

1. Verfahren zum Schmelzen und Erstarren einer elektrisch leitenden Probe, wobei: 55
 - in einem ersten Schritt die Probe mittels Induktion mit Hilfe eines magnetischen Wechselfeldes

des geschmolzen wird;

- in einem zweiten Schritt dem magnetischen Wechselfeld ein Gradient eines statischen Magnetfeldes überlagert wird, was ein Schweben der geschmolzenen Probe ohne Kontakt zu den festen Flächen bewirkt;
- in einem dritten Schritt ein berührungsloses Erstarren der Probe durch Reduzierung der Intensität des magnetischen Wechselfeldes zur Verringerung der Temperatur erfolgt,

dadurch gekennzeichnet, dass die Intensität des magnetischen Wechselfeldes in dem zweiten Schritt derart eingestellt wird, dass eine Überhitzung der Probe erfolgt, und dadurch, dass die Reduzierung des magnetischen Wechselfeldes in dem dritten Schritt durch die Variierung des Gradienten des statischen Magnetfeldes erhalten wird, so dass die Probe ohne Kontakt mit festen Flächen in der Schwebe gehalten wird, wobei die Reduzierung der Intensität des magnetischen Wechselfeldes durch eine angepasste Änderung der Intensität des Gradienten des statischen Magnetfeldes kompensiert wird, so dass auf die Probe eine ungefähr konstante Schwebkraft ausgeübt wird.

2. Verfahren zum Schmelzen und Erstarren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** die erwähnte Überhitzung ausreichend ist, um eine Unterkühlung der Probe in dem dritten Schritt hervorzurufen.
3. Verfahren zum Schmelzen und Erstarren nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Probe in einem Gradientengebiet des statischen Magnetfeldes angeordnet wird, wobei der genannte Gradient eine sich nach oben vermindernde Intensität hat.
4. Verfahren zum Schmelzen und Erstarren nach Anspruch 1, 2 oder 3, **dadurch gekennzeichnet, dass** ein Gradient des statischen Magnetfeldes von dem ersten Schritt an so angewendet wird, dass ein Schweben der Probe hervorgerufen wird und dass ein berührungsloses Schmelzen erhalten wird.
5. Verfahren zum Schmelzen und Erstarren nach Anspruch 1, 2 oder 3, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Probe in einem kalten Tiegel (3) zum Schmelzen gebracht wird.
6. Verfahren zum Schmelzen und Erstarren nach Anspruch 5, **dadurch gekennzeichnet, dass** der kalte Tiegel (3) induktiv ist und in einer Gradientenumgebung des statischen Magnetfeldes eines supraleitenden Magneten (2) angeordnet ist, der fähig ist,

auf die Probe eine nach oben gerichtete senkrechte Kraft auszuüben.

7. Anwendung des Verfahrens gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche zur Herstellung von Proben, mit wenigstens einer metastabilen Phase. 5
8. Anwendung nach Anspruch 7, **dadurch gekennzeichnet, dass** die metastabile Phase auf einer Titanlegierung, vorzugsweise Ti Al, basiert. 10

Claims

1. A method for melting and solidifying an electric conductor sample, wherein: 15
- in a first step, the sample is melt by induction using an alternating magnetic field,
 - in a second step, the alternating magnetic field is superposed with a continuous magnetic field gradient, so as to levitate the melted sample without contact with solid surfaces, and 20
 - in a third step, the sample is solidified without contact by reducing the alternating magnetic field intensity in order to decrease the temperature of the sample. 25

characterized in that, in the second step, the alternating magnetic field intensity is adjusted in order to obtain overheating of the sample and **in that** in the third step, the intensity of the alternating magnetic field is reduced by varying the intensity of the gradient of the continuous magnetic field, so as to maintain the sample in levitation without contact with the solid surfaces, whereas the alternating magnetic field intensity reduction is compensated by an suitable variation of the intensity of the gradient of the continuous magnetic field, in order to provide to the sample an essentially constant levitation force. 30 35 40

2. A method for melting and solidifying according to claim 1, **characterized in that** said overheating is sufficient to cause overmelting of the sample in the third step. 45
3. A method for melting and solidifying according to claim 1 or 2, **characterized in that** in the sample is placed in a continuous magnetic field gradient zone, said gradient is decreasing in intensity in the upper region. 50
4. A method for melting and solidifying according to claim 1, 2 or 3, **characterized in that** a continuous magnetic field gradient is applied as soon as the first step in order to obtain a levitation of the sample and a melting 55

without contact.

5. A method for melting and solidifying according to claim 1, 2 or 3, **characterised in that** in the sample is melted in a cold melting-pot (3). 5
6. A method for melting and solidifying according to claim 5, **characterised in that** the cold melting-pot (3) is inductive and is located in a zone of continuous magnetic field gradient of superconductor magnet (2), capable of producing on the sample a vertical force directed upwards. 10
7. Application of the method according to any one of the previous claims to the manufacture of samples comprising at least a metastable phase. 15
8. Application according to claim 7, **characterised in that** the metastable phase is based on a Titanium alloy, preferably TiAl. 20

