

19 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
COURBEVOIE

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

3 123 073

21 N° d'enregistrement national : 21 05246

51 Int Cl⁸ : C 22 B 3/04 (2020.12)

12

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

22 Date de dépôt : 20.05.21.

30 Priorité :

43 Date de mise à la disposition du public de la
demande : 25.11.22 Bulletin 22/47.

56 Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du
présent fascicule*

60 Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

Demande(s) d'extension :

71 Demandeur(s) : RENAULT s.a.s Société par actions
simplifiée (SAS) — FR.

72 Inventeur(s) : CROTEAU Denis, NOBRE-MENDES
Acacio et VALLAUDE Pierre-Yves.

73 Titulaire(s) : RENAULT s.a.s Société par actions sim-
plifiée (SAS).

74 Mandataire(s) : IPSILON.

54 Procédé d'analyse d'un catalyseur à base d'un substrat métallique.

57 L'invention se rapporte à un procédé d'analyse d'un
catalyseur (1) de post-traitement de gaz d'échappement
d'un véhicule comprenant un substrat métallique (2) et une
imprégnation catalytique (11) fixée audit substrat (2).

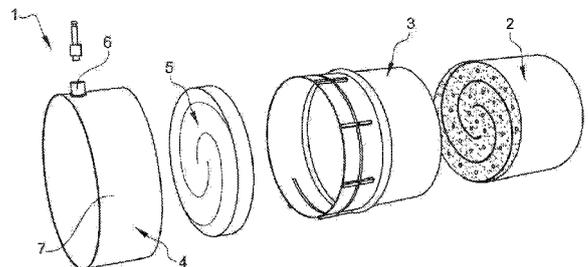
Selon l'invention, le procédé comprend :- Une étape de
prélèvement d'une fraction (12) du substrat métallique (2),

-Une étape de soumission à un choc thermique de la
fraction (12) ainsi prélevée,

-une étape d'exposition de ladite fraction (12) à des ul-
trasons,

-une étape de récupération de l'imprégnation catalytique
(11) qui a été séparée de la structure métallique de la frac-
tion (12) afin d'être analysée.

Figure pour l'abrégié : Fig.1



FR 3 123 073 - A1



Description

Titre de l'invention : Procédé d'analyse d'un catalyseur à base d'un substrat métallique

- [0001] La présente invention concerne un procédé d'analyse d'un catalyseur à base d'un substrat métallique.
- [0002] Les moteurs à combustion interne des véhicules automobiles du type à allumage commandé fonctionnant notamment à l'essence, sont équipés depuis de nombreuses années d'au moins un catalyseur trois voies, de manière à traiter les molécules polluantes d'hydrocarbures imbrûlés (HC), de monoxyde de carbone (CO) et d'oxydes d'azote (NO_x) qui sont émises dans les gaz de combustion desdits moteurs.
- [0003] De manière connue en soi, un tel catalyseur se présente généralement sous la forme d'un monolithe de substrat céramique ou métallique à écoulement continu, comportant une pluralité de canaux longitudinaux à travers lesquels les gaz de combustion s'écoulent de part en part. Les parois latérales délimitant les canaux d'écoulement des gaz sont imprégnées d'au moins un revêtement imprégnateur (appelé « *washcoat* » en anglais) comprenant une composition catalytique incluant au moins un métal du groupe du platine (dit aussi « PGM » selon l'acronyme anglais pour : *Platinum Group Metal*). Ces métaux précieux réagissent avec les molécules polluantes à la surface des différentes parois des canaux, et permettent leur transformation en molécules moins polluantes.
- [0004] Les catalyseurs de type métallique, notamment ceux qui sont chauffés électriquement (en anglais, *Electric Heated Catalyst* – EHC), constituent l'une des solutions technologiques potentielles en cours de développement, de plus en plus pertinente pour répondre aux exigences des normes de dépollution automobile de plus en plus sévères. Néanmoins, comme ces catalyseurs possèdent un substrat métallique, les techniques expérimentales utilisées pour analyser la conformité de ces catalyseurs, nécessitent d'être développées, notamment par rapport aux catalyseurs à base de substrats en céramique.
- [0005] Pour pouvoir contrôler la conformité des catalyseurs, il est souvent nécessaire d'appliquer plusieurs tests de laboratoire destructifs (analyses « post-mortem ») qui impliquent le prélèvement d'échantillons du catalyseur complet, puis leur transformation en poudre. S'agissant d'un catalyseur standard, de type céramique à base de cordiérite, cette poudre est obtenue d'abord par le découpage d'un morceau du catalyseur, puis par son broyage complet. C'est bien à partir de la poudre homogène issue de ce processus, que sont déterminées les compositions chimiques des imprégnations chimiques de ces catalyseurs. Les techniques utilisées pour déterminer ces com-

positions chimiques peuvent par exemple être la spectrométrie de fluorescence des rayons X (FLX) ou la spectrométrie à plasma à couplage inductif (ICP).

- [0006] Cependant, pour les catalyseurs ayant un substrat métallique, il est impossible de faire le broyage du catalyseur par la même méthode, à cause de la tenue mécanique de l'acier du substrat. Les tests ci-avant décrits ne sont donc pas réalisables.
- [0007] Les documents JP2004225067A et US20070183951A1 décrivent un procédé qui permet de récupérer les métaux précieux d'un catalyseur à base d'un substrat métallique, en appliquant une solution acide pour dissoudre ces métaux et ultérieurement les récupérer. Cependant, tous les éléments du revêtement imprégnateur (« *washcoat* ») autres que ces métaux précieux proprement dits (Pt, Pd, Rh) ne peuvent pas être récupérés, notamment le support des métaux précieux (par exemple, l'alumine, la cérine, etc.) et d'autres métaux éventuels (e.g. le cuivre, le fer, le zirconium, etc.). La détermination de la composition chimique est donc limitée aux métaux précieux.
- [0008] Un procédé selon l'invention permet d'analyser un catalyseur de post-traitement de gaz polluants ayant un substrat métallique, en s'affranchissant des inconvénients relevés dans l'état de la technique.
- [0009] L'invention a pour objet un procédé d'analyse d'un catalyseur de post-traitement de gaz d'échappement d'un moteur à combustion interne d'un véhicule comprenant un substrat métallique et une imprégnation catalytique fixée audit substrat.
- [0010] Selon l'invention, le procédé comprend :
- une étape de prélèvement d'une fraction du substrat métallique contenant l'imprégnation catalytique, sur au moins une partie de la longueur totale dudit catalyseur,
 - une étape d'insertion de la fraction du substrat métallique dans une enceinte portée à une température inférieure à 0°C, suivi d'une étape d'immersion de ladite fraction dans un bain de liquide ayant une température supérieure ou égale à la température ambiante, dans le but de créer un choc thermique,
 - une étape d'exposition de la fraction placée dans le bain de liquide à des ultrasons,
 - une étape de récupération de l'imprégnation catalytique qui a été séparée de la structure métallique de la fraction afin d'être analysée.
- [0011] Le principe d'un procédé selon l'invention est d'abord de prélever un morceau du substrat métallique du catalyseur comprenant l'imprégnation catalytique, puis de provoquer un choc thermique du morceau ainsi prélevé pour commencer à séparer ledit substrat métallique et ladite imprégnation catalytique, avant d'achever cette séparation au moyen d'ultrasons. Ce morceau ne subit aucune modification structurelle ni aucun traitement lors de son prélèvement. La fraction prélevée est un morceau de catalyseur pouvant avoir tout type de forme, comme par exemple parallélépipédique, carrée, cylindrique ou autre. Préférentiellement, les techniques d'extraction de cette fraction sont

à choisir parmi un carottage, un sciage ou un découpage avec des outils appropriés. La longueur de cette fraction peut être inférieure ou égale à la longueur totale du catalyseur. Le choc thermique est provoqué par une baisse brutale et importante de la température du catalyseur en deçà de 0°C, suivie d'une remontée tout aussi brutale de cette température, ces deux opérations ayant pour but de faire réagir les matériaux constitutifs du catalyseur l'un par rapport à l'autre, à savoir principalement le substrat métallique et l'imprégnation catalytique, pour qu'ils se désolidarisent l'un de l'autre. Or, il peut arriver que ce choc thermique ne s'avère pas suffisant pour induire cette désolidarisation. Pour pallier cette éventuelle insuffisance, un procédé selon l'invention met en œuvre une étape d'exposition du catalyseur à des ultrasons pour parachever ladite désolidarisation. La température ambiante correspond à la température de l'air régnant dans le local où est réalisé le procédé selon l'invention.

- [0012] Selon une caractéristique possible de l'invention, l'étape de prélèvement de la fraction du substrat métallique s'effectue sur la totalité de la longueur du catalyseur. De cette manière, la fraction prélevée est de taille importante, et l'analyse de l'imprégnation catalytique sera bien représentative de celle du catalyseur dans son ensemble. Avantagusement, pour cette configuration de prélèvement, un procédé selon l'invention met en œuvre une étape de découpe de la fraction prélevée pour permettre d'analyser zone par zone le long de ladite fraction, l'imprégnation catalytique. Il est en particulier possible de savoir si l'imprégnation catalytique est répartie de façon homogène le long du catalyseur.
- [0013] Selon une caractéristique possible de l'invention, l'enceinte portée à une température inférieure à 0°C est un bain d'azote liquide. Un tel liquide est particulièrement adapté à un procédé selon l'invention, mais n'est nullement limitatif. A -196°C, l'azote liquide permet de faire chuter brutalement et avec une grande amplitude la température du catalyseur, de façon à optimiser les conditions du choc thermique attendu.
- [0014] Selon une caractéristique possible de l'invention, le bain de liquide est un bain d'eau désionisée ou déminéralisée.
- [0015] Selon une caractéristique possible de l'invention, le bain d'eau désionisée ou déminéralisée a une température comprise entre la température ambiante et 90°C.
- [0016] Selon une caractéristique possible de l'invention, le procédé comprend une étape d'évaporation des différents liquides utilisés aux étapes précédentes pour récupérer une imprégnation catalytique sèche. L'analyse de l'imprégnation catalytique va être effectuée de façon optimisée, sans que de l'eau résiduelle ne vienne perturber les mesures de composition de ladite imprégnation catalytique.
- [0017] Selon une caractéristique possible de l'invention, le volume d'azote liquide et le volume d'eau désionisée ou déminéralisée sont chacun compris entre 2 et 10 fois le volume de la fraction du substrat métallique prélevée.

- [0018] Selon une caractéristique possible de l'invention, les étapes de réalisation du choc thermique et d'exposition de la fraction aux ultrasons, sont répétées entre 5 et 20 fois.
- [0019] Selon une caractéristique possible de l'invention, en supposant que le substrat métallique soit constitué d'un empilement de plusieurs feuilles métalliques définissant des canaux internes, le procédé comprend les étapes suivantes :
- une étape d'effeuillage de la fraction prélevée du substrat métallique afin de séparer les feuilles métalliques constitutives de ladite fraction,
 - une étape d'immersion de ces feuilles dans un bain de liquide ayant une température supérieure ou égale à la température ambiante,
 - une étape d'exposition desdites feuilles placées dans le bain de liquide à des ultrasons,
 - une étape d'évaporation du liquide,
 - une étape de récupération d'une imprégnation catalytique sèche.
- [0020] Généralement, le substrat métallique du catalyseur résulte d'un empilement de plusieurs feuilles métalliques, dont les profils particuliers permettent de définir des canaux internes parallèles, s'étendant le long d'un axe longitudinal du catalyseur. Afin d'optimiser encore un peu plus les conditions de récupération de l'imprégnation catalytique, la fraction prélevée du catalyseur qui résulte d'un empilement de plusieurs feuilles métalliques accolées les unes aux autres, est subdivisée en éléments unitaires constitués chacun par une feuille métallique. Contrairement à la fraction du catalyseur prélevée qui est composée d'une pluralité de feuilles métalliques susceptibles de créer des anfractuosités, chaque feuille métallique va apparaître comme un élément plus lisse, duquel pourra facilement être extraite l'imprégnation catalytique. Les feuilles sont ainsi placées dans un bain de liquide en étant séparées les unes des autres, et les ultrasons pourront alors œuvrer pour détacher l'imprégnation catalytique encore solidarisée aux feuilles métalliques du substrat du catalyseur.
- [0021] Selon une caractéristique possible de l'invention, le bain de liquide dans lequel sont immergées les feuilles est un bain d'eau désionisée ou déminéralisée.
- [0022] Un procédé selon l'invention présente l'avantage de pouvoir bien séparer l'imprégnation catalytique et le substrat métallique d'un catalyseur, grâce à la mise en œuvre d'étapes simples et originales. Il a de plus l'avantage d'être fiable et reproductible, car lesdites étapes sont sûres et largement éprouvées.
- [0023] On donne ci-après une description détaillée d'un mode de réalisation préféré d'un procédé selon l'invention, en se référant aux figures suivantes :
- [0024] [Fig.1] représente une vue en perspective en éclaté d'un catalyseur à substrat métallique apte à être analysé au moyen d'un procédé selon l'invention,
- [0025] [Fig.2] représente une vue en coupe du substrat métallique du catalyseur de la [Fig.1]

- [0026] [Fig.3] représente une vue agrandie en perspective d'une zone du substrat métallique du catalyseur de la [Fig.1],
- [0027] [Fig.4] représente une vue agrandie en perspective d'une fraction de la zone de la [Fig.3],
- [0028] [Fig.5] représente une vue de face du substrat métallique de la [Fig.2], ayant subi plusieurs prélèvements de morceaux,
- [0029] [Fig.6] représente une vue en perspective d'une fraction prélevée sur un catalyseur et illustrant une première phase d'une étape d'effeuillage d'un procédé selon l'invention,
- [0030] [Fig.7] représente une vue en perspective de la fraction de la [Fig.6] et illustrant une deuxième phase d'une étape d'effeuillage d'un procédé selon l'invention,
- [0031] [Fig.8] représente une vue en perspective de la fraction des figures 6 et 7, et illustrant une troisième phase d'une étape d'effeuillage d'un procédé selon l'invention.
- [0032] En se référant à la [Fig.1], un catalyseur 1 à substrat métallique 2 disposant d'une source de chauffage 5 pour chauffer ledit substrat 2 constitue l'une des solutions technologiques potentielles en cours de développement, de plus en plus pertinente pour répondre aux exigences des normes de dépollution automobile de plus en plus sévères. Ce type de catalyseur 1 ou EHC (de l'anglais, *Electric Heated Catalyst*) comprend schématiquement un substrat métallique 2 qui est placé dans une enveloppe intérieure 3, ledit substrat 2 et ladite enveloppe intérieure 3 étant logés dans une enveloppe extérieure 4. Un disque de chauffage 5 électrique est inséré dans l'enveloppe extérieure 4 de manière à être en contact avec le substrat métallique 2, dans le but de chauffer ce substrat métallique 2. L'enveloppe extérieure 4 comprend un connecteur électrique 6 saillant d'une surface externe 7 de cette enveloppe extérieure 4, pour permettre d'alimenter en courant électrique le disque de chauffage 5, au moyen d'une source électrique du véhicule, qui est extérieure au catalyseur 1. L'enveloppe intérieure 3, le substrat métallique 2, le disque de chauffage 5 et l'enveloppe extérieure 4 sont avantageusement des éléments cylindriques.
- [0033] En se référant aux figures 2 et 3, le substrat métallique 2 est composé d'un empilement de plusieurs feuilles métalliques, alternant des feuilles 8 planes et des feuilles ondulées 9, chaque feuille ondulée 9 reposant sur une feuille plane 8. De cette manière, le substrat métallique 2 qui est avantageusement de forme cylindrique, définit des canaux internes 10 qui sont délimités par lesdites feuilles métalliques 8, 9 et qui s'étendent parallèlement à l'axe de révolution dudit substrat métallique 2.
- [0034] En se référant à la [Fig.4], une imprégnation catalytique 11 est déposée sur les feuilles métalliques 8, 9 du substrat métallique 2, de façon à tapisser les canaux internes 10 du catalyseur 1. Les gaz d'échappement amenés à transiter par ces canaux internes 10 seront donc au moins partiellement dépollués au contact de cette imprégnation catalytique 11.

- [0035] Pour de tels catalyseurs 1 à base d'un substrat métallique 2 il existe un réel problème d'analyse de la composition chimique de cette imprégnation catalytique 11. En effet, pour pouvoir contrôler la conformité des catalyseurs 1, il est souvent nécessaire d'appliquer plusieurs tests de laboratoire destructifs (analyses « post-mortem ») qui impliquent le prélèvement d'échantillons du catalyseur 1 complet, sous la forme de poudre. S'agissant d'un catalyseur standard de type céramique à base de cordiérite, la préparation de cette poudre consiste d'abord à découper un morceau du catalyseur, puis à totalement le broyer. C'est bien la poudre homogène issue de ce morceau, qui est utilisée pour déterminer la composition chimique de l'imprégnation catalytique selon plusieurs techniques, telles que la spectrométrie de fluorescence des rayons X (FLX) ou la spectrométrie à plasma à couplage inductif (ICP), entre autres.
- [0036] Or, pour les catalyseurs 1 possédant un substrat métallique 2, il est impossible de faire le broyage du catalyseur 1 par la méthode décrite ci-avant, à cause de la tenue mécanique de l'acier dudit substrat métallique 2. L'analyse chimique de l'imprégnation catalytique 11 n'est donc pas possible à partir d'une poudre de ce substrat métallique 2.
- [0037] Un procédé selon l'invention, permet de séparer proprement l'imprégnation catalytique 11 et le substrat métallique 2 du catalyseur 1, afin de permettre des mesures de composition chimique de ladite imprégnation 11 qui soient représentatives et fiables.
- [0038] Un tel procédé comprend les étapes suivantes :
- [0039] - 1- Une étape de prélèvement d'une fraction 12 du substrat métallique 2, comme illustré à la [Fig.5]. Cette étape peut par exemple être réalisée par des techniques telles qu'une découpe par une scie, une extraction d'un cylindre par cloche dans une perceuse à colonne ou une découpe par un jet d'eau sous haute pression. La fraction 12 prélevée a une longueur qui est inférieure ou égale à la longueur totale du substrat métallique 2. La forme de la fraction 12 prélevée n'est pas limitée et peut par exemple être parallélépipédique ou cylindrique comme le montrent les empreintes 20, 30 visibles dans le substrat métallique 2 après le retrait de la fraction 12. Dans le cas où la fraction prélevée 12 aurait une longueur égale à la longueur totale du substrat métallique 2, cette étape de prélèvement peut par exemple être suivie d'une étape de découpe de ladite fraction 12 en plusieurs sous-fractions, afin de pouvoir effectuer une analyse de la composition chimique de l'imprégnation catalytique 11, zone par zone, le long du substrat métallique 2,
- [0040] -2- Une étape d'insertion de la fraction 12 du catalyseur 1 dans un bain d'azote liquide, suivi d'une étape d'immersion de ladite fraction 12 dans un bain d'eau déminéralisée ou désionisée, ayant une température supérieure ou égale à la température ambiante. Cette étape a pour but de créer un choc thermique, de manière à amorcer une

séparation entre l'imprégnation catalytique 11 et la structure métallique de la fraction 12 du catalyseur 1. Avantagusement, la température de l'eau déminéralisée ou désionisée est comprise entre la température ambiante et 90°C. La température ambiante correspond à la température de l'air régnant dans le local où est réalisé le procédé selon l'invention. Le volume d'azote liquide et le volume d'eau déminéralisée ou désionisée sont chacun compris entre 2 et 10 fois le volume de la fraction 12 prélevée.

- [0041] **-3-** Une étape d'exposition de la fraction 12 prélevée placée dans le bain de liquide à des ultrasons. En effet, le choc thermique provoqué par les deux étapes précédentes sur la fraction 12 prélevée, peut s'avérer insuffisant à bien séparer l'imprégnation catalytique 11 et la structure métallique de ladite fraction 12. Ce choc thermique est alors complété par une étape d'exposition de la fraction 12 du substrat métallique 2 placé dans le bain d'eau déminéralisée ou désionisée, à des ultrasons pour accroître les conditions de séparation entre l'imprégnation catalytique 11 et la structure métallique de la fraction 12 prélevée. La fréquence d'émission de ces ultrasons peut par exemple être de 25Hz.
- [0042] **-4-** Une étape d'effeuillage de la fraction 12 du substrat métallique 2 prélevée. En effet, le substrat métallique 2 résulte généralement d'un empilement de plusieurs feuilles métalliques 8, 9. En se référant à la [Fig.6], cet effeuillage peut être effectué au moyen d'un crochet 13 effilé que l'on insère entre deux feuilles métalliques 8, 9 successives de la fraction prélevée 12. En se référant à la [Fig.7], une fois que le crochet 13 s'est accroché à une feuille métallique 8, 9, il suffit de tirer le crochet 13 pour désolidariser progressivement ladite feuille 8, 9 du reste de la fraction 12 prélevée. En se référant à la [Fig.8], la séparation complète de la feuille métallique 8, 9 du reste de la fraction prélevée s'effectue avec la main après avoir délaissé le crochet 13. Cette opération d'effeuillage est répétée autant de fois qu'il n'y a de feuilles métalliques 8, 9 dans la fraction 12 prélevée du substrat 2.
- [0043] **-5-** Une étape d'immersion de ces feuilles 8, 9 séparées dans un bain d'eau déminéralisée ou désionisée, ayant une température supérieure ou égale à la température ambiante. Préférentiellement la température de ce bain d'eau est comprise entre la température ambiante et 90°C.
- [0044] **-6-** Une étape d'exposition desdites feuilles 8, 9 placées dans le bain d'eau à des ultrasons,
- [0045] **-7-** Une étape d'évaporation du liquide,
- [0046] **-8-** Une étape de récupération d'une imprégnation catalytique sèche.
- [0047] Un procédé selon l'invention, permet de récupérer la totalité de l'imprégnation catalytique 11 d'une fraction 12 d'un catalyseur métallique 1, qui est représentative de l'ensemble du catalyseur métallique 1 à expertiser. Par pesée de la masse d'échantillon

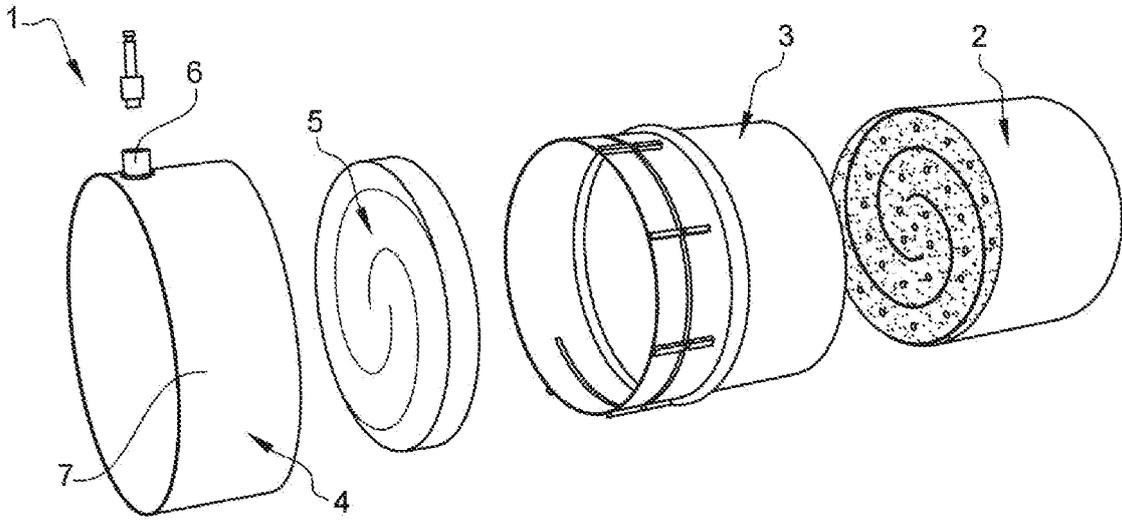
avant procédure et à la fin de la procédure, il est possible de déterminer la densité de l'imprégnation par unité de volume de substrat métallique 2 dans le catalyseur 1. L'imprégnation catalytique 11 décollée peut ainsi être utilisée dans plusieurs analyses post-mortem, pour une détermination de sa composition chimique, dont les métaux précieux.

Revendications

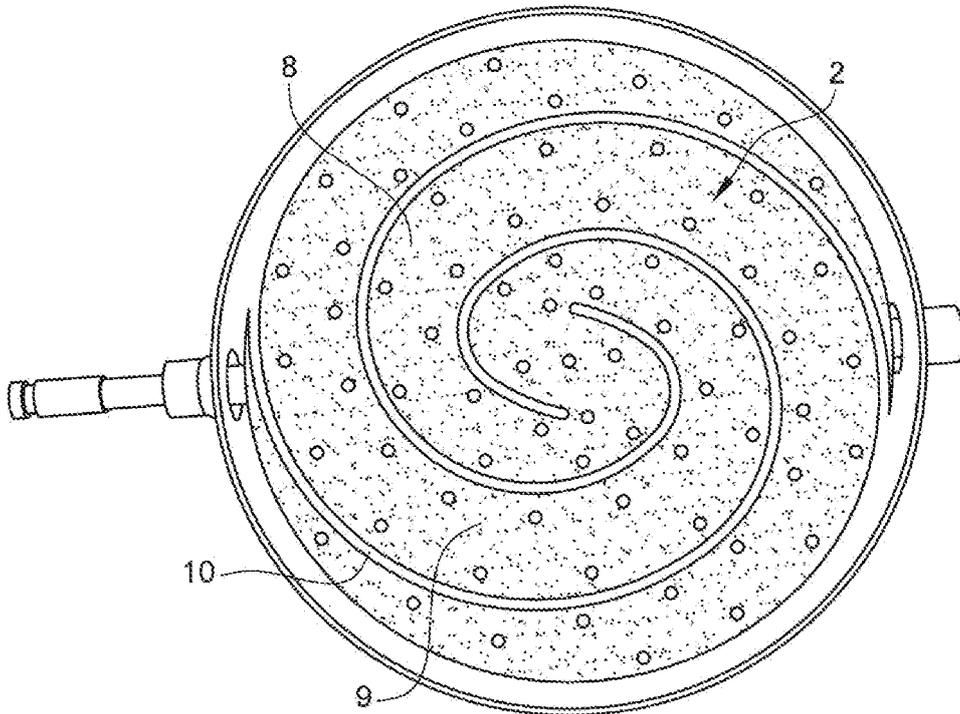
- [Revendication 1] Procédé d'analyse d'un catalyseur (1) de post-traitement de gaz d'échappement d'un moteur à combustion interne d'un véhicule, comprenant un substrat métallique (2) et une imprégnation catalytique (11) fixée audit substrat (2), caractérisé en ce qu'il comprend :
- Une étape de prélèvement d'une fraction (12) du substrat métallique (2) contenant de l'imprégnation catalytique (11), sur au moins une partie de la longueur totale dudit substrat (2),
 - Une étape d'insertion de la fraction (12) du catalyseur dans une enceinte portée à une température inférieure à 0°C, suivi d'une étape d'immersion de ladite fraction (12) dans un bain de liquide ayant une température supérieure ou égale à la température ambiante, dans le but de créer un choc thermique,
 - une étape d'exposition de la fraction (12) placée dans le bain de liquide à des ultrasons,
 - une étape de récupération de l'imprégnation catalytique (11) qui a été séparée de la structure métallique de la fraction (12) afin d'être analysée.
- [Revendication 2] Procédé d'analyse selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'étape de prélèvement de la fraction (12) du substrat métallique (2) s'effectue sur la totalité de la longueur dudit substrat (2).
- [Revendication 3] Procédé d'analyse selon l'une quelconque des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que l'enceinte portée à une température inférieure à 0°C est un bain d'azote liquide.
- [Revendication 4] Procédé d'analyse selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisée en ce que le bain de liquide est un bain d'eau désionisée ou déminéralisée.
- [Revendication 5] Procédé d'analyse selon la revendication 4, caractérisé en ce que le bain d'eau désionisée ou déminéralisée a une température comprise entre la température ambiante et 90°C.
- [Revendication 6] Procédé d'analyse selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce qu'il comprend une étape d'évaporation des différents liquides utilisés aux étapes précédentes pour récupérer une imprégnation catalytique (11) sèche.
- [Revendication 7] Procédé d'analyse selon les revendications 3 et 4, caractérisé en ce que le volume d'azote liquide et le volume d'eau désionisée ou déminéralisée sont chacun compris entre 2 et 10 fois le volume de la fraction

- (12) du substrat métallique (2) prélevée.
- [Revendication 8] Procédé d'analyse selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que les étapes de réalisation du choc thermique et d'exposition de la fraction (12) du substrat métallique (2) aux ultrasons sont répétées 5 à 20 fois.
- [Revendication 9] Procédé d'analyse selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, en supposant que le substrat métallique (2) soit constitué d'un empilement de plusieurs feuilles métalliques (8, 9) définissant des canaux internes (10), caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes :
- une étape d'effeuillage de la fraction (12) prélevée du substrat métallique (2) afin de séparer les feuilles métalliques (8, 9) constitutives de ladite fraction (12),
 - une étape d'immersion de ces feuilles (8, 9) dans un bain de liquide ayant une température supérieure ou égale à la température ambiante,
 - une étape d'exposition desdites feuilles (8, 9) placées dans le bain de liquide à des ultrasons,
 - une étape d'évaporation du liquide,
 - une étape de récupération d'une imprégnation catalytique (11) sèche.
- [Revendication 10] Procédé d'analyse selon la revendication 9, caractérisé en ce que le bain de liquide dans lequel sont immergées les feuilles (8, 9) est un bain d'eau désionisée ou déminéralisée.

[Fig. 1]

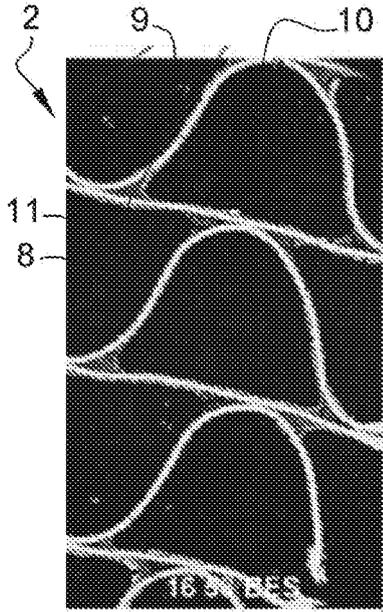
Fig. 1

[Fig. 2]

Fig. 2

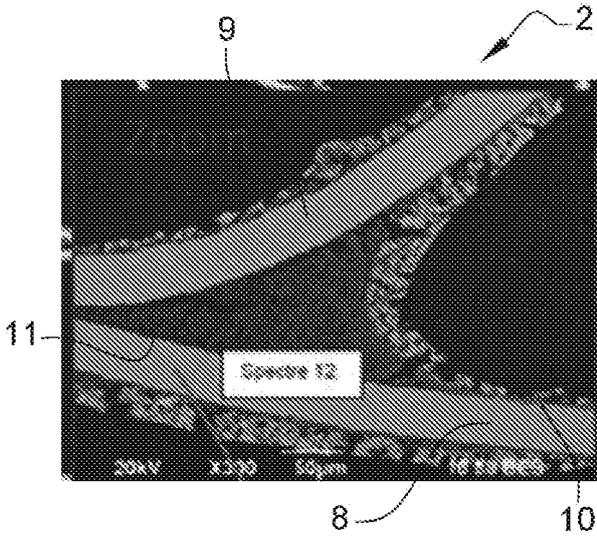
[Fig. 3]

Fig. 3



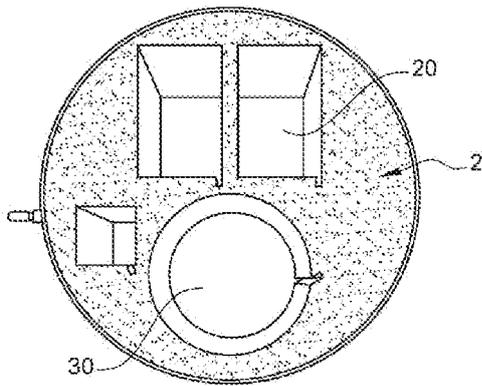
[Fig. 4]

Fig. 4



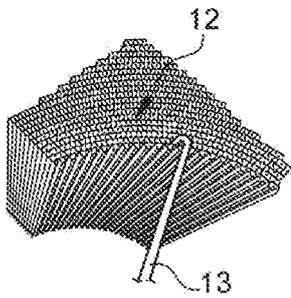
[Fig. 5]

Fig. 5



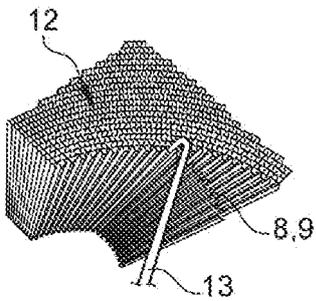
[Fig. 6]

Fig. 6



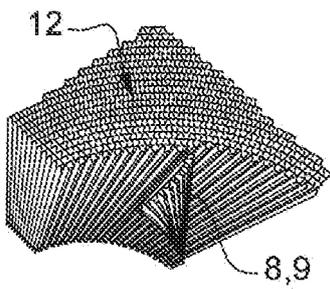
[Fig. 7]

Fig. 7



[Fig. 8]

Fig. 8



**RAPPORT DE RECHERCHE
PRÉLIMINAIRE**

N° d'enregistrement
national

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

FA 893508
FR 2105246

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
X	WO 2009/094732 A1 (G E CONSEILS SPRL [BE]; VARIABEL DANIEL [BE]; GIVRON FRANCIS [BE]) 6 août 2009 (2009-08-06) * Stage 4; page 8 * * Stage 5; page 11 * * revendications 1-19 * -----	1-10	C22B3/04
A	US 2014/301924 A1 (MORGAN CHRISTOPHER GOUGH [GB]) 9 octobre 2014 (2014-10-09) * le document en entier * -----	1-10	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC) C22B B01J B01D
A	US 2021/069691 A1 (BARTH BENJAMIN [DE] ET AL) 11 mars 2021 (2021-03-11) * le document en entier * -----	1-10	
A	US 8 512 657 B2 (ARNOLD LOUISE CLARE [GB]; BRISLEY ROBERT JAMES [GB] ET AL.) 20 août 2013 (2013-08-20) * le document en entier * -----	1-10	
A	US 2020/078768 A1 (PATCHETT JOSEPH A [US]) 12 mars 2020 (2020-03-12) * le document en entier * -----	1-10	
A	US 2006/094595 A1 (LABARGE WILLIAM J [US]) 4 mai 2006 (2006-05-04) * le document en entier * -----	1-10	
A	CN 107 405 571 A (BASF CORP) 28 novembre 2017 (2017-11-28) * le document en entier * -----	1-10	
A	US 2010/257843 A1 (HOKE JEFFREY B [US] ET AL) 14 octobre 2010 (2010-10-14) * le document en entier * -----	1-10	
		Date d'achèvement de la recherche 2 février 2022	Examineur Martinez Miró, M
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire			

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 2105246 FA 893508**

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.
Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du **02-02-2022**
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
WO 2009094732 A1	06-08-2009	AU 2009208314 A1	06-08-2009
		BE 1017974 A3	02-02-2010
		BR PI0907007 A2	24-09-2019
		CA 2712320 A1	06-08-2009
		CN 101932740 A	29-12-2010
		EP 2240614 A1	20-10-2010
		JP 2011510806 A	07-04-2011
		KR 20100111306 A	14-10-2010
		RU 2010134818 A	10-03-2012
		US 2011028306 A1	03-02-2011
		WO 2009094732 A1	06-08-2009
		ZA 201005445 B	28-04-2011
		US 2014301924 A1	09-10-2014
CN 105228730 A	06-01-2016		
CN 108868972 A	23-11-2018		
DE 102014104748 A1	09-10-2014		
DK 2981347 T3	30-03-2020		
EP 2981347 A1	10-02-2016		
EP 3662987 A1	10-06-2020		
GB 2512648 A	08-10-2014		
JP 6382939 B2	29-08-2018		
JP 6615956 B2	04-12-2019		
JP 2016519617 A	07-07-2016		
JP 2018199132 A	20-12-2018		
KR 20150140727 A	16-12-2015		
RU 2015147165 A	12-05-2017		
US 2014301924 A1	09-10-2014		
WO 2014162140 A1	09-10-2014		
US 2021069691 A1	11-03-2021	CN 111601659 A	28-08-2020
		DE 102018100834 A1	18-07-2019
		EP 3740312 A1	25-11-2020
		US 2021069691 A1	11-03-2021
		WO 2019141719 A1	25-07-2019
US 8512657 B2	20-08-2013	EP 2750783 A1	09-07-2014
		US 2012107203 A1	03-05-2012
		US 2013330259 A1	12-12-2013
		US 2015093300 A1	02-04-2015
		WO 2013030584 A1	07-03-2013
US 2020078768 A1	12-03-2020	BR 112019024074 A2	02-06-2020
		CA 3063514 A1	22-11-2018
		KR 20190142420 A	26-12-2019
		US 2020078768 A1	12-03-2020

EPO FORM P0465

Pour tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No.12/82

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 2105246 FA 893508**

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.
Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du **02-02-2022**
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
		WO 2018211406 A1	22-11-2018
US 2006094595 A1	04-05-2006	AUCUN	
CN 107405571 A	28-11-2017	BR 112017015038 A2	20-03-2018
		CA 2973955 A1	21-07-2016
		CN 107405571 A	28-11-2017
		EP 3244998 A1	22-11-2017
		JP 2018503511 A	08-02-2018
		KR 20170104560 A	15-09-2017
		RU 2017129078 A	18-02-2019
		US 2018008973 A1	11-01-2018
		US 2021008533 A1	14-01-2021
		WO 2016115451 A1	21-07-2016
US 2010257843 A1	14-10-2010	BR PI1015175 A2	19-04-2016
		CN 102387856 A	21-03-2012
		EP 2416877 A2	15-02-2012
		JP 5730282 B2	10-06-2015
		JP 2012523313 A	04-10-2012
		KR 20120014893 A	20-02-2012
		KR 20170045399 A	26-04-2017
		KR 20190073617 A	26-06-2019
		KR 20210013313 A	03-02-2021
		US 2010257843 A1	14-10-2010
		WO 2010118125 A2	14-10-2010