

Mise en œuvre des Matériaux-I - **Les Céramiques** -

Transformation des poudres

Partie 3: Rhéologie et granulation des dispersions

M. Stuer & P. Bowen



EPFL



Empa

Materials Science and Technology

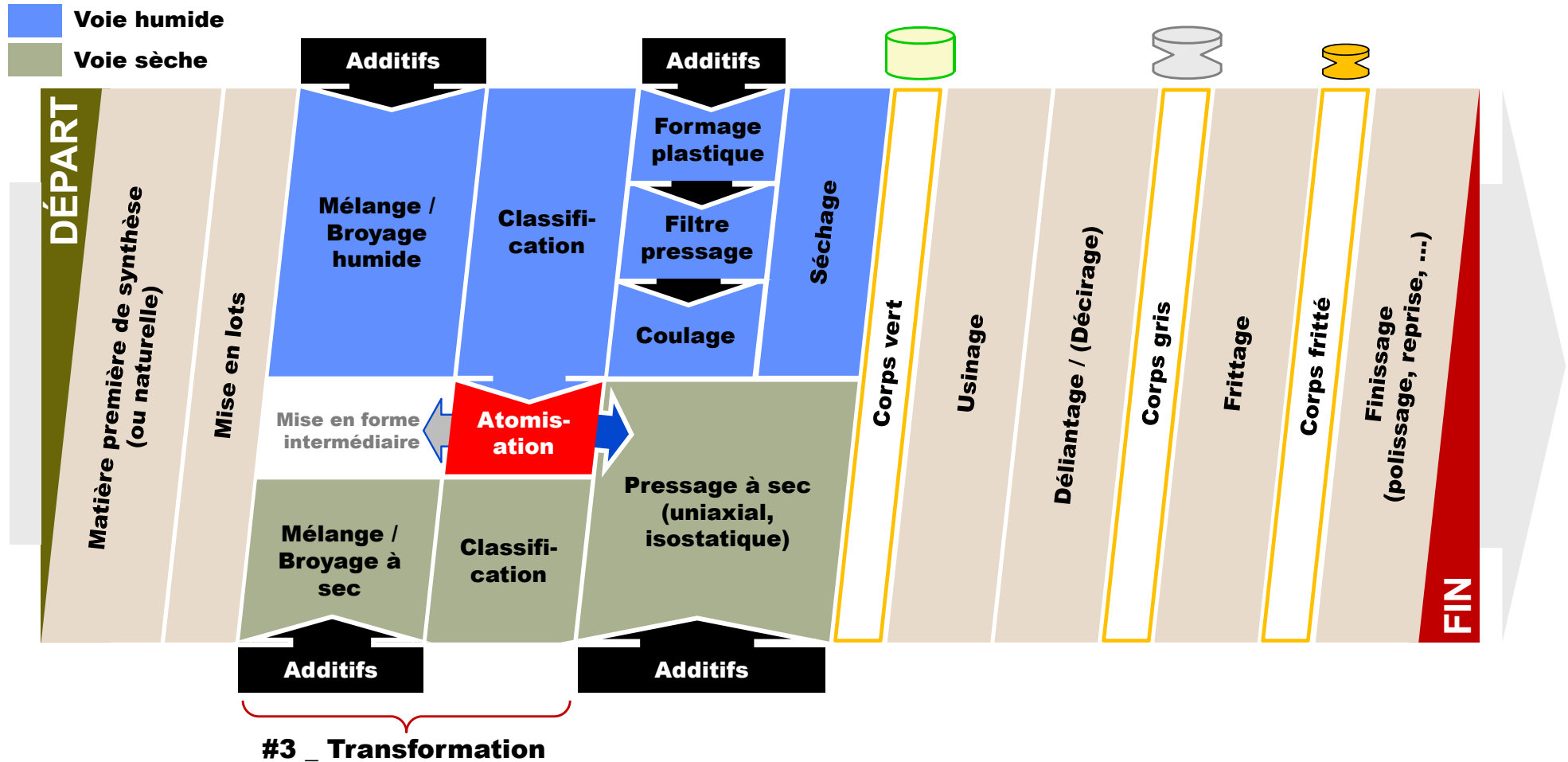
diapos effectives: **10**

(sans pages de gardes, questionnaires, ...)

Les cinq grands thèmes du cours



Flux de mise-en-œuvre des céramiques et chapitres du cours



Structure

Sommaire

*What's on the
- MENU -
today ?*



M. Stuer & P. Bowen

- ◆ Propriétés rhéologiques de suspensions
 - Définitions
 - Types de comportements rhéologiques (sélection)
 - Lien avec les forces interparticulaires
- ◆ Granulation des poudres
 - Motivations
 - L'atomisation par pulvérisation / par gélification
 - Types de buses de formation de gouttelettes courantes

Objectifs d'apprentissage:

- ◆ Comprendre le lien entre forces interparticulaires et propriétés rhéologiques des suspensions
- ◆ Comprendre les motivations et des exemples de techniques d'atomisation (= mise sous forme de granules) des poudres

06/12/2022

Rhéologie des suspensions

(importante pour l'atomisation et toutes autres techniques de mise en forme par voie humide)

M. Stuer & P. Bowen

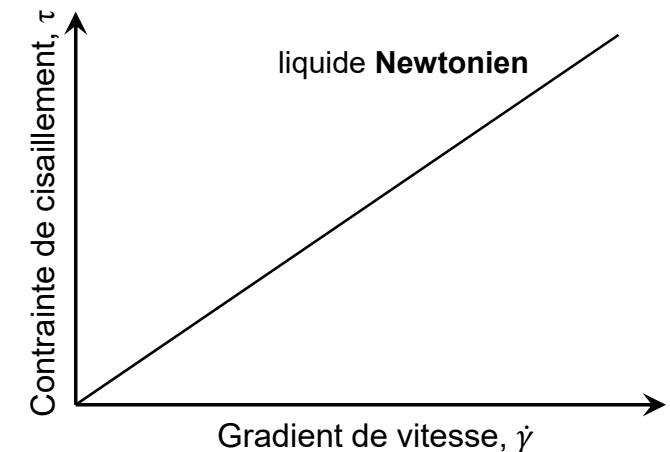


Propriétés rhéologiques: Notions de base

- ♦ La **rhéologie** est l'étude de la **déformation et** de l'**écoulement** de la matière
- ♦ Par **viscosité** on entend la **résistance** d'un liquide à **un taux de cisaillement** appliqué donné
- ♦ La viscosité dynamique η d'un fluide peut être décrite par:

$$\underbrace{\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}}}_{\text{viscosité dynamique}} \quad \text{avec} \quad \underbrace{\tau = \frac{F}{A}}_{\text{contrainte de cisaillement}} \quad \text{et} \quad \underbrace{\dot{\gamma} = -\frac{dv}{dy}}_{\text{taux de cisaillement (gradient de vitesse)}}$$

- ♦ Définition: Lorsque $\tau = \eta \cdot \dot{\gamma}$ est linéaire ($\rightarrow \eta =$ constante), le liquide est dit **Newtonien**
- ♦ Le **comportement rhéologique** des suspensions est **important** pour les opérations de **mise en forme** (p.ex. fabrication additive, coulage en barbotine ou en bande, ...)

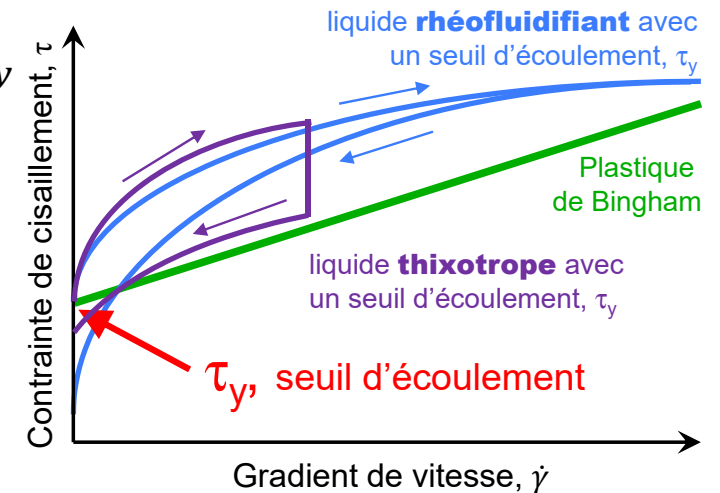


Propriétés rhéologiques: Le seuil d'écoulement

- ◆ Beaucoup de suspensions ne s'écoulent qu'après l'atteinte d'une contrainte dite **seuil d'écoulement** τ_y

→ C'est le cas pour des suspensions formant **un réseau attractif entre les particules** dû à des:

- liaisons chimiques
- forces de van der Waals
- forces électrostatiques

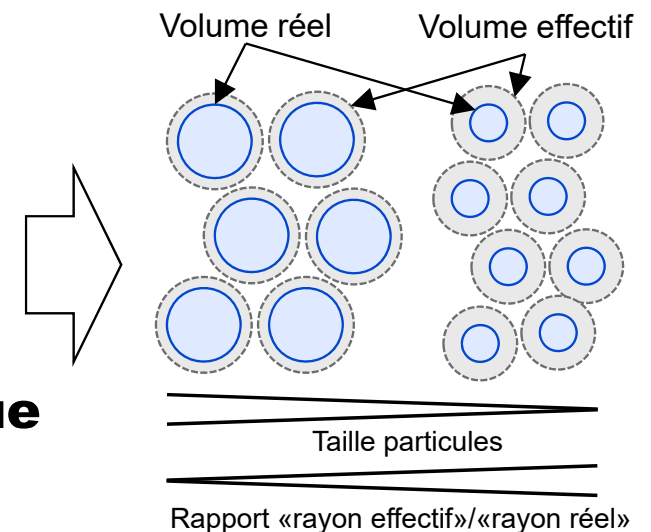


Définitions de types de comportement rhéologiques:

- ◆ **Plastique de Bingham:** La viscosité est constante **après** l'atteinte du **seuil d'écoulement** (p. ex. mayonnaise)
- ◆ **Rhéofluidifiant:** La **viscosité diminue** en augmentant le **taux de cisaillement** (peut être avec ou sans limite d'écoulement) (p. ex. ketchup)
- ◆ **Thixotrope:** La **viscosité diminue** en **fonction du temps** à un **taux de cisaillement constant** (p. ex. yaourt de bifidus) (peut être avec ou sans limite d'écoulement)

Facteurs principaux agissant sur la rhéologie des dispersions

- ♦ **Facteurs** principaux contrôlant le type de **comportement rhéologique** d'une dispersion:
 - la **fraction volumique** des particules
 - la **distribution** de taille des particules
 - la **morphologie** des particules
 - le type d'**additifs** polymériques dans le liquide dispersant
 - les **forces inter-particulaire**s (e.g. stabilité colloïdale)
- ♦ Il peut y avoir une grande **disparité** entre fraction volumique **effective et réelle**:
 - Les **agglomérats augmentent** la fraction **volumique effective**, car le liquide les infiltrant ne contribue pas au mouvement entre les particules/agglomérats
 - Plus les **particules** sont **fines**, plus le **rapport entre fraction volumique effective et réelle augmente** (en raison de la double couche et/ou la couche adsorbée)
- ♦ La **viscosité augmente** avec la **fraction volumique effective**!



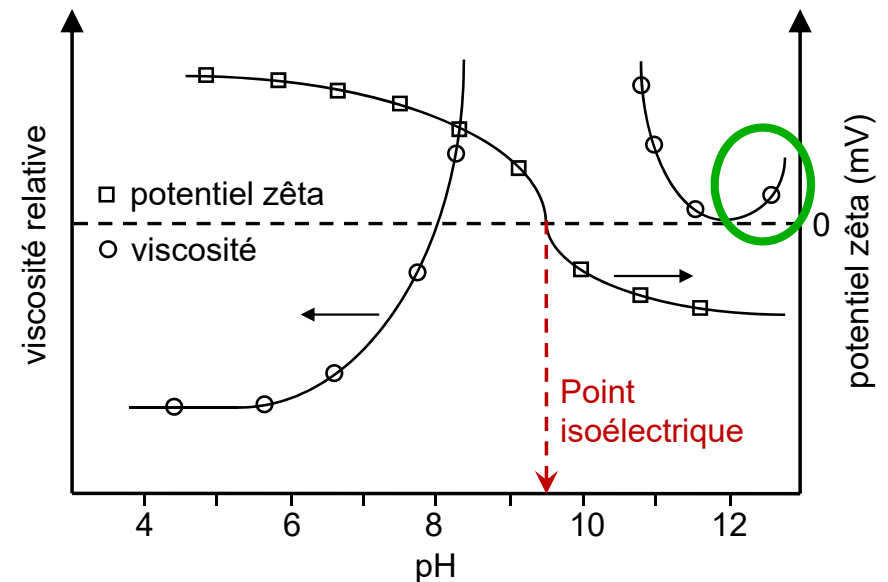
Effet du potentiel zêta sur les propriétés rhéologiques

♦ Évolution de la viscosité d'une suspension en fonction du pH (c.f. forces interparticulaires:

- **loin du point isoélectrique** (et à faible concentration ionique) la viscosité est **basse**
- **au point isoélectrique** la viscosité est **maximale**
- **à des pHs excessivement élevés ou bas**, la double couche commence à être compressée en raison de la **haute concentration ionique**
→ **La répulsion électrostatique diminue et donc la viscosité remonte**

N.B. aux pH extrêmes (acides ou basiques) la solubilisation (=dissolution) de la poudre peut avoir lieu, causant une augmentation de la force ionique...

Effet du pH/potentiel zêta sur l'évolution de la viscosité d'une suspension céramique



Voir aussi: <https://wiki.anton-paar.com/en/the-influence-of-particles-on-suspension-rheology/>

1. ...a plutôt tendance à diminuer lorsque les forces répulsives diminuent
2. ...a plutôt tendance à augmenter lorsque les forces répulsives diminuent
3. ...est indépendant des forces répulsives
4. ...est indépendante du pH

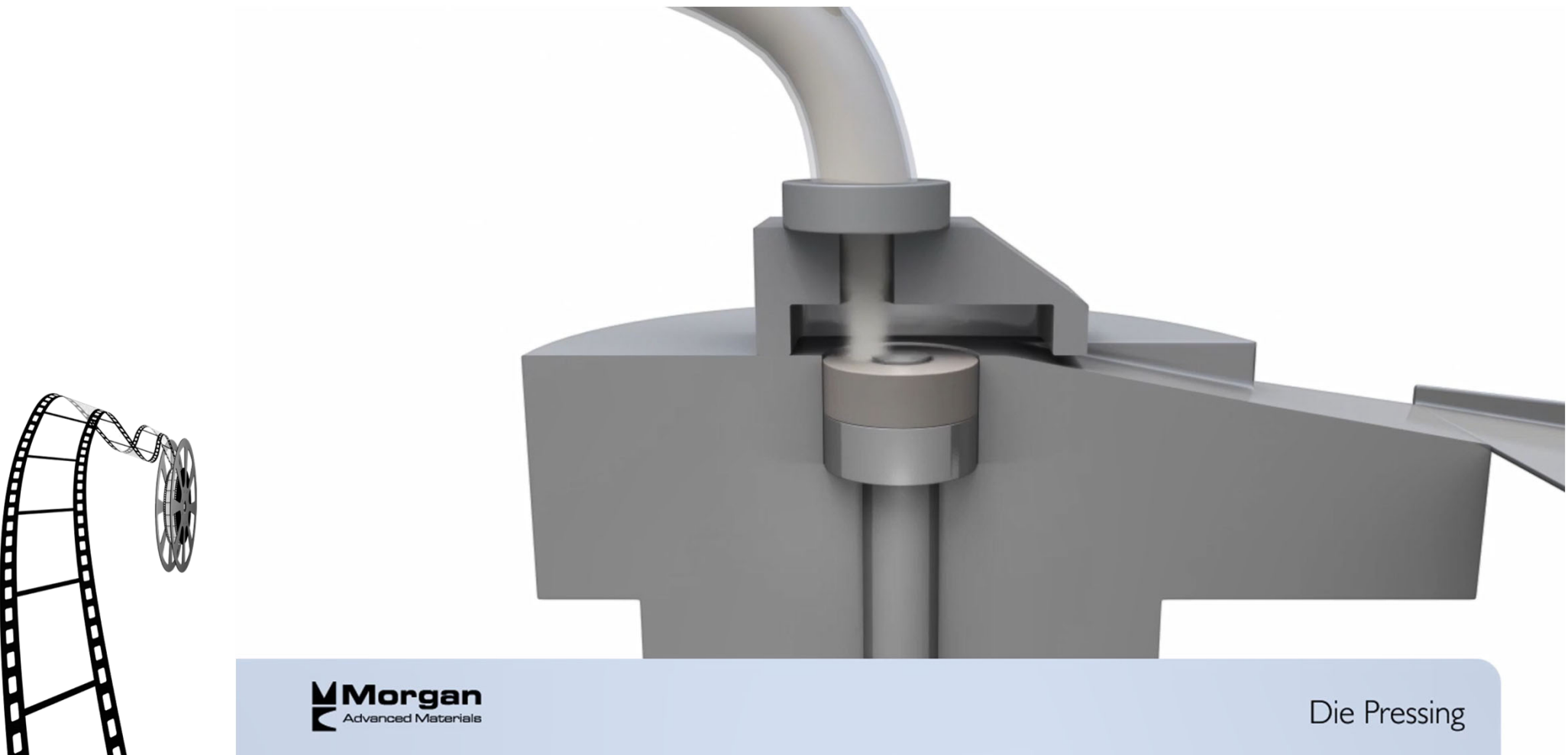
Granulation/atomisation des poudres

(à voir au TP)

M. Stuer & P. Bowen



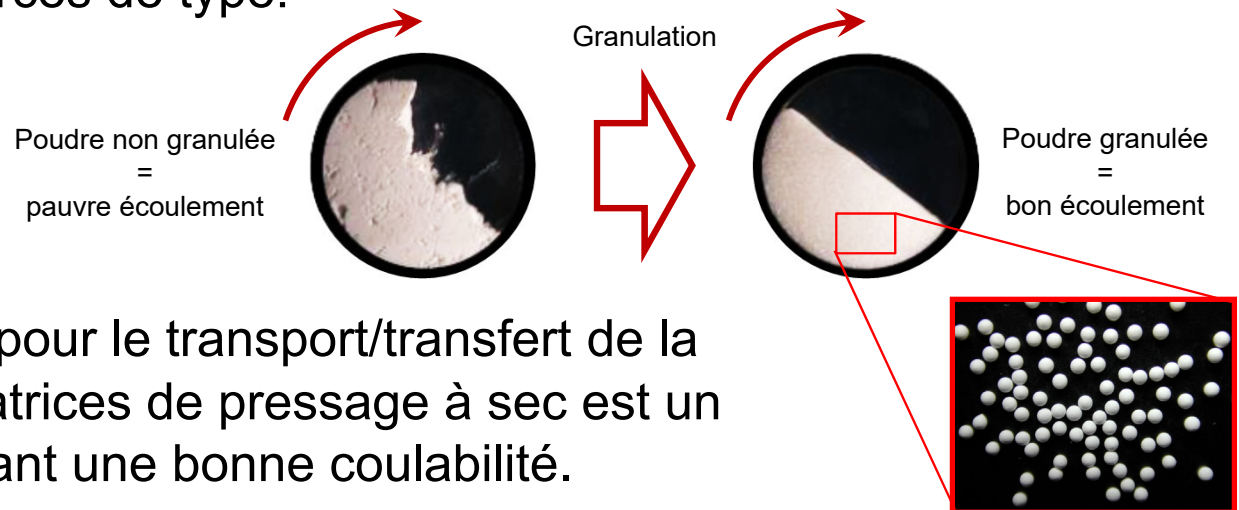
Pourquoi granuler les poudres ? Exemple du pressage à sec



Pourquoi granuler les poudres ?

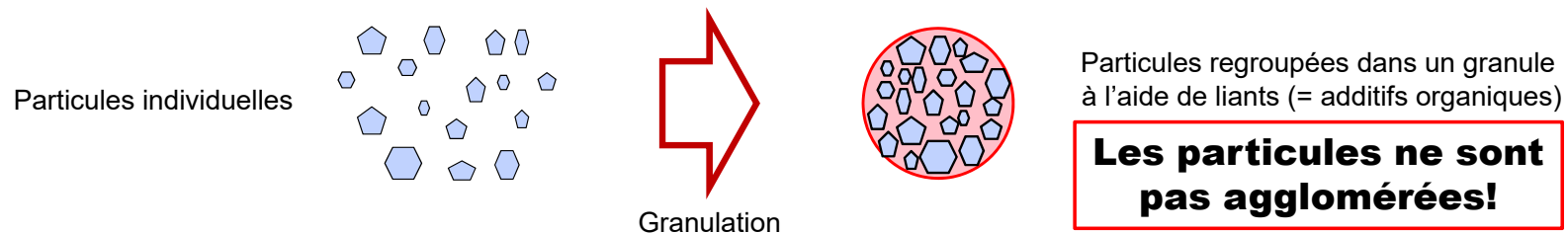
- ◆ Les **poudres sub- à micrométriques** sont **cohésives** (= ne s'écoulent pas librement) en raison des forces de type:

- van der Waals
- électrostatiques
- capillaires (pontage liquide)
- chimiques (pontage solide)



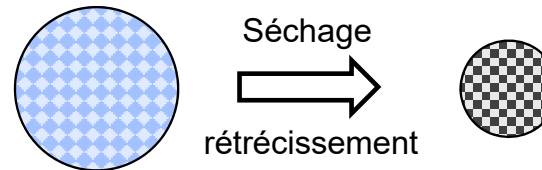
cela entraîne des **difficultés** pour le transport/transfert de la poudre. Le remplissage des matrices de pressage à sec est un exemple d'application nécessitant une bonne coulabilité.

- ◆ **Pour remédier** à cette problématique, les **poudres fines** sont généralement **granulées** (diamètres typiques: 25-500 μm)

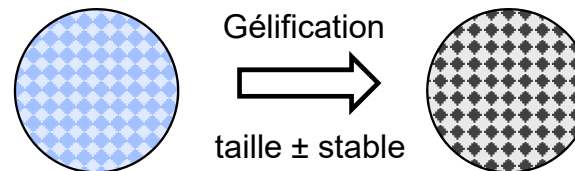


Généralités sur la granulation

- ♦ **Beaucoup de techniques** de granulation existent ayant tous une **gamme de taille des granules** réalisable
- ♦ Par la suite nous allons voir:
 - L'**atomisation par pulvérisation** est la méthode **la plus répandue** pour les poudres céramiques (à voir aussi en TP au semestre de printemps)



- ♦ Mail il existe aussi:
 - L'**atomisation par gélification**, technique ayant gagné récemment de plus en plus d'attention

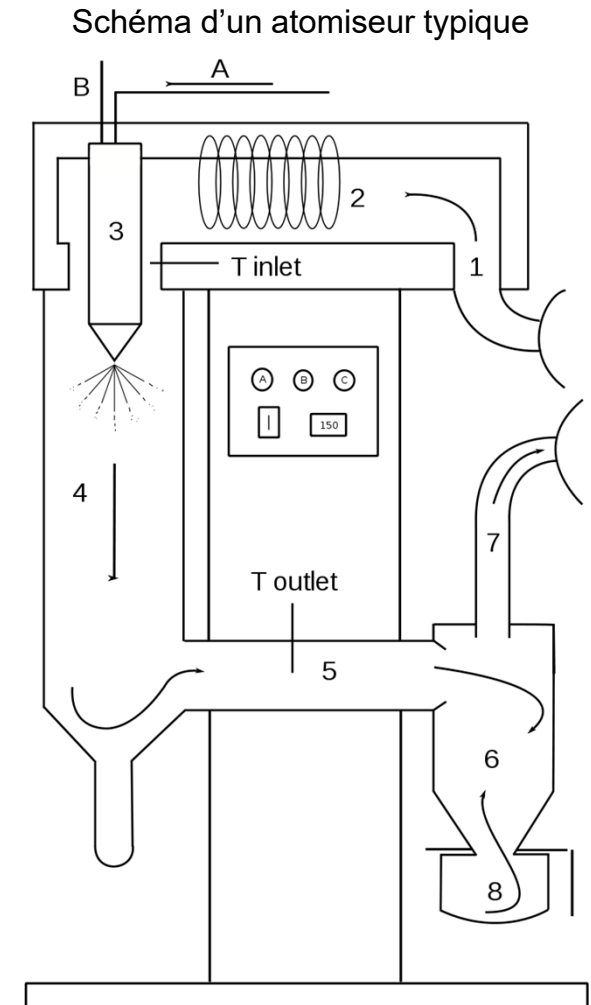


La gélification peut se faire de manière chimique (p. ex. alginates) ou physique (p. ex. gèle dans l'azote liquide)

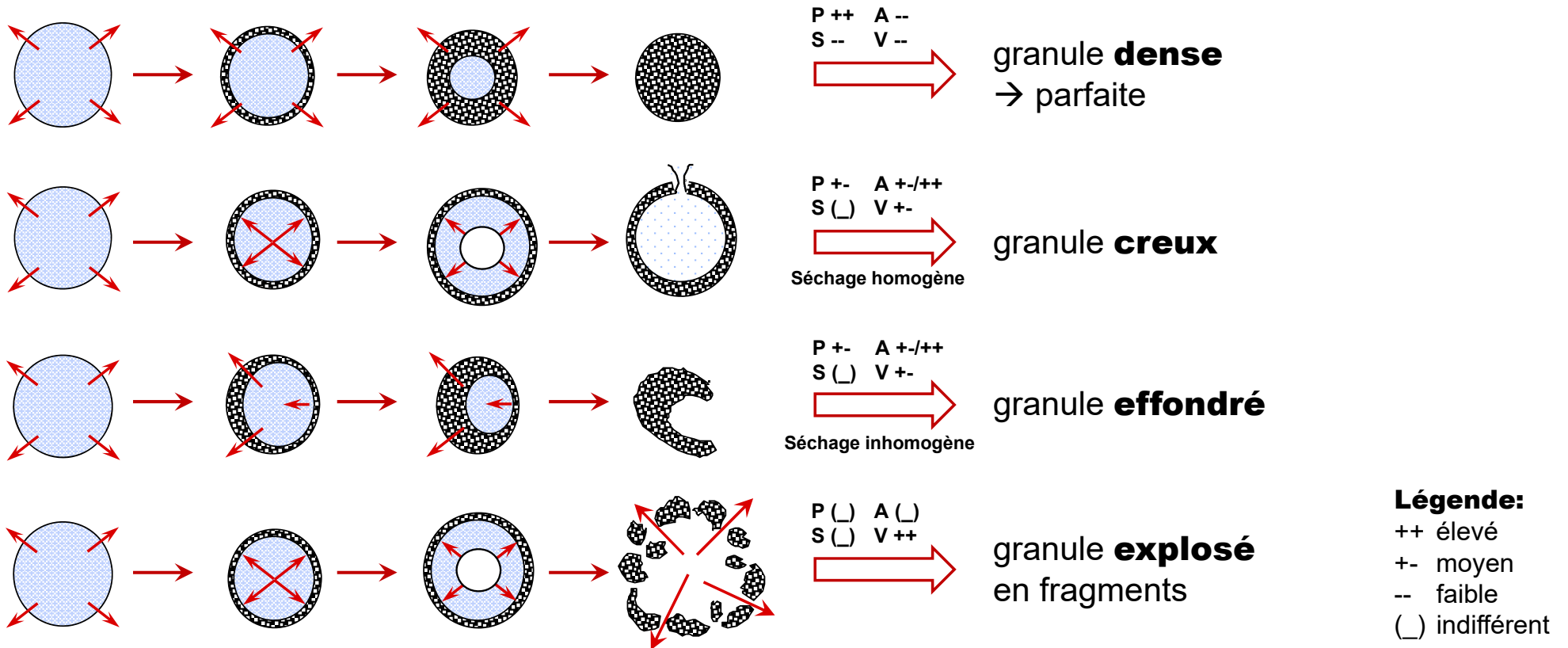
L'atomisation par pulvérisation

- ♦ **Principes** de l'atomisation par pulvérisation:
 - granules formés par **séchage** à température élevée de **gouttelettes de dispersion** en temps de vol
 - **additifs organiques** contrôlent les propriétés des granules (cohésion, déformabilité, ...) et évitent l'agglomération des poudres
- ♦ L'atomisation est **facilement combinée** avec un **classificateur à air**
- ♦ Elle est **largement utilisée** pour des **poudres insensibles** aux températures de séchage utilisées

- | | | |
|-----------------------------|--------------------------------|----------------------------------|
| 1. Entrée de l'air | 4. Atomisation du liquide | 7. Évacuation de la vapeur d'eau |
| 2. Chauffage de l'air | 5. Mélange poudre/vapeur d'eau | 8. Collection de la poudre |
| 3. Pulvérisateur de liquide | 6. Séparation des deux phases | |

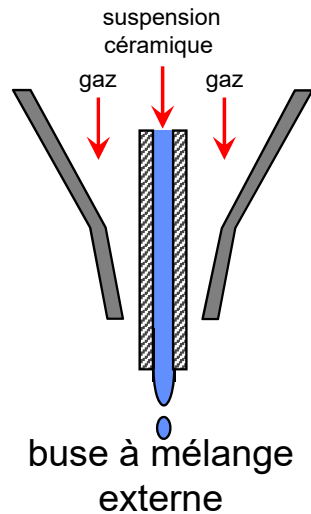


L'atomisation par pulvérisation et séchage des gouttelettes



L'évolution du séchage dépend de la *charge solide en poudres (P)*, des *additifs (A)*, de la *concentration en sels solubles (S)* et de la *vitesse de transfert de chaleur (V)*

Comment former les gouttelettes? Techniques courantes

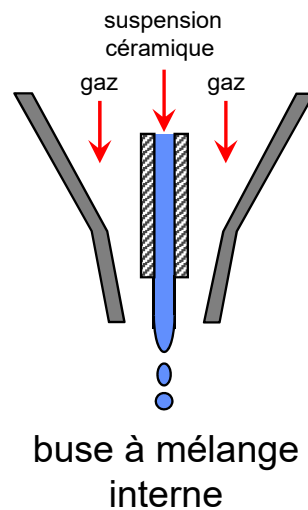


Avantages

- Quasi pas d'abrasion dans la buse
- Possibilité de tirer la suspension avec l'air comprimée sans pompe

Limitations

- Nécessite beaucoup d'air comprimée
- Peut s'obstruer

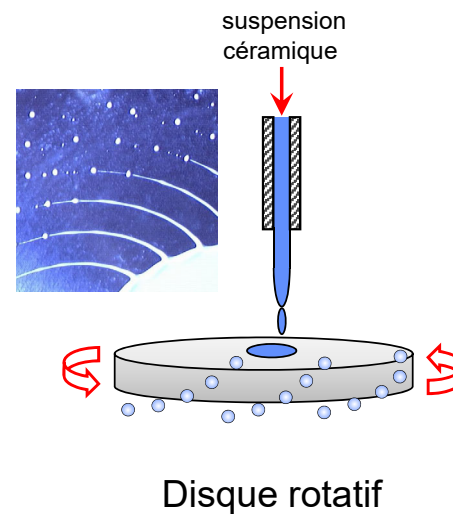


Avantages

- Convient aux dispersions à viscosité plus élevée
- Consommation d'air comprimée plus faible

Limitations

- Abrasion de la buse par les suspensions
- Peut s'obstruer

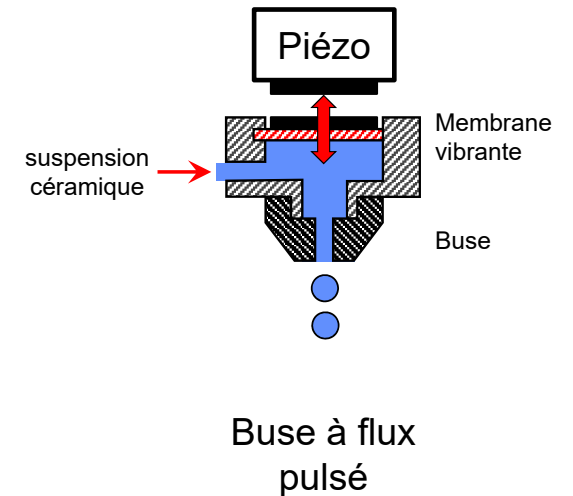


Avantages

- Ne peut pas s'obstruer
- Pas d'abrasion
- Compatible avec des dispersions à viscosité élevée

Limitations

- Faut connaître la viscosité et le flux pour dimensionner le disque correctement
- Il peut y avoir de l'égouttage



Avantages

- Distribution de taille des gouttelettes faible
- Contrôle de taille des gouttelettes par la taille de buse

Limitations

- Sensible au flux d'entrée
- Nécessite viscosités faibles
- Volume de production faible
- Peut s'obstruer

Acquis de formation et questions

What was on the
- MENU -
today ?



◆ Acquis

- Caractéristiques rhéologiques des suspensions de poudres céramiques
- Effet de la charge de surface des poudres sur la viscosité
- Granulation des poudres céramiques
 - Sélection de buses de pulvérisation courantes
 - Atomisation par pulvérisation
 - Atomisation par gélification

◆ Questions

- Quelles sont les différents types de comportement rhéologique possibles pour les suspensions céramiques ?
- Comment varie la rhéologie d'une suspension céramique en fonction du pH des solides ?
- Quelles sont les différents types de défauts que l'on peut trouver dans les granules produites par atomisation par pulvérisation ?