

## Suivi et optimisation d'un temps de broyage d'une poudre céramique à l'aide d'un granulomètre Laser



Note  
d'Application

PSA10

Nicolas Buton, HORIBA Scientific, 16 rue du Canal, 91160 Longjumeau, France

### Résumé :

Cette note d'application décrit le suivi et l'optimisation d'un broyage par granulométrie laser. Afin d'optimiser correctement les paramètres d'analyses, dont les indices de réfractions, une technique complémentaire, EDXRF a été utilisée pour cette mise au point.

### Mots Clés :

Granulométrie laser, céramique, broyage, EDXRF

## Introduction

La taille des particules ainsi que leur répartition granulométrique ont un impact direct sur les propriétés physiques et dynamiques des poudres. Ainsi, l'écoulement, la friabilité, la faculté à compacter ou comprimer un échantillon sont autant de paramètres liés à la granulométrie.

Lors de mélanges, il est donc souhaitable d'ajuster les différents composants en fonction de leur granulométrie. Un dosage optimisé de ces constituants permettra d'obtenir les propriétés recherchées.

Lors d'un broyage, la taille de particule évolue. En fonction du temps, les tailles des différents constituants diminuent. A partir d'un certain stade, la granulométrie se stabilise. L'énergie apportée lors du broyage peut aussi avoir un effet inverse, on assiste dans un premier temps à une réduction de taille puis, au delà d'une certaine durée, à une augmentation. Ce phénomène est dû en partie à un « sur- broyage ». Il est donc nécessaire de suivre la granulométrie de l'échantillon en fonction du temps de broyage.



Figure 1 : Aspect de la poudre après différents temps de broyage.

Dans le cas de nouvelles céramiques feldspathiques, la dispersion de cristaux de petite taille dans la matrice vitreuse permet une augmentation significative de la résistance du produit final. Le taux de porosité, obtenu par compactage, dépend de la distribution granulométrique. Ce taux a aussi un impact sur la résistance. Lors du procédé de frittage consistant en la consolidation d'agglomérats granulaires plus ou moins compacts, la taille initiale des constituants a un lien direct sur la qualité du matériaux.

## Méthodes, techniques et matériaux utilisés.

L'échantillon de départ se présente sous la forme de granulés. Lors de mesures réalisées avec la technique de diffraction laser, un paramètre physique de l'échantillon est nécessaire, c'est l'indice de réfraction. Cet indice est à créer ou à choisir à partir d'une bibliothèque intégrée au logiciel. L'utilisation de la technique d'EDXRF (fluorescence aux rayons X par dispersion d'énergie) permet de déterminer la nature des éléments présents dans un échantillon. La MESA-50 a permis de déterminer que l'échantillon broyé, utilisé lors de cette étude, est constitué à 90% de silice.

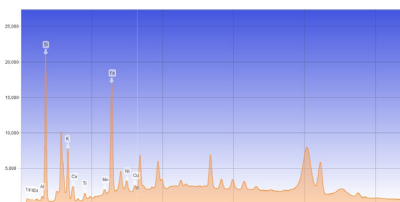


Figure 2 : Spectre obtenu avec la MESA-50 sur l'échantillon de poudre broyée



Le broyeur utilisé lors de ces essais est un broyeur à billes Mixer/Mill 8000M de Spex Sample Prep. Le godet utilisé ainsi que les billes sont en carbure de tungstène.



55mL Tungsten Carbide Vial

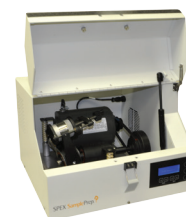


Figure 3 : Broyeur et godets.

Le granulomètre utilisé est le HORIBA LA-350, il permet l'analyse d'échantillons en voie liquide. L'échantillon est directement introduit

dans la cuve et la mesure s'effectue très simplement par la sélection d'un protocole intégré. Le protocole de mesure inclut les paramètres essentiels au déroulement d'une analyse, soit :

- L'indice de réfraction du matériau analysé (dans ce cas de figure, nous avons pris celui de la silice : 1.45 + 0.00i)
- La vitesse de pompe
- La durée de la mesure (acquisitions)
- Le temps / la puissance de sonification
- La plage de concentration optimale

L'analyse se réduit donc à la simple sélection du protocole comme présenté figure 4.

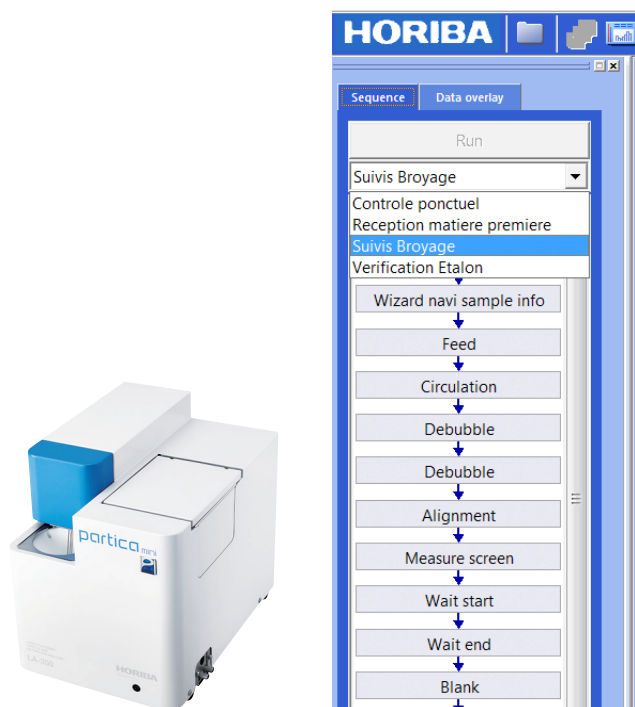


Figure 4 : LA-350 et logiciel avec protocole intégré.

## Résultats et discussions

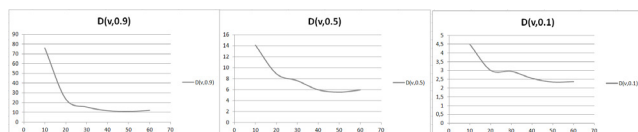


Figure 5 : Evolution des passants cumulés en fonction du temps de broyage.

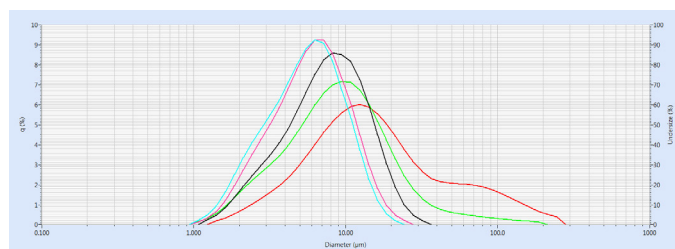
Le  $D(v,0,9)$  représente la fraction cumulée à 90%. A titre d'exemple un  $D(v,0,9) = 76 \mu\text{m}$  signifie que 90% du volume total des particules présente une taille inférieure à  $76 \mu\text{m}$ . Cet indicateur est utilisé pour suivre la teneur des particules de grandes tailles.

Le  $D(v,0,5)$  représente la fraction cumulée à 50%. Il correspond aussi à la taille médiane. A titre d'exemple un  $D(v,0,5) = 14 \mu\text{m}$  signifie que 50%

du volume total des particules présente une taille inférieure à  $14 \mu\text{m}$ . Le  $D(v,0,1)$  représente la fraction cumulée à 10%. A titre d'exemple un  $D(v,0,1) = 4 \mu\text{m}$  signifie que 10% du volume total des particules présente une taille inférieure à  $4 \mu\text{m}$ . Cet indicateur est utilisé pour suivre la teneur en particules fines.

L'analyse de ces passants à 10 %, 50 et 90 % montre une diminution de la taille jusqu'à 50 minutes de broyage. Au-delà de cette durée, les passants augmentent, signe d'un éventuel « sur-broyage ».

L'efficacité maximale de broyage se situe donc à une durée de 50 minutes.



Data name	Graph type	D(v,0.1)	D(v,0.5)	D(v,0.9)
10 minutes	Red	4.49236 (μm)	14.08154 (μm)	76.23254 (μm)
20 minutes	Green	3.01035 (μm)	8.89452 (μm)	23.83896 (μm)
30 minutes	Black	2.95172 (μm)	7.62992 (μm)	15.63203 (μm)
40 minutes	Pink	2.55427 (μm)	5.97344 (μm)	11.86615 (μm)
50 minutes	Cyan	2.34080 (μm)	5.55720 (μm)	10.96590 (μm)

Figure 6 : Evolution la répartition granulométrique, et passants en fonction du temps de broyage.

Dans cet exemple, la taille médiane  $D(v,0,5)$  passe de  $14 \mu\text{m}$  à  $5,5 \mu\text{m}$ . La fraction volumique à 90 %, appelée  $D(v,0,9)$  diminue aussi. Ceci correspond bien à une réduction de taille en fonction du temps de broyage.

Ces différents tests ont permis de déterminer les paramètres de broyage pour obtenir une poudre présentant la granulométrie la plus fine, pour l'obtention d'un frittage de qualité.

## Conclusion

Le granulomètre LA-350 se trouve donc être l'outil incontournable pour quantifier et suivre l'évolution d'un broyage. Sa simplicité de mise en œuvre, par l'utilisation de protocoles déjà établis, permet d'obtenir rapidement un résultat fiable en limitant au maximum les erreurs de configuration. Le phénomène de sur broyage ainsi que l'optimisation du temps de broyage peuvent ainsi être déterminés de façon précise.