

SEANCE D'EXERCICES 7 (pages 169 – 256) - corrigé

1. Quelles sont les différents types de comportement rhéologique possibles pour les suspensions céramiques ?

Solution

Les suspensions céramiques peuvent être soit Newtonien (la viscosité est constante, le taux de cisaillement varie linéairement avec la contrainte de cisaillement), soit rhéofluidifiant (la viscosité diminue avec $\dot{\gamma}$) ou enfin rhéoépaississants (la viscosité augmente avec $\dot{\gamma}$). La plupart des suspensions ont des comportements complexes, mais on peut dire que les suspensions agglomérées sont en général rhéofluidifiantes et possèdent un seuil d'écoulement (en deçà duquel elles ne s'écoulent pas), de même que les suspensions bien dispersées ont normalement un comportement Newtonien.

2. Comment varie la rhéologie d'une suspension céramique en fonction du pH et de la fraction volumique des solides? Pourquoi ?

Solution

Voir Figure 2.67 et 2.68 (p187 Céramiques et Verres, traité des matériaux)

En fonction de la fraction volumique de solide, la rhéologie d'une suspension varie de telle sorte que la viscosité relative est une loi de puissance. Pour $\Phi < 2\%$, la relation est linéaire (loi d'Einstein), puis les effets de la double couche augmentent et à une certaine fraction (0,63 pour les bas taux de cisaillement) il y a même divergence : il y a un empilement aléatoire compact des particules mais à haute cisaillement on peut avoir un certain degré de ordre.

En fonction du pH : autour du point isoélectrique, l'intensité des forces interparticulaires attractives augmente, ce qui nécessite des taux de cisaillement plus élevés, donc la viscosité relative diverge. Loin du point isoélectrique, la répulsion électrostatique est suffisante pour avoir des basses viscosités relatives. A des pH externes, compression de la double couche à cause de la haute concentration en électrolytes encore augment la viscosité (attention réactivité, dissolution des poudres...).

3. Quelle est l'effet d'agglomération sur la rhéologie d'une suspension ?

Solution

Effet d'agglomération sur la rhéologie d'une suspension.

Augmentation c.f. bien dispersé – à cause d'augmentation de volume effectif – une certaine quantité de liquide est perdu dans les pores l'agglomérat. La suspension se comporte de façon rhéofluidifiante si on peut casser les agglomérats sous contrainte.

4. Quels sont les différents mécanismes de mélange possibles ?

Solution

Il y a trois principaux mécanismes de base pour le mélange :

- la diffusion
- la convection
- le cisaillement

En réalité, c'est un peu des trois ou souvent l'un des mécanismes prédomine pour un type de mélangeur

5. Quel type de mélangeur est bien adapté pour i) des poudres sèches ii) des suspensions iii) des pâtes ?

Solution

Les mélangeurs à diffusion prédominante ou à cisaillement (au tambour, à double cône, mouvement aléatoire) sont utilisés pour des poudres sèches.

Pour les pâtes, le meilleur mélangeur est l'extrudeuse à vis (cisaillement dominant).

Pour les suspensions, tous les mélangeurs à convection : à pale, à mortier, à hélices et à vis sont conseillés et même agitateurs avec billes.

6. Quelles sont les différents types de défauts que l'on peut trouver dans les granules produites par atomisation ?

Solution

Différents types de défauts dans granules produites par atomisation :

-Granules pas assez denses

-Formation d'un croûte rigide à la surface (lorsque suspension possède une fraction volumique en solide plus basse et une teneur en additifs plus élevées).

-Gonflement de la goutte du à une augmentation de la pression interne de la goutte quand excès d'une quantité d'additifs organiques.

-Granules creux : lorsque pression → contrainte critique, la croûte se rompt.

-Formation d'une sphère creuse avec une dépression : surface ne sèche pas de manière homogène, le côté chaud avec croûte épaisse et le côté froid avec une croûte fine. Le liquide migrera vers coté chaud et le côté froid sera entraîné par ce front de diffusion.

Explosion de la gouttelette : air trop chaud, expansion du liquide devenant gaz.

7. Quelle est la méthode préférée de mise en forme pour fabriquer les pièces suivantes et pourquoi est la méthode mieux adaptée que d'autres?

- une pièce sphérique (par exemple une prothèse de hanche)
- un condensateur multicouche (par exemple - céramique titanate de baryum)
- une tasse ou un lavabo (en porcelaine)
- une siège de robinet (en alumine forme géométrique simple)
- une mélangeur statique (forme très complexe)
- une brique rouge

Solution

Méthode préférée de mise en forme pour fabriquer :

-une pièce sphérique : pressage isostatique à froid

- un condensateur multicouche : coulage en bande
- une tasse ou un lavabo : coulage en barbotine
- un siège de robinet : pressage uni-axiale
- un mélangeur statique : moulage par injection (ou déposition par couches assistées par ordinateur)
- brique rouge : extrusion

8. Quel est l'inconvénient d'une suspension coagulée ou floculée pour la mise en forme d'un corps cru par une voie humide? Pourriez-vous trouver un cas où ça peut être avantageux?

Solution

Un problème est que les agrégats sédimentent plus vite, ce qui peut rendre difficile la mise en œuvre. De plus, la porosité dans le corps crus est augmentée avec une porosité dans l'agglomérat. Mais la floculation ou la coagulation permettent de limiter la ségrégation en taille (et/ou composition dans une mélange) de particules. Les pores créés sont aussi plus interconnectés, ce qui facilite la filtration et rendre le filtre pressage plus rapide.

9. Quel type de loi en fonction du temps, l'épaisseur d'une pièce en coulage en barbotine ou filtre-pressage suit-elle? Quelles sont les conséquences pratiques ? Combien de temps est-il nécessaire pour former une épaisseur de 5 et 10 mm d'une barbotine d'alumine par filtre-pressage avec une surpression de 10 bar ($K_p = 3 \cdot 10^{-16} \text{ m}^2$, $d_{sv} = 0.3 \text{ } \mu\text{m}$, $v_1 = 0.64$, $v_0 = 0.3$, $\eta = 3 \text{ mPa}\cdot\text{s}$)

Solution

L'épaisseur de la couche consolidée en coulage en barbotine ou filtre pressage suit une loi parabolique:

$$d = \sqrt{\frac{2K_p \cdot P \cdot t}{\left(\frac{v_1}{v_0} - 1\right)}} \quad \text{avec } K_p = 3 \cdot 10^{-16} \text{ m}^2, \text{ perméabilité de la couche consolidée}$$

$P = 10^6 \text{ Pa}$, pression hydrostatique

$$\rightarrow t = \frac{d^2 \eta}{2K_p \cdot P \left(\frac{v_1}{v_0} - 1\right)} \quad \eta = 3 \cdot 10^{-3} \text{ Pas}$$

$t(d=5\text{mm}) = 110 \text{ secs}$

$V_1 = 0.64$ fraction volumique de solide dans la couche

$t(d=10\text{mm}) = 440 \text{ secs}$

$V_0 = 0.3$ fraction volumique de solide dans la suspension

Le temps dépendant du carré de la couche consolidée, le temps de fabrication augmente nettement avec cette épaisseur, donc il y a une limite de l'épaisseur qui est acceptable en pratique.

10. Quel type de poudre commerciale utilisons-nous pour un pressage à sec dans l'industrie? Comment sont-elles, ces poudres, produites?

Solution

Les poudres utilisées pour le pressage pour le pressage à sec sont toujours granulées ($d_{v50}=50-300\mu\text{m}$) normalement par la voie de l'atomisation. Cela assure une bonne coulabilité de la poudre et un bon remplissage de la matrice.

11. Quelles sont les étapes de la fabrication d'une pièce en céramique après la mise en forme et avant le frittage? Quels sont les problèmes que l'on peut rencontrer dans ces étapes et comment les éviter?

Solution

Il y a deux étapes :

Le séchage :

Le retrait de la pièce dû à l'élimination du liquide au travers des pores de la pièce peut entraîner des contraintes si ce n'est pas fait d'une façon homogène et contrôlé. Ceci peut créer un gradient de pression et donc des contraintes internes qui peuvent provoquer des fissures après le point critique quand la ménisque du liquide pénètre dans le corps cru. Pour éviter il faut minimiser les gradients –avec un séchage lent (température pas trop élevées ou dans une atmosphère avec une humidité relative élevée $> 60\%$).

Le déliantage :

-pyrolytique : il faut faire attention à ne pas être en atmosphère oxydante si la céramique n'est pas un oxyde. Les résidus des polymères utilisés doivent aussi être bien évacués. Si des pores fermés contiennent encore des résidus lors du frittage, la pression des gaz peut gonfler et fissurer la pièce dans le cycle de frittage.

La cinétique d'évaporation ou de décomposition ne doit pas excéder la vitesse de diffusion des espèces s'échappant de la céramique sinon des gradients de pression apparaissent et la pièce verte peut se fissurer.

-par écoulement capillaire (pour des liants à base de cire). Les particules vont se réarranger ce qui peut induire un affaissement de la pièce.

-par extraction par solvant : il faut que tous les liants soient solubles dans ce solvant.