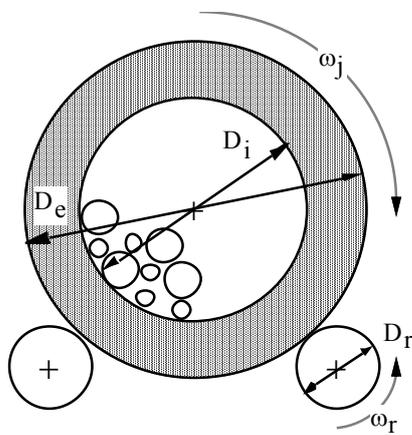


i) Principes de fonctionnement

Cette partie a pour objectif de présenter les règles nécessaires à une bonne pratique du broyage en jarre de poudres céramiques à l'aide de billes. Les règles proposées ci-dessous permettent de maximiser l'efficacité du procédé de broyage à billes, c'est-à-dire d'obtenir la finesse de particules souhaitée en un minimum de temps (donc un minimum d'énergie consommée), avec un minimum d'usure de la jarre et des billes de broyage représentant ainsi une contamination minimale de la poudre broyée⁹. Le broyage à billes consiste à charger une jarre avec l'échantillon à broyer et les billes et la faire tourner autour de son axe à une certaine vitesse. La rotation de la jarre s'effectue généralement à l'aide d'une machine à rouleaux (Figure 2). L'échantillon peut se broyer sous forme sèche ou dispersée dans un solvant approprié (par ex. dans l'eau ou dans l'alcool). La dispersion peut également contenir certains adjuvants (comme un dispersant ou un anti-mousse).



Paramètres du procédé

- le volume de la jarre
- les diamètres intérieur et extérieur de la jarre
- le volume total de billes de broyage
- le(s) diamètre(s) des billes de broyage
- le volume de matière à broyer
- la vitesse de rotation de la jarre
- la durée du broyage

Figure 2. Principe de fonctionnement du broyeur à jarre.

- D_r : diamètre du rouleau entraîneur (m)
- ω_r : vitesse de rotation du rouleau (rpm)
- D_e : diamètre extérieur de la jarre de broyage (m)
- D_i : diamètre intérieur de la jarre (m)
- ω_j : vitesse de rotation de la jarre (rpm)

ii) Vitesse de rotation

Pour une jarre de diamètre intérieur D_i , il existe une **vitesse de rotation critique** au delà de laquelle le contenu du récipient reste coller à la paroi sous l'effet de l'accélération centrifuge. Cette vitesse critique est donnée par l'équation [1].

$$\omega_c = \frac{42.3}{\sqrt{D_i}} \quad [1]$$

- où
- ω_c est la vitesse de rotation critique (rpm)
 - D_i est le diamètre intérieur de la jarre de broyage (m).

Afin d'optimiser le broyage, il est recommandé d'utiliser une vitesse de rotation d'environ **60-65% de la vitesse critique**. Cette vitesse est appelée **vitesse de rotation nominale**, ω_n , ($\omega_n = 0.60 \omega_c$). Pour une jarre de diamètre intérieur D_i , elle s'écrit selon l'équation [2].

$$\omega_n = \frac{25.4}{\sqrt{D_i}} \quad [2]$$

Si les **dimensions de la jarre et des rouleaux sont connues**, la vitesse de rotation du rouleau d'entraînement, ω_r , sera déterminée à l'aide de l'équation [3].

$$\omega_r = \frac{25.4 \cdot D_e}{D_r \cdot \sqrt{D_i}} \quad [3]$$

Les diamètres sont exprimés en mètres et la vitesse de rotation en tours par minute.

Dans la cas d'une jarre possédant une paroi assez mince ($D_i \cong D_e$), l'équation [3] se réduit à :

$$\omega_r = \frac{25.4 \cdot \sqrt{D_e}}{D_r} \quad [4]$$

iii) *Choix des billes de broyage*

Afin de minimiser la contamination, il faut choisir une jarre et des billes fabriquées dans un matériau tenace et plus dur que l'échantillon à broyer. L'alumine et la zircone stabilisée (nettement plus chère) sont couramment utilisées pour la fabrication de jarre et de billes.

Le diamètre moyen des billes de broyage doit être adapté à la dimension des particules à broyer. Plus les particules sont fines, plus le diamètre des billes à utiliser sera petit. Pour une poudre céramique courante, le diamètre des billes choisi sera de l'ordre du centimètre.

L'efficacité du broyage est optimale lorsqu'on utilise un mélange de billes de **trois diamètres différents (5,10 et 20mm)**. Le rapport des diamètres des billes est de 1:2:4. Le volume total de billes, vide y compris, représentera environ 50-60% du volume intérieur de la jarre. Les billes de tailles différentes sont réparties selon les proportions suivantes, exprimée en pourcentage massique : 25% de petites, 50% de moyennes et 25% de grosses.

iv) *Volume de matière à broyer*

Afin de limiter l'usure des billes, la charge à broyer doit **recouvrir totalement la charge de billes**. En général, elle représentera un volume correspondant à environ **25%** du volume de la jarre.

Si la charge à broyer est une **poudre sèche**, le volume des billes sera ajusté **après quelques minutes** de broyage ou vibration. Le broyage réduit la taille des particules ainsi que le volume du vide entre particules, il est donc nécessaire de contrôler périodiquement si le volume de poudre est suffisant pour recouvrir toutes les billes. Si cela n'est plus le cas, il est nécessaire de retirer l'excès de billes afin de limiter au maximum la contamination de la poudre.

Après avoir calculé les paramètres du broyage, la poudre d'alumine à broyer, la jarre et les billes seront pesées. Puis le broyage sera effectué pendant 2 heures. A la fin du broyage, la poudre sera récupérée et sa granulométrie caractérisée à l'aide du Malvern Mastersizer (granulomètre à diffraction laser). Finalement, la jarre et les billes seront nettoyée et pesées afin de déterminer le taux de perte pour mesurer le taux d'usure au cours du broyage.

Matériel nécessaire pour le broyage

- Poudres d'alumine
- Jarre de broyage, billes de broyage, machine à rouleaux
- Résultats des distributions des tailles (avant et après broyage)
- Broyeur à mortier, balance d'une précision à 0.01g, spatules, pelles
- Solutions de surfactant prêtes à l'emploi
 - 1 pissette d'eau déminéralisée