

Elaboration de céramiques macroporeuses par consolidation de granules atomisés

G. Jean¹, V. Sciamanna¹, M. Gonon¹, M. Demuyne², F. Cambier²

¹UMons - Faculté Polytechnique de Mons, Service de Science des Matériaux, 56, rue de l'Épargne, 7000 Mons (Belgium)

²Belgian Ceramic Research Centre, 4, avenue du gouverneur Cornez, 7000 Mons (Belgium)

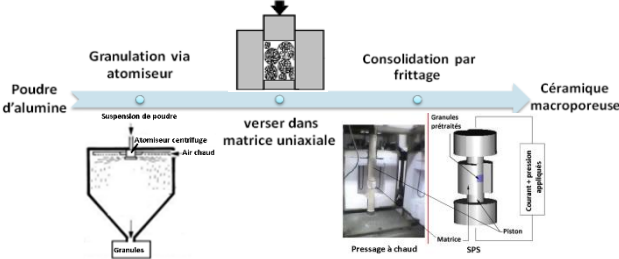
Introduction

De par leurs excellentes propriétés (stabilité thermique élevée, résistance élevée à la corrosion et à l'usure, possibilité de fonctionnaliser les surfaces, etc.) les céramiques poreuses sont utilisées dans de nombreux domaines d'application: le transfert et le mélange de fluides, la filtration de métal fondu et de gaz chaud, les implants osseux, etc.

L'objectif de cette recherche est de développer une nouvelle méthode pour l'élaboration de céramiques macroporeuses caractérisées par une porosité fortement interconnectée pour des applications dans le domaine du mélange de liquides. Le procédé d'élaboration du matériau doit être suffisamment flexible afin de permettre de faire varier dans une large mesure le taux de porosité (idéalement de 30 à 80 %). Il doit également permettre une certaine flexibilité au niveau de la taille des pores (diamètres entre 30µm et 80µm) et de la distribution des pores (mono- ou multimodale). Les critères en terme de distribution en taille de pores sont fonction des conditions d'emploi du matériau (pression en service, perte de charge, viscosité des fluides).

Technique d'élaboration

Nos céramiques macroporeuses sont obtenues à partir d'un empilement de granules céramiques qui est ensuite consolidé par frittage. Ce frittage doit permettre la formation de ponts au niveau des points de contact entre les granules tout en minimisant la densification du matériau.

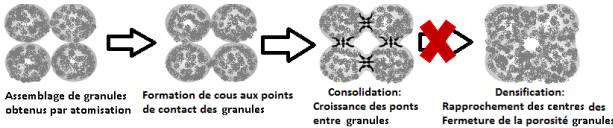


Méthodes de frittage (T > 0,5 T_{fusion})

La consolidation des matériaux a été réalisée par pressage à chaud (HP) et par Spark Plasma Sintering (SPS).

Force motrice du frittage : réduction des énergies de surface des particules liées à la diminution de leur interface solide/vapeur.

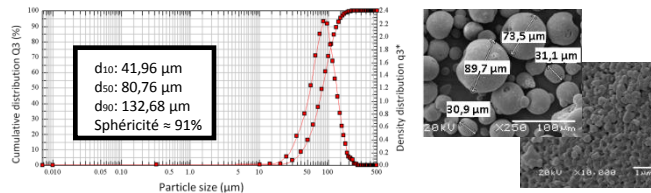
Évolution de l'empilement de granules en fonction du temps lors du frittage



Granules obtenus par atomisation

Les granules ont été obtenus par atomisation d'une poudre d'alumine caractérisée par un d₅₀ de 0,41 µm et une surface spécifique de 8,2 m²/g

Distribution en taille des grains de poudre (granulo-morphométrie)

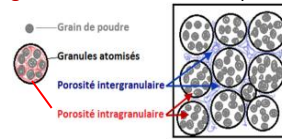


Les granules sont sphériques et ont une structure à grains fins. Leur distribution en taille est approximativement monomodale.

Deux « niveaux » de porosité ouverte

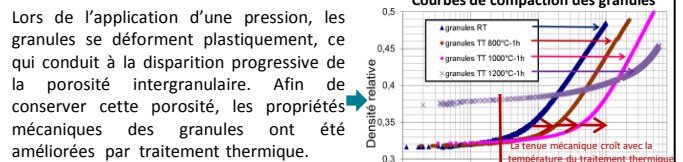
Porosité intergranulaire: résultant des espaces laissés libres entre les granules constitutifs de l'empilement

Porosité intragranulaire: liée à la technique de granulation utilisée



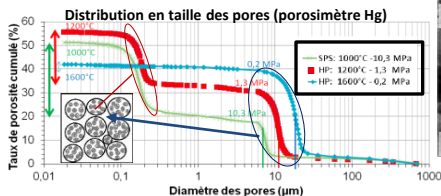
Résultats et analyse

En l'absence de pression (< 0,2 MPa), la fraction d'alumine est de 32% -> la porosité totale est de 68% (taux de porosité maximal atteignable en consolidant un empilement de ces granules). Cependant, l'application d'une pression durant le frittage est nécessaire afin de favoriser la formation de ponts entre les granules et ainsi d'obtenir un matériau ayant de bonnes propriétés mécaniques.

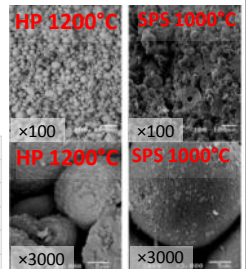


Trois essais ont été réalisés: deux en pressage à chaud et un par SPS.

Dispositif utilisé	SPS	HP	HP
Durée du palier de frittage	7 min.	2h	1h
Température du palier (°C)	1000	1200	1600
Pression appliquée (MPa)	10,3	1,3	0,2
Porosité ouverte	51%	55,5%	42%



La porosimétrie mercure permet de mettre en évidence l'existence de 2 modes correspondant à la porosité intra- et intergranulaire. On constate que travailler à faible température permet de mieux conserver la porosité intragranulaire alors qu'une faible pression augmente la taille et le taux de la porosité intergranulaire.



Conclusions

Une nouvelle technique d'élaboration de céramiques macroporeuses a été mise en oeuvre à partir de granules atomisés. Cette technique a permis d'obtenir des céramiques avec un taux de porosité ouverte allant jusqu'à environ 55%. En jouant sur les conditions de frittage (température, pression, etc.), il est possible de moduler la proportion de porosité intra- et intergranulaire au sein du matériau (obtention d'une large gamme de porosité mono- ou bimodale). Le procédé SPS permet de travailler à plus basse température que le frittage conventionnel (HP) et donc de garder un taux élevé de porosité intragranulaire.