



Poudres – Génie des procédés (Procédés de synthèse, broyage, mélange, mise en œuvre)

Résumé de présentation du domaine technologique

En matière de procédés de synthèse, broyage et mélange de poudres, le CEA possède un vaste champ de compétences :

- développement de systèmes et de dispositifs opératoires permettant la fabrication de poudres ultrafines par pyrolyse laser
- procédés de production de suspensions chargées ou de pâtes humides à base de poudres ultrafines
- développement de solides frittés à microstructure optimisée (porosité contrôlée et microstructure CERMET, par exemple) en passant par la mise en œuvre d'une résine échangeuse d'ions.

En particulier, **des développements de broyeurs/mélangeurs mettant en œuvre des fluides cryogéniques** chargés en particules solides, permettant une réduction de la durée des cycles de broyage et une meilleure homogénéité de distribution des phases ont été réalisés.

Domaines d'applications

- Industries pharmaceutiques, cosmétiques et agroalimentaires.
- Micro/Nano-électronique
- Industrie des céramiques techniques, industrie des matériaux énergétiques,
- Industrie nucléaire (fabrication du combustible à base de poudres d'actinides)

Bénéfices et avantages concurrentiels apportés

- **Poudres ultrafines** et suspension/pâtes chargées en poudre ultrafines optimisées
- **Réduction drastique** des temps de mélange/broyage (de l'ordre d'un facteur 10)
- **Confinement des poudres**, absence d'effluents liquides, pas de génération de poussière
- **Opérations de broyage/mélange réalisées en continu** et potentiellement dans le même dispositif, tout en permettant la mesure de la performance du procédé (répartition granulométrique, en particulier)
- **Contrôle précis de la géométrie**, de la taille, de la distribution et de la fraction volumique en pores résiduels après frittage
- **Microstructure CERMET optimisée** en terme de répartition des phases

Focus sur la technologie broyage/mélange des poudres mettant en œuvre des fluides cryogéniques

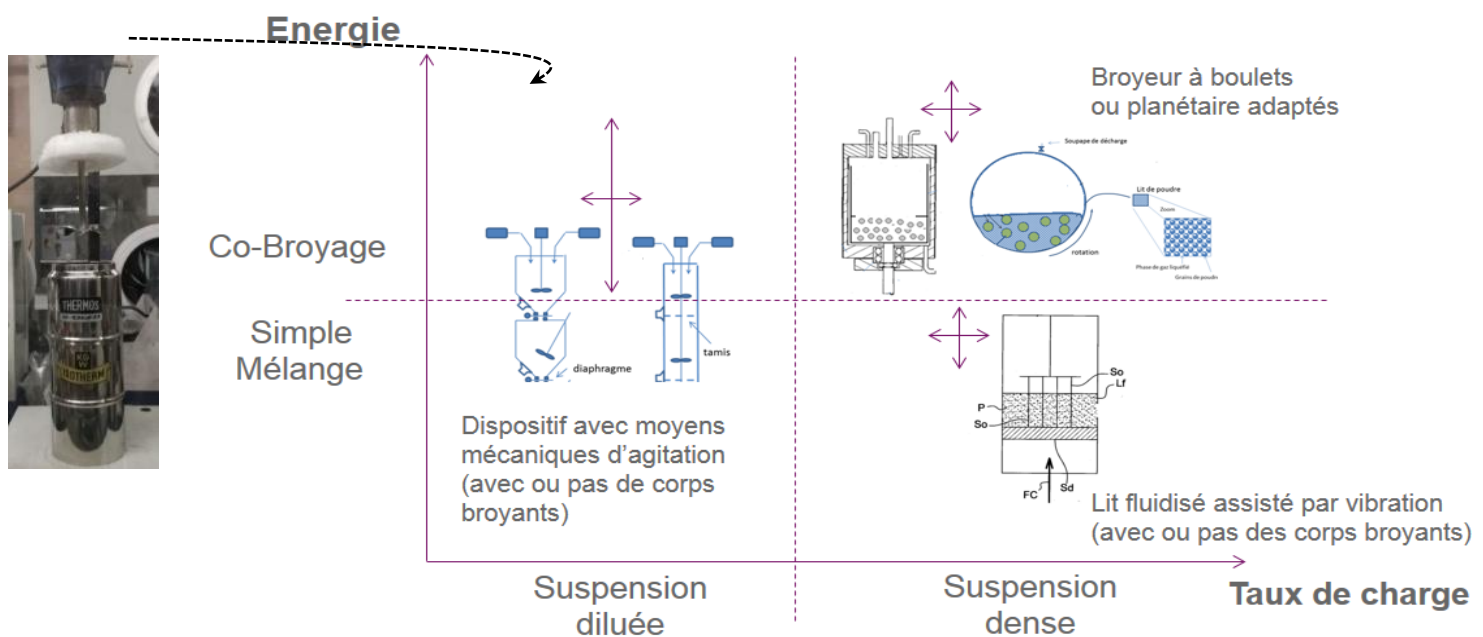
Présentation de cette technologie

Alors que le travail en voie sèche de poudre pose de très nombreux problèmes, cette technologie innovante consiste à « fluidifier » les poudres, en les mélangeant à un gaz liquide inerte (azote, CO₂, air liquide, ...) pour pouvoir alors les traiter comme un liquide avec tous les avantages que cela apporte, notamment pour :

- le **transport de poudre** même intrinsèquement peu coulables et cohésives,
- le **mélange ultra-rapide** de poudre avec une homogénéité optimisée,
- Le **broyage rapide** et en continu de matériaux de tout type et notamment de matière difficile à broyer et/ou ne devant pas subir d'échauffement et/ou ne devant pas être pollués

La technologie repose sur la maîtrise de la mise en œuvre de suspension plus ou moins denses (taux de charge différents selon les applications) auxquels des niveaux d'énergie ajustables peuvent être appliqués selon l'objectif (mélange ou broyage notamment).

Selon le domaine énergie/taux de charge visé (cf. figure ci-dessous), il est proposé 3 grandes familles de dispositif de mélange/broyage où la phase de gaz liquéfié permet une amélioration substantielle des phénomènes de mélange, désagglomération, broyage et transport/mise en forme.



Focus sur la technologie broyage/mélange des poudres mettant en œuvre des fluides cryogéniques

Propriété intellectuelle et niveau de maturité TRL de cette technologie

| Technologie | Brevets | Propriété | TRL |
|---|---|-----------|--|
| Technologie broyage/mélange mettant en œuvre des fluides cryogéniques | Dispositif de mélange de poudres par fluide cryogénique –FR3042985(A1)–2017-05-05 | 100% CEA | <ul style="list-style-type: none"> – TRL: 3-4 – Existence de maquettes de laboratoire – Prototype évolué en cours de construction |
| | Dispositif de mélange de poudres par fluide cryogénique et génération de vibrations –FR3042986(A1)–2017-05-05 | 100% CEA | |
| | Dispositif de granulation de poudres par atomisation cryogénique –FR3042987(A1)–2017-05-05 | 100% CEA | |
| | Trois demandes sont en cours d’instruction | 100% CEA | |

Bénéfices et avantages concurrentiels apportés par cette technologie mettant en œuvre des gaz inertes liquéfiés

- **Réduction** drastique des **temps de mélange et/ou de broyage (facteur voisin de 10)** comparativement à une technologie de broyage en voie sèche,
- **Confinement des poudres**, absence de dispersion = > plus de perte de matière onéreuse, plus de colmatage des conduits, plus de contamination de l’environnement
- **Absence d’effluents liquide** générés in fine,
- **Absence de génération de poussière**,
- **Préservation des propriétés des poudres**
- Opérations de mélange et de broyage réalisées **en continu** et potentiellement dans le **même dispositif** et permettant la **mesure en continue** de la **performance** du mélange/broyage (granulométrie, taux de charge, bilan de population)

Offres de service et de partenariat

- Accord de collaboration pour industrialiser la technologie où l’évaluer pour une application spécifique
- Concession de licences d’exploitation ou de savoir faire en lien avec les brevets CEA délivrés
- Prestation d’expertises sur la thématique en lien avec le broyage/mélange mettant en œuvre l’utilisation de fluides cryogéniques chargés en phase solide
- Montage d’un laboratoire mixte de R&D

Offres technologiques

- Tests de broyage/mélanges de matériaux d'intérêts en mettant en œuvre des fluides cryogéniques
- Approche comparative du broyage/mélange mettant en œuvre des fluides cryogéniques avec d'autres techniques plus conventionnelles
 - Broyeurs à boulets, planétaires, à couteaux, oscillo-vibrants
 - Mélangeurs à turbine, mélangeur Turbula
- Caractérisations physicochimiques des poudres/mélanges obtenus
 - Surface spécifique
 - Granulométrie laser en voie sèche et humide
 - Rhéologie
 - Porosimétrie mercure
 - Morphologie
 - Analyse des phases (DRX)
 - Propriétés de surface (IRTF)
 - Caractérisations microstructurales post-frittage

Expertises

- Procédés céramiques, en particulier en métallurgie des poudres
- Ecoulement des poudres et des matériaux granulaires multiphasés
- Design d'une ligne de fabrication profitable en termes de coûts

Equipements et plateformes technologiques

Le CEA dispose d'importants moyens d'essais / développement sur Cadarache et Marcoule:

- Plateforme de fabrication à partir des étapes de la métallurgie des poudres (broyage, mélange, granulation, mise en forme, calcination, frittage)
 - Broyeurs et mélangeurs divers
 - Procédés de mise en forme divers, comprenant le pressage uniaxial et le pressage isostatique à froid
 - Fours de calcination et de frittage fonctionnant sous différents types d'atmosphères (jusqu'à 1800 °C)
- Plateforme de caractérisation des poudres et des matériaux frittés