

Granulométrie et Facteurs de Forme

Par analyse d'image

Contrôle de qualité rapide des aérosols en poudre

La qualité des enduits pulvérisés thermiquement est fortement influencée par la qualité des aérosols en poudre. Les propriétés les plus importantes des poudres sont: leur composition chimique, leur comportement en écoulement, leur densité apparente et leur granulométrie. Le comportement en écoulement et la densité apparente peuvent être relativement faciles vérifier. A l'opposé, la détermination de la composition chimique et de la distribution en taille de grain est complexe et demande un certain temps d'analyse. Par conséquent, la plupart du temps l'utilisateur doit faire confiance à l'information fournie par le fournisseur ou demande cette analyse à un institut indépendant. Pour le contrôle de qualité, la mesure de la distribution granulométrique avant la pulvérisation serait une solution idéale. Une nouvelle technique de mesure, simple et à prix réduit offre cette nouvelle alternative. Ce système combine un scanner moderne avec un système entièrement automatique d'analyse d'image, spécialisé pour l'analyse de poudre, il est rapide et facile d'utilisation. Le but de cette étude est de présenter cette nouvelle technique par rapport aux méthodes classiques d'analyse de poudre, qui sont établies dans la société d'aérosols thermiques et/ou normalisés, telles que les méthodes d'analyse par tamisage et par laser dispersant.

1 Introduction

Les poudres métallurgiques peuvent être caractérisées par différentes techniques, comme par exemple, l'analyse d'image, l'analyse granulométrique en utilisant un fluide visqueux, l'analyse granulométrique par laser, l'analyse par tamisage ou mesures de superficie de particules en employant l'adsorption du gaz sur la surface (BET) ou la perméabilité au gaz (Fischer Sub Sieve Size). En pulvérisation en courant ascendant, l'analyse par tamisage normalisée accordant les méthodes d'analyse de particules d'ISO 4497 et de laser est établie.

L'analyse par tamisage prend relativement du temps et exige un ensemble complexe de tamis différents en taille de maille afin d'obtenir des résultats corrects. Si les étapes entre les différentes tailles de maille sont trop grande l'information sur la distribution de dimension particulaire pour les poudres thermosensibles est limitée ou même inutile. Un autre problème est la limitation en taille des mailles, leur taille minimum est de 20 μm , alors que la poudre la plus fine est réduite à une dimension particulaire au minimum de 5 μm et devient de plus en plus importante dans le business des aérosols thermosensibles. En cas de découpes plus brutes de la poudre la détermination du prétendu contenu de poussière est très critique. Par exemple, la richesse en poussière d'une poudre peut causer le colmatage du bec d'une torche de pulvérisation ou peut augmenter les teneurs en oxyde des couches métalliques pulvérisées avec cette poudre. Les calibreurs laser de particules déterminent généralement la teneur en poussière des poudres. Ce type d'équipement est très cher et nécessite les services d'un spécialiste.

Granulométrie et Facteurs de Forme

Par analyse d'image

Un autre problème, il existe différents analyseurs de particules par laser sur le marché et parfois les spécifications de poudre exige que l'essai soit effectué par un analyseur laser de particules du fournisseur X et dans l'autre cas du Y. Par conséquent, les magasins conventionnels d'aérosols ne sont pas souvent équipés d'analyseurs laser de particules.

Un nouvel analyseur de particules appelé "Powdershape" a pu être développé à prix réduit, il est facile à utiliser et c'est une solution fiable pour les problèmes mentionnés ci-dessus. Le système de Powdershape est une combinaison d'un scanner à haute résolution (4000 dpi) et d'un système, spécialisé et entièrement automatique, d'analyse d'image. Ce nouveau dispositif de mesure permet la détermination rapide de la distribution en taille particulaire comme l'analyse par tamisage peut le faire. Il fournit également des résultats sur la teneur de poussière ou une information additionnelle sur la forme de poudre. Cette dernière ne pouvant pas être mesurée par des analyseurs laser de particules. Encore que, la question est levée de savoir à quel niveau les résultats réalisés par le "Powdershape" sont comparables aux méthodes établies d'analyse de particules et quel est le concept théorique se trouvant derrière cette méthode.

2 Le concept de "Powdershape"

2.1 Pourquoi utiliser un scanner à la place d'un microscope

Depuis plusieurs années les scanners sont sur le marché avec des tailles de Pixel descendant jusqu'à 5 μm . Les scanners de 4000 dpi ont typiquement des tailles de Pixel descendant à 6 μm . Ces tailles de pixel permettent d'obtenir des images comparables à celles des microscopes grossissant 35X. Les scanners travaillent dans la gamme de résolution qui est nécessaire pour inspecter les poudres.

Un scanner a, contrairement aux microscopes classiques avec des caméras vidéo, quatre avantages principaux :

- Le champ observé allant jusqu'à 4000 x 5888 pixels est beaucoup plus grand que le champ observé avec une caméra montée sur un microscope optique (taille d'image en général 512 x 768 pixels)
- L'éclairage de tous les points de l'image est identique et la mise au point est faite automatiquement. Ce fait permet d'obtenir faire des images fortement reproductibles. La reproductibilité est un état très important pour n'importe quel genre d'analyse d'image quantitative.
- Le scanner est devenu meilleur marché qu'un microscope à caméra vidéo durant ces dernières années.
- La combinaison d'une bonne résolution optique avec un grand **CCD-arrays** permettant la mesure de milliers de particules de poudre en même temps. Ainsi, une évaluation statistique devient très facile.
- Basé sur les avantages évidents des scanners, le système de "Powdershape" a été développé spécialement pour le contrôle de qualité des poudres métallurgiques.

2.2 Paramètres de mesure

2.2.1 Taille de particule

Granulométrie et Facteurs de Forme

Par analyse d'image

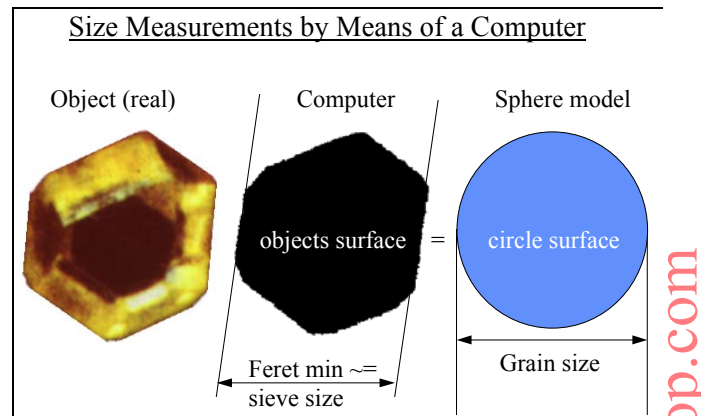


Fig. 1: Définitions des mesures de taille

La **taille de grain** utilisée par les calibreurs de particules est en général définie comme le diamètre d'une sphère ayant des propriétés physiques qui sont les plus semblables aux propriétés mesurées de la particule réelle. Il est ainsi facile de calculer la taille de grain dans le cas de l'analyse d'image en mesurant juste la superficie et en évaluant le diamètre d'un cercle équivalent extérieur, fig. 1.

La **dimension** n'est pas directement disponible parce que l'image est seulement une projection bidimensionnelle d'un objet tridimensionnel. Le Powdershape utilise le diamètre minimum de Ferret et le diamètre de l'axe mineur d'une ellipse, avec la même quantité de mouvement géométrique inertiel et de surface. Par conséquent ces dimensions calculées peuvent être utilisées pour une comparaison avec des mesures réelles de dimension, mais les valeurs indiquées sont justes une approximation et sont limitées à différentes formes idéalisées tridimensionnelles telles que les polygones réguliers et les ellipsoïdes.

2.2.2 La forme de la particule

Trois facteurs bien connus de forme existent en corrélation à un cercle utilisant le contour d'un objet :

- Le **facteur de forme elliptique** f_2 , par exemple, axe principal/axe mineur d'une ellipse avec le même moment géométrique inertiel. Ce facteur est très utile pour la description des diamants ovales unidirectionnels mais non approprié aux différents états de cristallinité parce qu'il ne peut pas distinguer les polygones symétriques circulaires des carrés et des hexagones.
- Le **rapport de Ferret** c'est le rapport entre le diamètre minimum divisé par le diamètre maximum de l'objet. Ce rapport est de 1 si l'objet est un cercle et est donc un bon facteur de forme pour la corrélation d'un objet à un cercle équivalent en surface. Cependant ce facteur fonctionne correctement seulement si la ligne d'ensemble est convexe en tout endroit, mais mène à de fausses interprétations si la particule mesurée présente des parties extérieures

Visitez le Granuloshop : ACIL (SARL au capital de 7.622 Euros) RCS Nanterre B409026382 00013

Bureaux: 1 Place du général de Gaulle, 78400 CHATOU TVA: FR 58 409 026 382 APE:514S

tel: 01 30 53 48 48 fax: 01 53 01 66 17 www.granuloshop.com E-mail: info@granuloshop.com

Granulométrie et Facteurs de Forme

Par analyse d'image

concaves.

- Le **facteur de forme circulaire** f . f est calculé à partir du diamètre équivalent de la surface d'un cercle U_c et de la forme du périmètre de la particule réelle:

$$f = U/U_c(F)$$

U ... périmètre de la particule, $U_c(F)$ périmètre de la surface circulaire équivalente, F ... surface de la particule.

Le facteur f est la racine du facteur de forme S indépendant de la taille qui est bien introduit dans le domaine du traitement de l'image numérique; voir F. M. Wahl [1] et le E. Exner [2] :

$$S = U^2/(4\pi F)$$




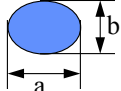
Definition of Shape Factors			
General functioning of shape factors: comparison of real objects with properties of ideal shaped objects			
shape		comparison	formula
real	ideal		
		surface equivalent circle	$f = p_o/p_c$
		ellipse with same geometrical momentum of inertia	$f_2 = a/b$

Fig. 2: Définition des facteurs de forme: facteur de forme circulaire f , facteur de forme elliptique f_2

Pour la caractérisation des poudres d'aérosols thermosensibles, le facteur elliptique de forme a été déterminé comme le plus stable numériquement.

Le "Powdershape" est basé sur un logiciel développé pour l'analyse de la qualité des diamants, appelé DIASHAPE. Par conséquent, plus de détails sur la théorie et sur les méthodes de calibration du système sont édités par H.G. Schmid et al. [3, 4].

3 Expériences

Pour la comparaison des résultats réalisés par des techniques différentes d'analyses de particule, 4 spécimens de poudres WC-Co ont été pris dans des gammes de dimension particulaire différentes (5 - 25 μm , 20 - 45 μm , 5 - 45 μm , 45 - 106 μm). Le prélèvement a été effectué selon la norme ISO 3954.

Les analyses particulaires de ces échantillons de poudre ont été effectuées selon la norme ISO 4497 et la manière des particules a été mesurée en utilisant un analyseur de particules de laser de Microtek. Une des poudres a également été caractérisée avec un analyseur de particules de laser

Visitez le Granuloshop : ACIL (SARL au capital de 7.622 Euros) RCS Nanterre B409026382 00013

Bureaux: 1 Place du général de Gaulle, 78400 CHATOU TVA: FR 58 409 026 382 APE:514S

tel: 01 30 53 48 48 fax: 01 53 01 66 17 www.granuloshop.com E-mail: info@granuloshop.com

Granulométrie et Facteurs de Forme

Par analyse d'image

de Malvern. Dans le cas de l'analyse de particules avec le "Powdershape", une petite quantité de la poudre à analyser doit être placée sur bande de Scotch très claire fixée dans une armature coulissante. Après le balayage de cette armature contenant la poudre, le logiciel fonctionne entièrement automatiquement, ce qui veut dire que l'éclairage n'est pas réglé et que les filtres a.s.o. doivent être fixés par l'opérateur. Sur une seule armature coulissante, le système identifiera normalement plusieurs milliers de particules d'une poudre d'aérosols thermosensibles. Ici, un minimum de 5000 par armature coulissante est mesuré. Le temps de mesure pour un lot de poudre était d'au moins de 5 minutes, à l'aide d'un PC de 1.3 GHz.

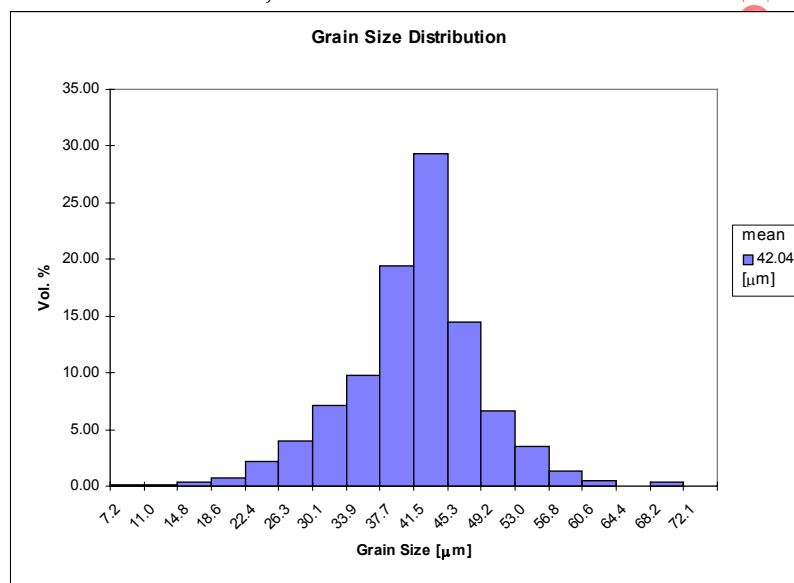
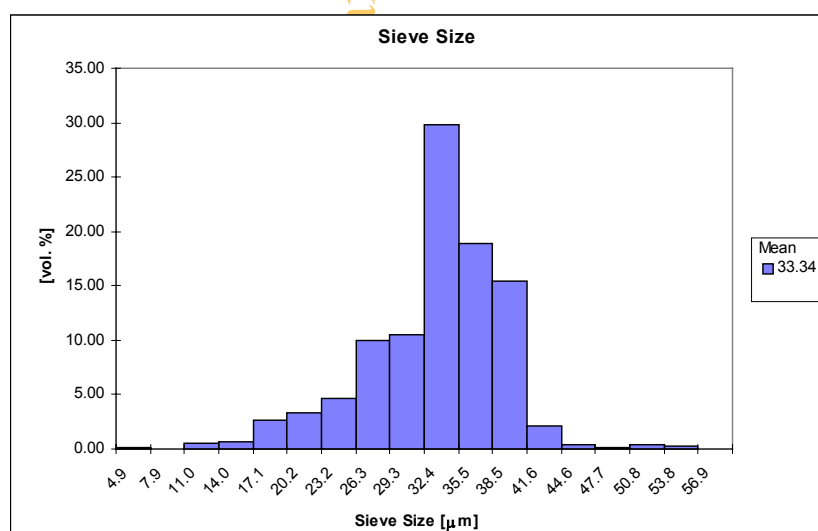


Fig. 3: La distribution en taille particulaire de la poudre WC-Co 20 – 45 μm mesurée avec Powdershape



Granulométrie et Facteurs de Forme

Par analyse d'image

Fig. 4: Distribution granulométrique de la poudre de WC-Co 20 – 45 µm mesurée avec Powdershape

4 Résultats et interprétation

Des impressions typiques de mesure granulométrique avec le Powdershape sont montrées sur le schéma 3 et 4. Les résultats d'analyse granulométrique ont tendance à abaisser les valeurs, ceci est dû à la physique.

Le facteur de forme de la même poudre en fonction de la dimension particulaire est représenté sur le schéma 5. Les bords de la granulométrie à 20 µm et à 45 µm sont clairement évidents par les grands sauts dans le facteur de forme de la poudre.

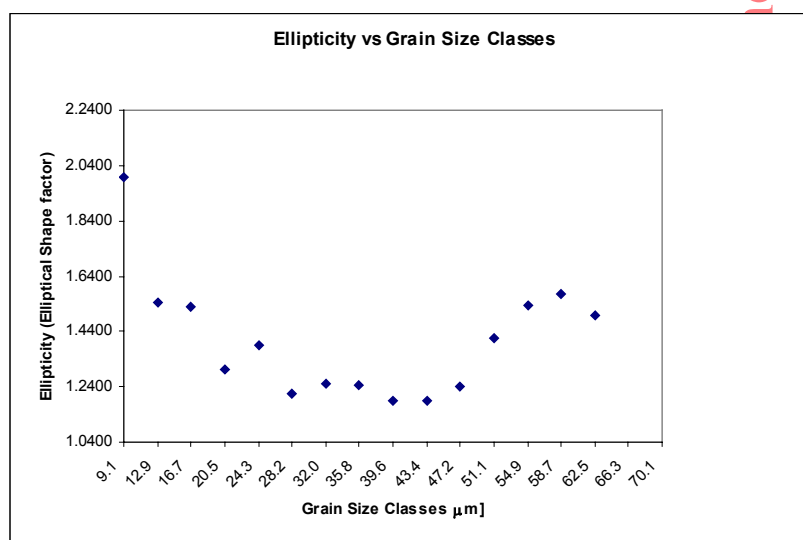


Fig. 5: Ellipticité en fonction de la taille des particules de la poudre WC-Co 20 – 45 µm mesurée avec Powdershape

Le tableau 1 donne la taille de grain moyenne et l'écart type des différentes poudres mesurées par les différentes techniques.

Grain size range in µm	Sieving Analysis		Microtrek		POWDERSHAPE							
	Mean µm	S.D. µm	< X µm	%	by volume		by number		sieve model			
					Mean µm	S.D. µm	Mean µm	S.D. µm	Mean µm	S.D. µm	< X µm	%
5 - 25	16.4	9.1	5	2.16	12.9	4.1	9.3	2.9	9.2	2.5	5.8	2.16
20 - 45	32.2	5.4			42.0	15.1	33.4	12.0	33.3	12.4		
5 - 45	27.1	11.5	5	0.15	30.5	16.8	16.1	8.8	23.5	13.4	5.2	0.15
45 - 106	71.4	18.4			76.6	17.0	66.6	15.1	70.1	16.3		

Tab. 1: Résultats de mesure d'analyse de poudre par différentes techniques

Granulométrie et Facteurs de Forme

Par analyse d'image

Les valeurs du modèle granulométrique utilisé dans le "Powdershape" sont très proches des valeurs par analyse granulométrique classique si la dimension particulaire moyenne est au-dessus de 20 μm . Bien que, l'analyse par tamisage classique ne permette pas une vraie mesure de la dimension particulaire en dessous de 20 μm , il fournit l'information du pourcentage de la poudre en dessous de 20 μm . Une meilleure image de la comparaison des résultats est présentée sur le schéma 6. Ici tous les résultats de mesure de l'analyse granulométrique classique d'un seul lot de poudre sont en comparaison directe aux résultats du Powdershape pour le même lot de poudre et les mêmes étapes dans les gammes de maille. Le schéma 6 démontre que les résultats pour les deux techniques de mesure sont presque identiques.

La teneur en poussière de la poudre (ici définie en tant que quantité de particules de poudre en dessous de 5 μm) est déterminée par Microtek. Dans le cas d'une poudre de 5 - 25 μm , elle est de 2.16 % et pour de la poudre 5 - 45 μm elle est de 0.15 %. Ces pourcentages ont été donnés par le logiciel d'analyse d'image qui calcule au final la taille maximum particulaire pour les mêmes lots de poudre et donne ce pourcentage. Elle est de 5.8 μm pour la poudre de 5 - 25 μm et de 5.2 μm pour de la poudre 5 - 45 μm . Ces résultats indiquent que l'analyse de particules par laser avec un système Microtek fournissent des résultats plus ou moins identiques à l'analyse par le Powdershape pour la détermination de la teneur en poussière.

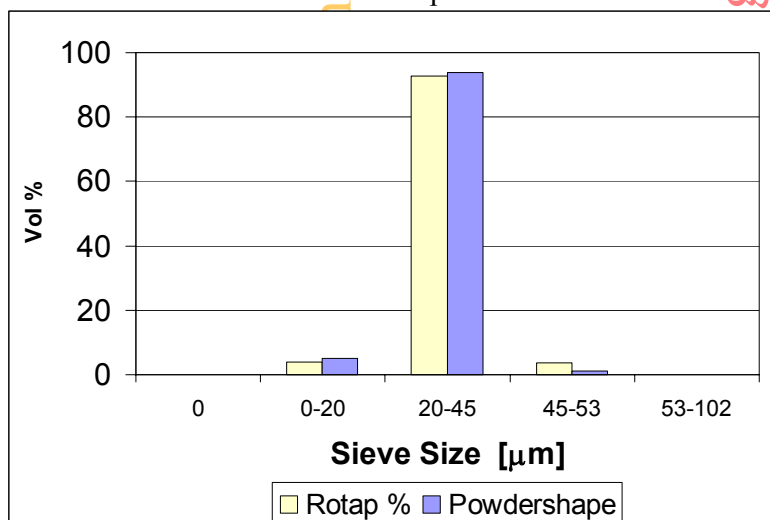


Fig. 6: Résultats de l'analyse particulaire et de l'analyse par image de la granulométrie d'une poudre de WC-Co de 20 – 45 μm

Granulométrie et Facteurs de Forme

Par analyse d'image

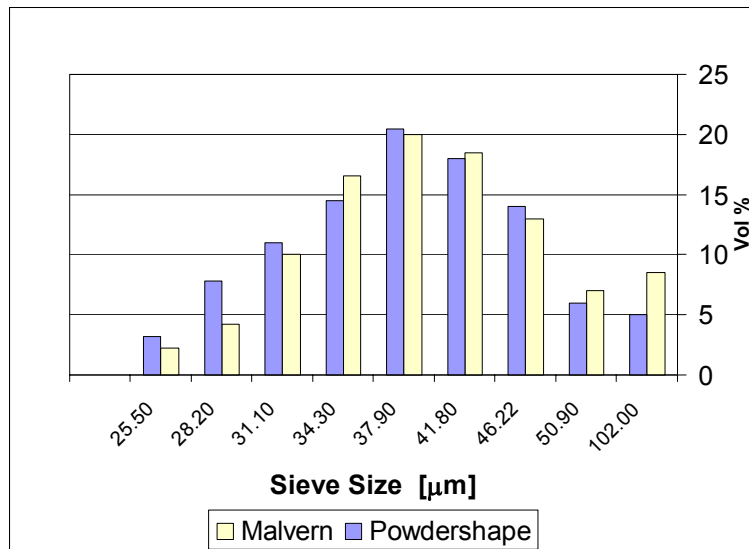
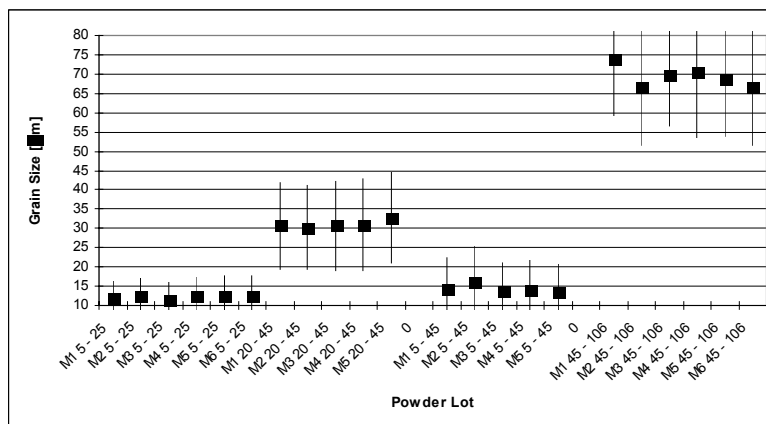


Fig. 7: Distribution en taille de la poudre WC-Co de 20 – 45 μm mesurée par le laser dispersant et par l'analyse d'image (taille calculée de particule)

Le schéma 7 démontre également que les analyseurs de particules par laser et que le Powdershape donnent des résultats comparables. Dans ce cas les résultats obtenus par l'analyse de particules par laser utilisant un système de Malvern sont en comparaison directe avec les résultats obtenus par le Powdershape pour la même poudre. Les deux histogrammes sont encore très proches.

Pour prouver la reproductibilité des résultats produits par le système de Powdershape pour chacune des 4 poudres différentes décrites dans le tableau 1, cinq mesures indépendantes au minimum ont été faites par trois opérateurs différents prenant à chaque fois un nouvel échantillon de poudre. Les schémas suivants 8 et 9 montrent la valeur moyenne de la taille particulaire, l'écart type et le facteur moyen de forme en fonction des différents lots de poudre et des différentes mesures.



Granulométrie et Facteurs de Forme

Par analyse d'image

Fig. 8: Différentes mesures de valeurs moyennes et écart type de la taille particulaire (pourcentage) de 4 poudres différentes

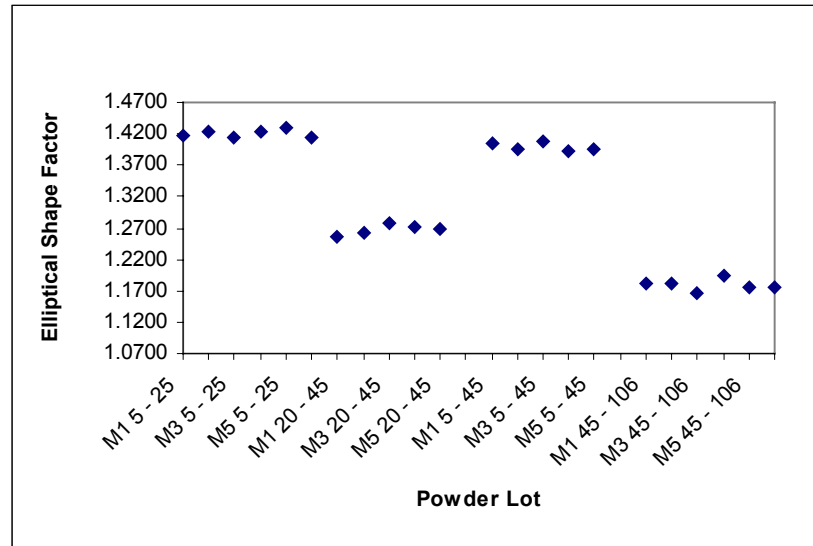


Fig. 9: Différentes mesures des valeurs moyennes du facteur de forme de 4 poudres différentes

Ces deux graphiques finaux démontrent que chaque analyse de poudre fournit un résultat cohérent et reproductible. L'échantillonnage n'entraînant aucun effet remarquable sur le résultat final.

5 Résumé et Conclusions

Ce nouveau système, entièrement automatique d'analyse d'image et spécialisé pour l'analyse de poudre, est combiné à un scanner de haute résolution et permet la détermination rapide et reproductible de la distribution en taille particulaire ainsi que la forme des particules. Les résultats réalisés avec ce système sont comparables aux résultats de l'analyse de poudre par la méthode de dispersion par laser et par l'analyse par tamisage classique.

L'information additionnelle sur la forme de la poudre permet la visualisation des bords de la particule et est, en outre, un indicateur sensible des changements dans la qualité de poudre.

6 Références

- [1] F. M. Wahl „Digitale Signalbildverarbeitung“, Springer-Verlag, Berlin (1984).
- [2] E. Exner, „Einführung in die Quantitative Gefügeanalyse“, DGM Informationsgesellschaft, Oberursel (1986).
- [3] H.G.Schmid, Diamante Applicatione & Technologia, Milano, no 12 (1998) 58
- [4] H.G.Schmid, Diamante Applicatione & Technologia, Milano, no 18 (1999) 112