



BRGM

B R G M
Direction de la Technologie
Département Minéralogie Géochimie Analyses

**LA POROSIMETRIE AU MERCURE ET SON
APPLICATION AUX ECHANTILLONS DE POUDRES**

Pascal AUGER et Jean-Luc BOULMIER

Novembre 1986

86 DT 038 MGA

SOMMAIRE

	pages
Résumé	
1 - Introduction.....	2
2 - Généralités sur la méthode de porosimétrie au mercure.....	2
3 - Cas d'échantillons de poudres.....	3
4 - Application à des poudres non microporeuses.....	5
5 - Particules fines microporeuses de forme irrégulière.....	5
6 - Recouvrement des contributions de porosité intra et intergranulaire.....	6
7 - Conclusion.....	8
8 - Bibliographie.....	9
Liste des figures	10
Tableaux	11

RESUME

La porosimétrie au mercure est traditionnellement appliquée aux échantillons de roches, de minerais, de matériaux, pour décrire le réseau poreux et/ou fissural ouvert interne aux fragments. Le résultat s'exprime sous forme d'un spectre de porosité en fonction du rayon d'entrée des accès. Il apporte un éclairage complémentaire aux examens pétrographiques, tests de percolation, mesures de surface et de réactivité. Il permet de quantifier la texture poreuse et d'en suivre l'évolution naturelle (succession de faciès, colmatage...) ou provoquée (sollicitations mécaniques, lixiviation, traitement thermique...)

L'exploitation de cette méthode à la mesure granulométrique de poudres est plus délicate. Elle possède pourtant l'avantage de couvrir une large gamme de dimensions, du centième à la centaine de microns. Les exemples choisis illustrent les situations favorables des poudres compactes et des poudres microporeuses et présentent les limites d'utilisation lorsque la porosité interparticulaire de la poudre est en recouvrement avec la contribution de porosité interne aux grains.

Le regain d'intérêt de l'utilisation de la porosimétrie au mercure -constaté en recherche appliquée ou en contrôle de fabrication dans l'industrie des matériaux- serait profitable également dans les domaines des Sciences de la Terre, en association à d'autres méthodes de caractérisation texturale directe, et qui, pour raisons de mode ou de méconnaissance, sont insuffisamment mises à profit dans nos activités.

LA POROSIMETRIE AU MERCURE ET SON APPLICATION AUX ECHANTILLONS DE POUDRES

1 - INTRODUCTION

La porosimétrie au mercure est sensible à la fois aux discontinuités intraparticulaires et interparticulaires. Ces dernières sont négligeables pour des fragments centimétriques laissant place à des vides en dehors de la gamme de mesure (rayons de pores de quelques nm à une centaine de μm). Le résultat rendra compte essentiellement de la porosité du matériau lui-même. Au contraire, pour des échantillons fins (typiquement 0,01 à 100 microns de diamètre), la porosité intergranulaire accessible par la méthode de porosimétrie devient importante. Elle peut dépasser 50 % du volume de la poudre et se superpose alors au spectre de porosité intraparticulaire.

Un cas particulier concerne les fines particules non microporeuses. La porosimétrie au mercure permet alors de déterminer leur distribution granulométrique. La méthode peut être étendue aux particules microporeuses lorsque les contributions inter et intra granulaires sont disjointes. Dans le cas général, les contributions respectives sont difficilement différenciables. Ceci limite par exemple les possibilités de quantification de la macroporosité de grains de la centaine de microns de diamètre ou de la microporosité pour des particules de plus faible dimension.

2 - GENERALITES SUR LA METHODE DE POROSIMETRIE AU MERCURE

La vocation première de la porosimétrie au mercure est de décrire et quantifier le réseau poreux d'un échantillon massif. La technique proposée par Washburn (1,2) applique l'équation de Young-Laplace à des pores cylindriques suivant la formule :

$$P = - 2 \gamma \cos \theta / r \quad (1)$$

où

- P = pression d'injection du mercure
- γ = tension superficielle
- θ = angle de contact du mercure
- r = rayon de pore cylindrique

Pour une roche par exemple, la mesure porte sur quelques grammes de matériau sous forme de fragments centimétriques.

Les appareils commerciaux automatiques couvrent le domaine de pression de 0,05 à 2000 atmosphères. A des pressions plus élevées, l'interprétation des résultats devient délicate.

Pour $\gamma = 480 \text{ dynes m}^{-1}$ et $\theta = 140^\circ$, le rayon d'accès des pores cylindriques se calcule simplement par la formule suivante dérivée de (1) :

$$r \text{ (Å)} = \frac{75000}{P \text{ (atm)}} \quad (2)$$

Ainsi, pour des pressions d'injection atteignant 2000 bars, le spectre de porosité décrit la gamme de rayons de pores de 37 Å à une centaine de microns. Après correction de l'effet de compressibilité, les résultats de porosité sont exprimés en mm^3/g ou en pourcentage volumique en fonction du rayon d'entrée des pores. L'expression en pourcentage volumique demande en outre une mesure de la densité apparente ou de la densité solide. Dans ce dernier cas, la porosité fermée est supposée négligeable. Pour des prises d'échantillon d'une dizaine de grammes, la méthode permet une détermination correcte de spectre à partir d'une porosité totale (sensibilité de $0,7 \text{ mm}^3$).

L'utilisation traditionnelle de la porosimétrie au mercure sur des échantillons massifs est illustrée par l'exemple de la figure 1 (voir annexe) se rapportant à un matériau céramique. Deux domaines de porosité sont mis en évidence, centrés respectivement sur des rayons d'entrée de pores de 0,07 micron et de 1,5 micron.

3 - CAS D'ECHANTILLONS DE POUDRES

Par commodité, supposons d'abord que les grains eux-mêmes ne sont pas poreux. Leur assemblage laisse place à une porosité intergranulaire dont la dimension des accès est reliée au rayon des particules. La courbe de pénétration du mercure.

dans un empilement donné dépendra de la dimension des particules, des caractéristiques de l'empilement, de l'angle de contact du mercure (donc de la nature du matériau). Un modèle pour des particules sphériques, proposé par Frevel et Kressley (3) puis développé par Mayer et Stowe (4), permet de relier la dimension des accès du mercure dans l'empilement à la dimension des sphères. L'équation (3) établie par ces auteurs est l'homologue de la formule (1) pour le modèle des pores cylindriques :

$$P = \gamma \left(\frac{L'}{A} \right) / r$$

P = pression de pénétration du mercure

r = rayon de la sphère

γ = tension superficielle

L'/A = minimum d'une fonction générale décrivant la forme de la section de l'accès du mercure entre les sphères ; L' est relié au périmètre de cette section et A est relié à la surface.

Les cas simples d'empilement ne sont généralement pas satisfaits pour des poudres quelconques. Aussi, le modèle de Mayer et Stowe fait intervenir la qualité de l'empilement qui peut être décrit par l'angle σ entre particules voisines.

L'assemblage compact correspond à un angle de 60° pour une porosité minimale de 25,95 %.

La porosité d'un empilement quelconque varie de cette valeur minimale de 25,95 % à 47,64 % pour des angles σ compris entre 60° et 90° .

Dans la pratique, la courbe de pénétration de mercure permet de mesurer la porosité interparticulaire et par suite de déterminer l'angle σ . Connaissant en outre l'angle de contact θ du mercure, la valeur L'/A peut être calculée ou lue dans une table (cf. référence 4). La gamme de granulométrie couverte par la méthode découle de celle des pressions d'injection. Les populations de grains de plusieurs centaines de microns de diamètre sont partiellement incluses de mercure à la pression minimale d'injection tandis que les espaces interparticulaires pour des fines inférieures à la centaine d' $\text{\AA}$ ne peuvent être saturés totalement à 2000 bars.

Les tableaux I et II tirés de la référence 4 permettent d'appliquer la formule (3) à la mesure granulométrique des poudres. L'angle σ entre particules adjacentes est lu dans le tableau I en fonction de la porosité de poudre mesurée par pénétration de mercure. La valeur L'/A de la formule (3) est portée dans le tableau II pour différentes valeurs de σ et de θ , angle de contact du mercure.

4 - APPLICATION DE LA POROSIMETRIE AU MERCURE A DES POUDRES NON MICROPOREUSES

L'exemple 2 en annexe correspond à un pigment d'oxyde de fer. La courbe de pénétration de mercure comprend deux domaines. Entre 0,1 et 40 bars, (soit des rayons de pores supérieurs à 0,2 microns) la pénétration est due à l'effet de l'agglomération des microparticules tandis que le domaine à pente "élevée" pour environ 100 bars traduit la pénétration entre particules et permettra le calcul de la granulométrie. L'effet d'agrégation sera supprimé lors d'une seconde montée en pression. Ceci est montré par l'exemple de la figure 3 (voir annexe) sur un échantillon de quartz de référence (5) et par l'exemple de la figure 4 sur des poudres pharmaceutiques (6). Les résultats de granulométrie sont en bon accord avec les méthodes de tamisage et des méthodes de détection électrique.

L'écart à un modèle de particules sphériques et les hypothèses sur le mode d'empilement déduites d'une mesure simple de porosité totale sont les principales sources d'imprécision. L'angle de contact θ doit être mesuré directement sur l'échantillon (pour les quartz de référence du BCR, cet angle varie de 137° à 154°). Cependant, l'erreur introduite par l'incertitude sur θ est de moindre importance que celles sur la forme et l'association des particules.

5 - PARTICULES FINES MICROPOREUSES DE FORME IRRÉGULIÈRE :

Quelques exemples sont présentés dans l'article de N.G. Stanley-Wood (7) pour des particules d'une fraction de micron à quelques dizaines de microns de diamètre (voir figure 5 en Annexe). L'avantage de cette méthode, souligné par cet

auteur, est d'accéder par une même technique à une granulométrie dans une gamme de dimensions qui requiert généralement plusieurs méthodes distinctes de caractérisation.

La porosimétrie au mercure est efficacement complétée par l'adsorption gazeuse. Les divergences entre les différentes méthodes conduisent à critiquer pour la porosimétrie au mercure le modèle simple de particules sphériques et à regretter que seule la distribution en volume est obtenue. Cependant, il faut rappeler que toutes les mesures granulométriques se réfèrent à un modèle géométrique et que chacune d'elles contribue par un éclairage particulier à la connaissance de la dimension des particules (distributions en nombre, en volume ou en masse en fonction d'un diamètre équivalent ou autre paramètre propre à chaque technique telle que centrifugation, examen microscopique direct, photosédimentation...).

6 - RECOUVREMENT DES CONTRIBUTIONS DE POROSITE INTRA ET INTERGRANULAIRE :

Cette situation correspond à la principale contre-indication d'application de la porosimétrie au mercure à la détermination granulométrique. Les limitations dépendront de la taille des pores internes aux grains par rapport à la granulométrie des particules et de l'importance relative des deux porosités.

Pour des grains d'une centaine de microns, la pénétration du mercure entre les particules se produit à une pression d'injection de l'ordre du bar, dans le domaine des macropores et des mésopores. La méthode ne permettra directement ni une mesure granulométrique ni une caractérisation de la macroporosité. Ce cas est illustré par les figures 6 et 7 obtenues sur deux minerais de phosphates (tranches granulométriques 100 - 315 microns) qui se distinguent par leur porosité totale interne d'environ 6 % pour le minerai A et 20 % pour le minerai B. En fait, la porosité totale mesurée sur cette tranche est respectivement de 39,8 % et de 51,6 % pour A et B. Ces valeurs élevées résultent des espaces interparticules, supérieurs à 30 % du volume de poudre dans les deux cas, mais que cette seule mesure ne permet pas de différencier des pores dans la gamme de rayons d'entrée supérieurs à une dizaine de microns. A ce stade, les échantillons se distinguent cependant par leur microporosité <0,1 micron de rayon d'entrée, plus prononcée d'un facteur 3 dans B que dans A.

Les figures 8 et 9 reprennent les mêmes échantillons de phosphates A et B pour la tranche granulométrique 630-800 microns. La microporosité devient majoritaire. La

contribution, dans le spectre, de la porosité interparticulaire n'excède pas quelques pourcents en volume. Elle est bien entendu plus exaltée pour l'échantillon A peu poreux pour atteindre une proportion relative de 40% de la porosité totale.

Pour un troisième minéral phosphaté très microporeux (figure 10) et pour les rayons d'entrée de pores $\leq 0,1$ micron, on observe encore plus nettement que cette tranche 630 - 800 microns permet une approche satisfaisante du réseau poreux interne aux grains avec un effet négligeable de la granulométrie sur la courbe de pénétration de mercure.

7 -CONCLUSION :

La porosimétrie au mercure s'applique aussi bien à des échantillons massifs qu'à des poudres. Dans le premier cas, le réseau poreux est quantifié sous forme d'une distribution en volume en fonction du rayon d'entrée des pores. Dans le second cas, pour des particules non poreuses, la granulométrie est obtenue de préférence à partir d'une seconde caractéristique de pénétration du mercure pour éliminer l'influence de l'agglomération. La technique couvre le domaine de dimension de quelques centièmes à quelques centaines de microns.

Le problème des particules fines poreuses n'est résolu de façon simple que lorsque le domaine de microporosité est nettement disjoint de celui des espaces interparticulaires. D'une manière générale, le recouvrement des contributions de porosité inter et intraparticulaire ne permet qu'une caractérisation approchée de la granulométrie et de la porosité. L'interprétation sera facilitée par la prise en compte de paramètres complémentaires : mesure indépendante de la granulométrie ou de la densité apparente ou de la compacité de l'empilement de particules.

Simple de mise en oeuvre, reproductible, quantitative, et peu onéreuse la porosimétrie au mercure fait partie des méthodes de base de caractérisation des échantillons solides qui devraient être systématiquement appliquées pour nourrir explicitement ou non les interprétations des travaux de spécialité (mécanique des roches, résistance et altération des matériaux, géothermie, roche-réservoirs, traitement de minerais...). De manière moins traditionnelle, l'intérêt de la porosimétrie au mercure s'étend sous certaines conditions aux échantillons pulvérulents pour lesquels la validité d'exploitation des informations de granulométrie et de porosité est à étudier cas par cas. Associée aux techniques d'adsorption gazeuse et de microscopie électronique à balayage, la porosimétrie au mercure mérite de retrouver la faveur de toutes les disciplines intéressées aux textures de matériaux.

8 - BIBLIOGRAPHIE

- (1) E.W. Washburn, Phys. Rev. 17,273 (1926)
- (2) E.W. Washburn, Proc. Natn. Acad. Sci. USA 7,115 (1921)
- (3) L.K. Frevel and L.J. Kressley, Anal. Chem. 35,1492 (1963)
- (4) R.P. Mayer and R.A. Stowe, J. Colloid, Sci., 20,893 (1965)
- (5) F. Carli et A. Motta Proc. Particle Size Analysis Conf. (1981)
- (6) F. Carli et A. Motta, J. Pharm. Sci., 73, n°2, 197 (1984)
- (7) N.G. Stanley-Wood, Analyst, 104, 97 (1979)

LISTE DES FIGURES

Figure 1 : Spectre de porosité d'un échantillon de céramique présentant 2 familles de pores.

Figure 2 : Exploitation granulométrique de la porosimétrie au mercure sur une poudre d'oxyde de fer non microporeuse.

Figure 3 : Granulométrie par porosimétrie au mercure d'un quartz BCR de référence et comparaison à différentes méthodes.

Figure 4 : Exemples d'application de la porosimétrie au mercure à divers échantillons de poudres non microporeuses.

Figure 5 : Confrontation de différentes méthodes de mesure granulométrique : poudres compactes et poudres microporeuses.

Figure 6 : Porosimétrie au mercure sur une tranche fine de phosphate peu microporeux.

Figure 7 : Porosimétrie au mercure sur une tranche fine de phosphate très microporeux.

Figure 8 : Porosimétrie au mercure sur une tranche grossière de phosphate peu microporeux.

Figure 9 : Porosimétrie au mercure sur une tranche grossière de phosphate très microporeux.

Figure 10 : Porosimétrie au mercure sur un échantillon de phosphate exempt de macroporosité.

LISTE DES TABLEAUX

TABLEAU I : Tableau permettant de déterminer l'angle entre les particules voisines par la mesure de la porosité interparticulaire totale (1ère pénétration de mercure).

TABLEAU II : valeurs du paramètre (L'/A) à appliquer aux calculs de granulométrie par porosimétrie au mercure. L'angle σ est déterminé à l'aide du tableau I. L'angle de contact du mercure Θ est mesuré sur l'échantillon.

TABLEAU I

Porosité interparticulaire d'une population de sphères de même diamètre en fonction de la qualité de l'empilement

1ère colonne : angle entre particules voisines

2ème colonne : porosité dans le cas général

3ème colonne : porosité pour un angle de 60° , assemblage compact entre les particules dans un même plan.

Packing angle (<i>degrees</i>)	Porosity	
	ϵ	ϵ'
60	25.95	25.95
61	27.58	26.86
62	29.12	27.74
63	30.58	28.57
64	31.95	29.37
65	33.24	30.14
66	34.46	30.87
67	35.61	31.56
68	36.70	32.23
69	37.72	32.86
70	38.68	33.46
71	39.58	34.04
72	40.43	34.58
73	41.22	35.09
74	41.96	35.58
75	42.66	36.04
76	43.30	36.47
77	43.90	36.88
78	44.45	37.25
79	44.95	37.60
80	45.41	37.92
81	45.83	38.22
82	46.20	38.49
83	46.53	38.72
84	46.82	38.93
85	47.07	39.11
86	47.27	39.26
87	47.43	39.38
88	47.55	39.47
89	47.62	39.52
90	47.64	39.54

(d'après R.P. MAYER et R.A. STOWE)

TABLEAU II

Paramètre (L'/A) permettant la mesure granulométrique de poudres en fonction de l'angle de contact du mercure et de l'arrangement des particules sphériques (angle déduit du Tableau I)

		"Square" Access Openings												
		σ (degrees)												
θ		90	85	80	75	70	67	66	65	64	63	62	61	60
180°	$(L'/A)_{min.}$ $\phi, ^\circ$	4.49 54.9	4.59 55.2	4.92 56.2	5.57 58.0	6.75 60.6	7.92 62.6	8.44 63.4	9.04 64.2	9.76 65.1	10.62 66.1	11.65 67.1	12.93 68.2	14.55 69.3
170	$(L'/A)_{min.}$ $\phi, ^\circ$	4.45 56.8	4.56 57.1	4.88 58.0	5.52 59.5	6.68 61.9	7.83 63.8	8.35 64.5	8.94 65.2	9.65 66.1	10.49 66.9	11.51 67.9	12.77 68.9	14.36 70.0
160°	$(L'/A)_{min.}$ $\phi, ^\circ$	4.34 58.8	4.43 59.1	4.75 59.9	5.35 61.3	6.46 63.3	7.56 65.2	8.05 65.7	8.62 66.4	9.29 67.1	10.10 67.9	11.07 68.8	12.27 69.7	13.79 70.7
150°	$(L'/A)_{min.}$ $\phi, ^\circ$	4.13 61.0	4.21 61.3	4.50 61.9	5.06 63.1	6.08 64.9	7.10 66.4	7.55 67.0	8.08 67.6	8.70 68.3	9.44 69.0	10.34 69.7	11.45 70.6	12.84 71.5
140°	$(L'/A)_{min.}$ $\phi, ^\circ$	3.80 63.5	3.88 63.7	4.13 64.2	4.63 65.2	5.51 66.7	6.44 68.0	6.84 68.5	7.31 69.0	7.86 69.6	8.51 70.2	9.31 70.9	10.29 71.6	11.53 72.5
130°	$(L'/A)_{min.}$ $\phi, ^\circ$	3.35 66.3	3.42 66.5	3.63 66.9	4.06 67.7	4.83 68.9	5.59 69.9	5.93 70.3	6.32 70.7	6.78 71.2	7.34 71.7	8.01 72.3	8.83 72.9	9.87 73.6
120°	$(L'/A)_{min.}$ $\phi, ^\circ$	2.77 69.8	2.82 69.9	2.99 70.2	3.33 70.7	3.94 71.6	4.54 72.3	4.81 72.6	5.12 73.0	5.48 73.3	5.92 73.7	6.44 74.2	7.09 74.7	7.90 75.2
117	$(L'/A)_{min.}$ $\phi, ^\circ$	2.57 71.0	2.61 71.1	2.77 71.4	3.08 71.8	3.64 72.6	4.19 73.2	4.43 73.5	4.71 73.8	5.05 74.1	5.44 74.5	5.92 74.9	6.51 75.3	7.25 75.8
110°	$(L'/A)_{min.}$ $\phi, ^\circ$	2.04 74.3	2.08 74.4	2.20 74.6	2.44 74.9	2.87 75.4	3.29 75.8	3.48 76.0	3.70 76.2	3.95 76.4	4.26 76.6	4.62 76.9	5.07 77.2	5.64 77.6
100°	$(L'/A)_{min.}$ $\phi, ^\circ$	1.14 80.8	1.16 80.8	1.23 80.9	1.35 81.0	1.59 81.1	1.81 81.2	1.91 81.3	2.03 81.3	2.17 81.4	2.33 81.5	2.52 81.6	2.76 81.7	3.06 81.8

(d'après R.P. MAYER et R.A. STOWE)

Figure 1

Spectre de porosité au mercure d'un échantillon de céramique.
Courbe de porosité cumulée et histogramme en fonction du rayon d'entrée des pores

- pression d'injection de 0,1 à 2000 bars
- densité apparente : 2,7
- porosité totale : 7,9 %

A noter les deux familles de pores centrées sur 0,07 micron et 1,5 micron de rayons d'entrée.

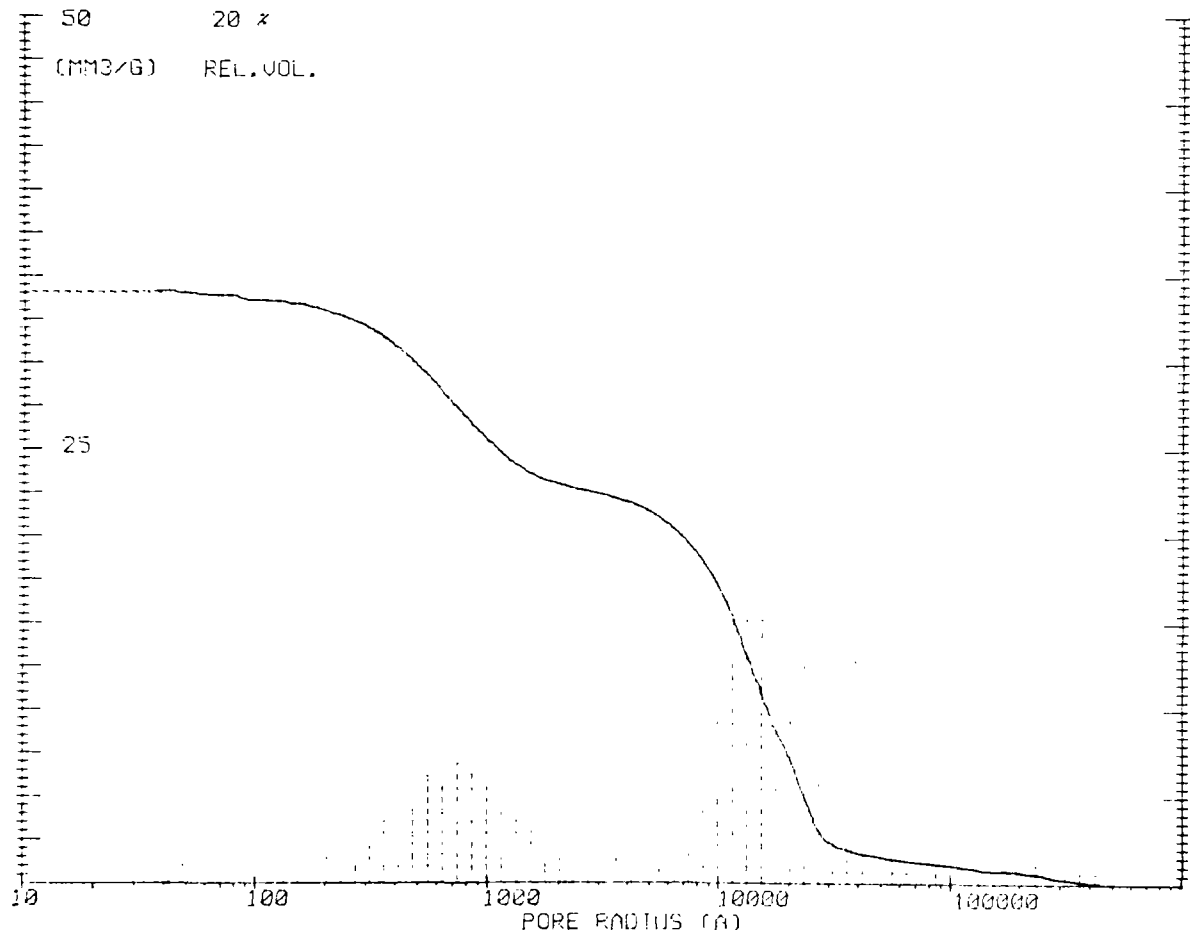


Figure 2

Porosimétrie au mercure sur une poudre d'oxyde de fer non microporeuse

Figure 2 a : courbe cumulée de pénétration du mercure en fonction du rayon d'entrée de pore équivalent et courbe différentielle.

Figure 2 b : exploitation granulométrique de la courbe de pénétration de mercure .
Le domaine retenu correspond aux rayons de pores équivalent $< 0,15 \mu\text{m}$

Fig. 2 a

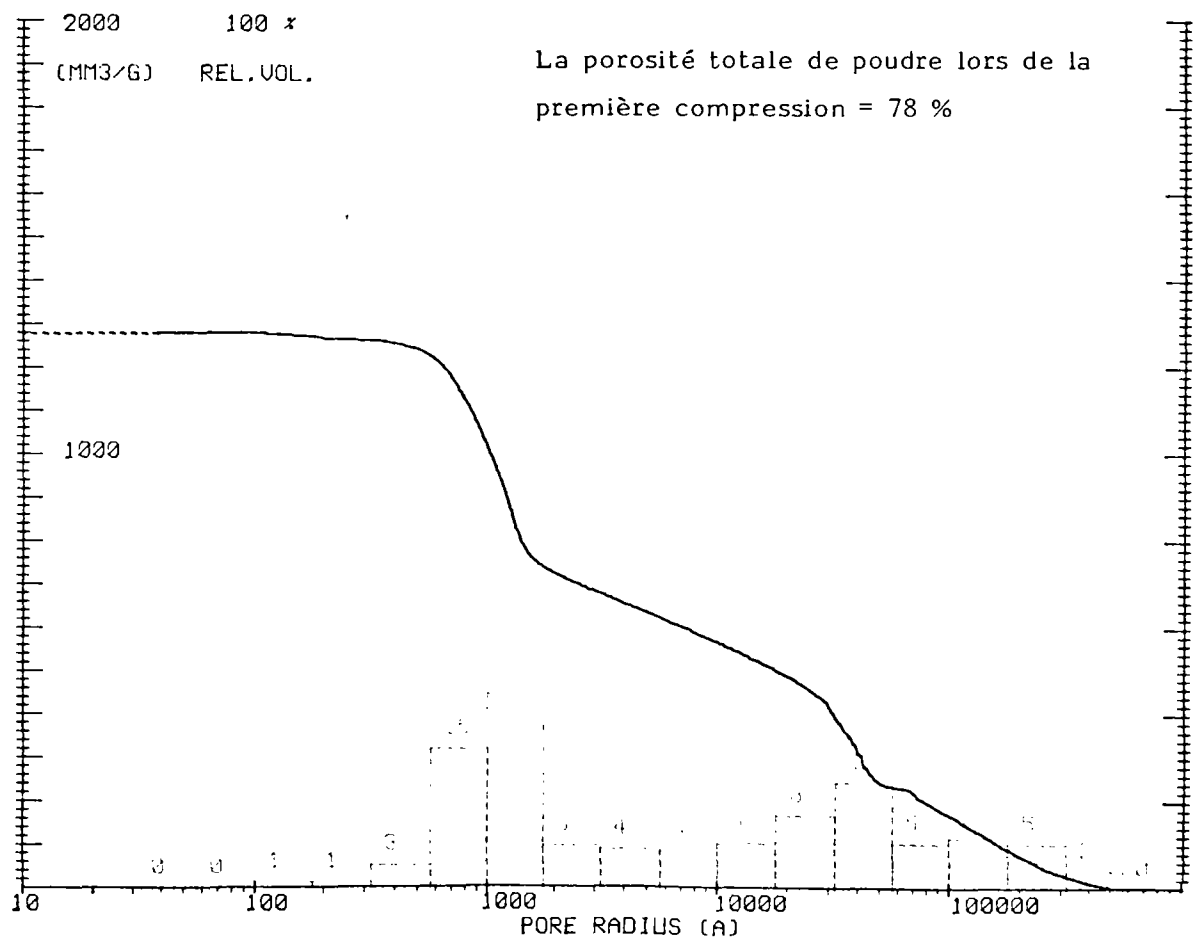


Figure 2 b

Calcul de granulométrie effectué pour $\theta = 141,3^\circ$; $(L'/A) = 4,8$;

rayons d'entrée de 0,004 à 0,15 micron

Distribution exprimée en volume

Diamètre des particules (micron)	courbe cumulée (% en volume)	histogramme (% en volume par classe)
0.50 - 1.00	44.32	44.32
0.20 - 0.50	94.81	50.49
0.10 - 0.20	98.31	3.50
0.05 - 0.10	100.00	1.69

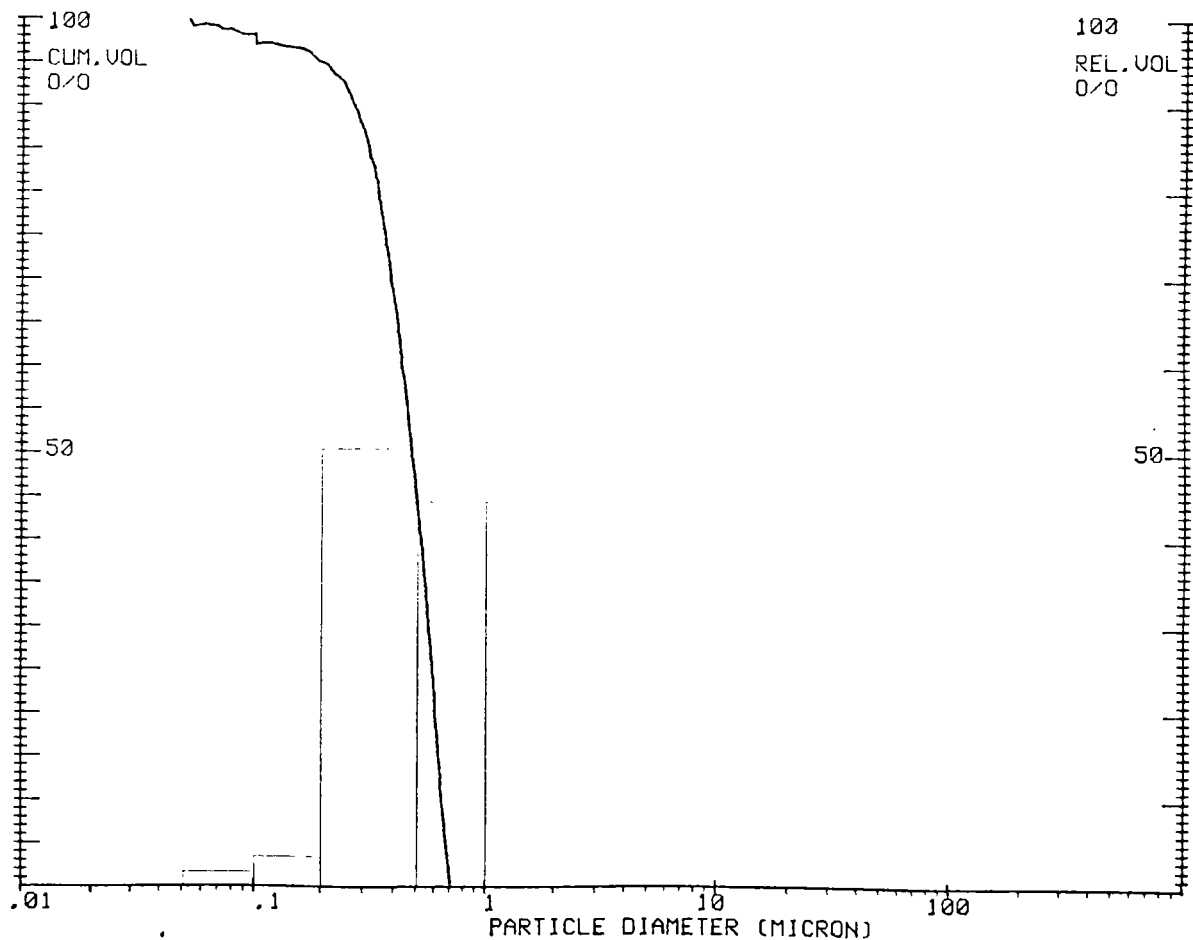


Figure 3

Quartz de référence BCR 66 (0,35 à 3,50 microns)

Figure 3 a : Courbes de pénétration du mercure pour trois cycles successifs. L'effet d'agglomération des grains disparaît dès la seconde compression.

Figure 3 b : Comparaison des résultats de granulométrie obtenus par différentes méthodes. Pour l'exploitation de la porosimétrie : $\theta = 137^{\circ}49'$; $d = 2,62 \text{ g cm}^{-3}$; porosité de poudre = 60,5 % ; $(L'/A) = 4,13$.

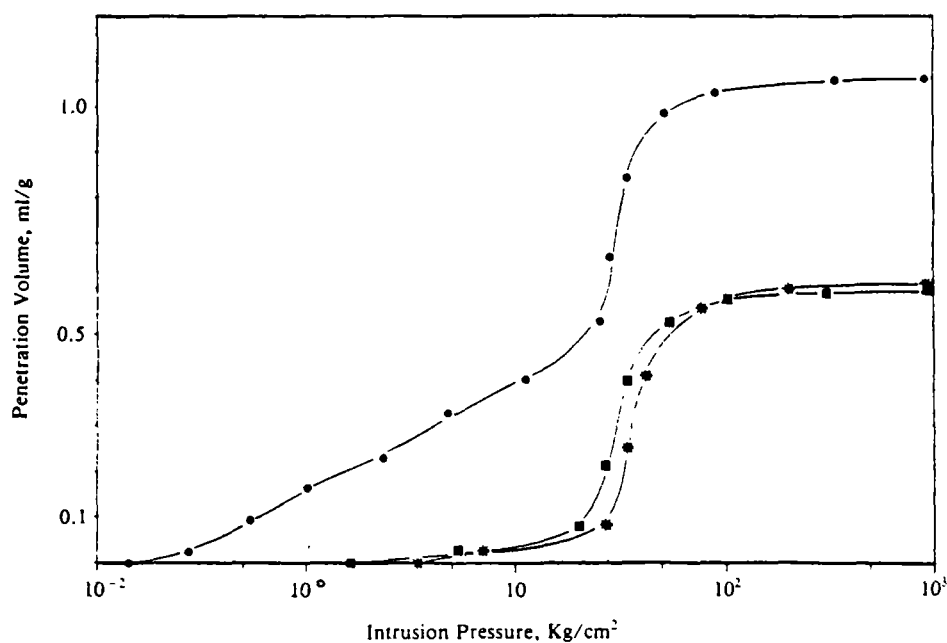


Fig. 3a Mercury intrusion of BCR 66 quartz powder; ● first run; ■ second run; * third run.

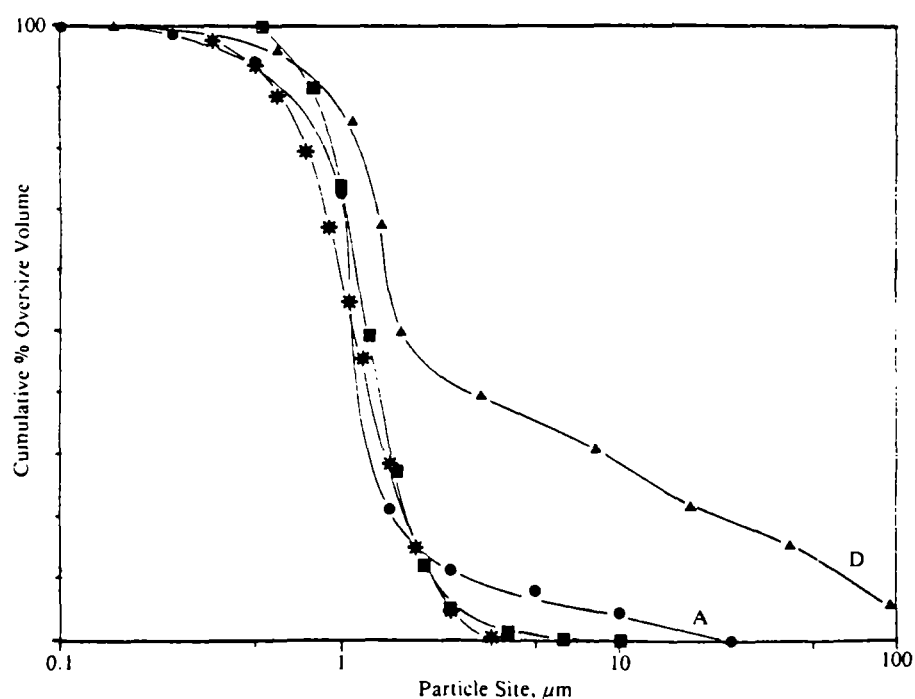


Fig. 3b Particle size distribution of BCR 66 quartz powder; ● mercury porosimetry, second run; * certification method; ■ electrical sensing zone method; ▽ mercury porosimetry, first run.

(exemple tiré de la référence 5)

Figure 4 a : exemples d'application de la porosimétrie au mercure à la mesure granulométrique de poudres.

La succession des cycles de pénétration de mercure montre l'effet de désagglomération des particules.

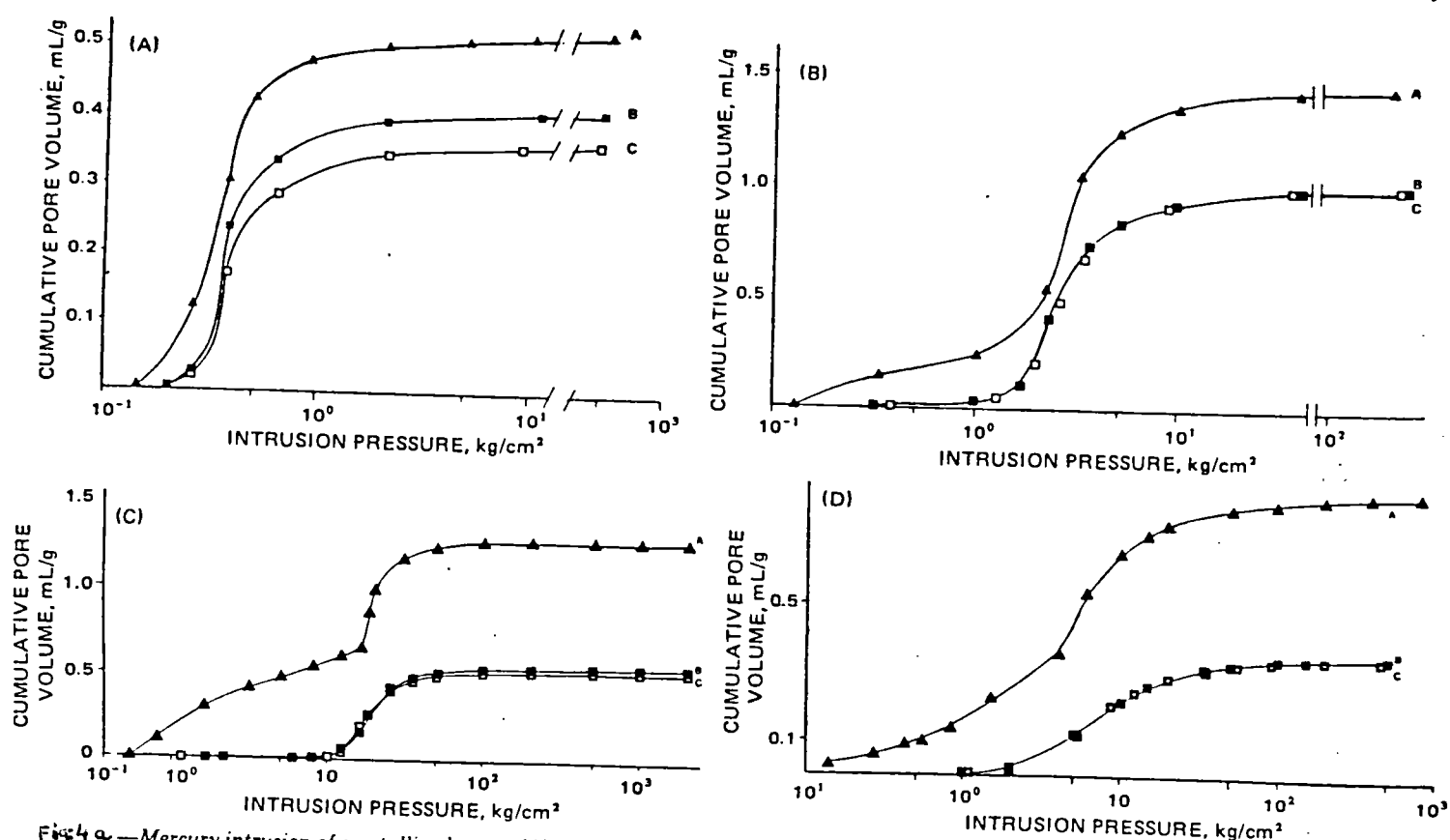


Fig 4 a — Mercury intrusion of crystalline lactose (A), microcrystalline cellulose (B), indoprofen (C), and magnesium stearate (D) powders. Key: (▲) first run; (■) second run; (□) third run.

(exemples tirés de la référence 6)

Figure 4b (suite) : exemples d'application de la porosimétrie au mercure à la mesure granulométrique de poudres

Calculs effectués pour les valeurs de l'angle de contact θ :

lactose cristallisé	: 144°
cellulose microcristalline	: 145°
indoprofène	: 147°
stéarate de magnésium	: 152°

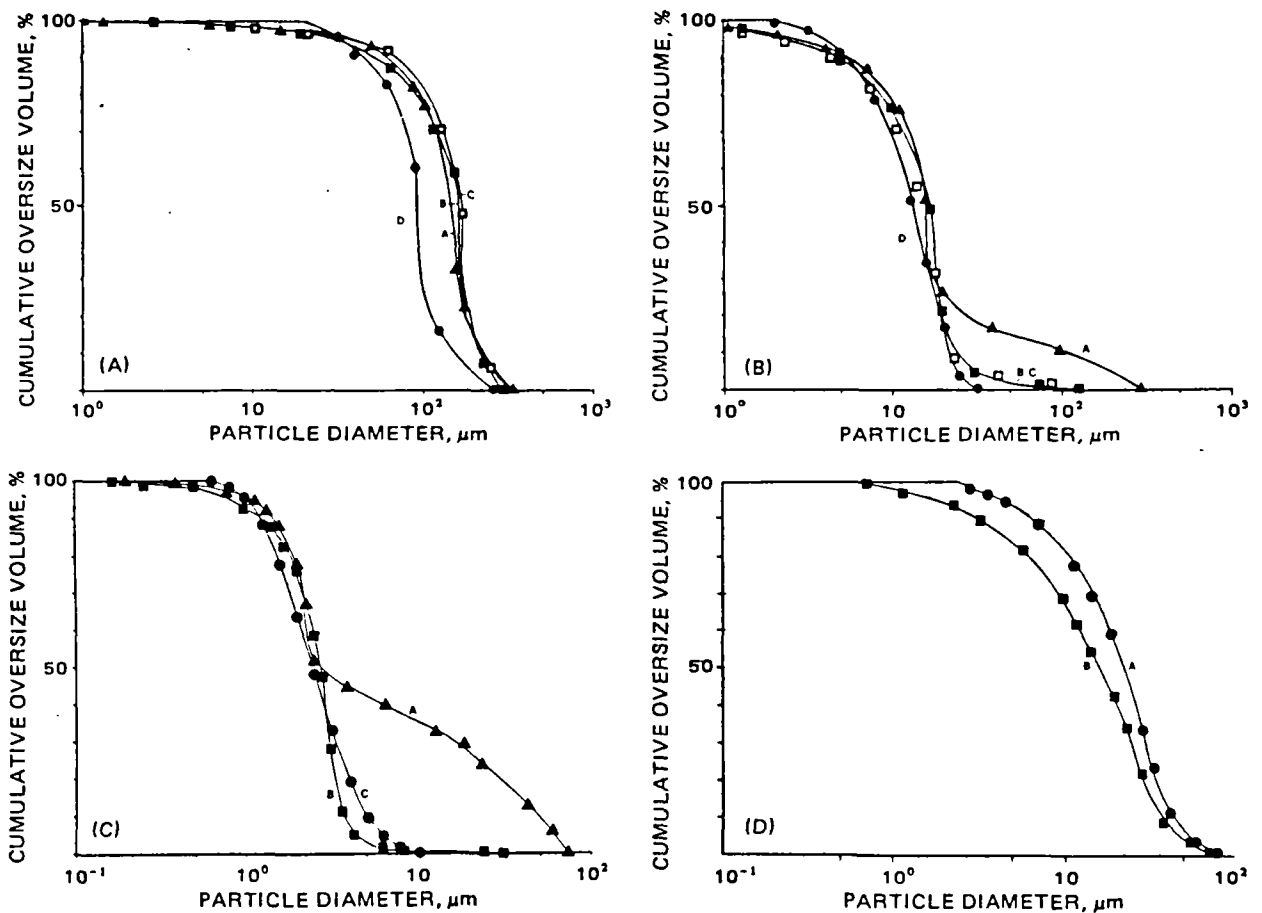


Fig. 4b—Particle size distribution of crystalline lactose (A), microcrystalline cellulose (B), indoprofen (C), and magnesium stearate (D) powders. Key: (▲) derived from the first mercury intrusion run; (■) derived from the second intrusion run; (□) derived from the third intrusion run; (●) derived by air jet sieving (A) or electrical sensing zone method (B-D).

Figure 5

Confrontation de différentes méthodes de mesure granulométrique

Figure 5a : Courbes de pénétration de mercure pour différents échantillons pulvérulents compacts et poreux.

Figure 5b : Distribution granulométrique pour des particules d'acier sphériques non poreuses.

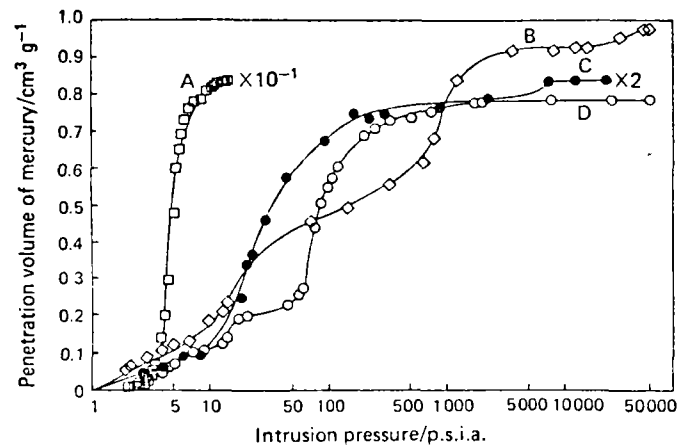


Fig. 5a Mercury intrusion graphs: A, Steel shot; B, barium sulphate; C, magnesium trisilicate; and D, dicalcium phosphate.

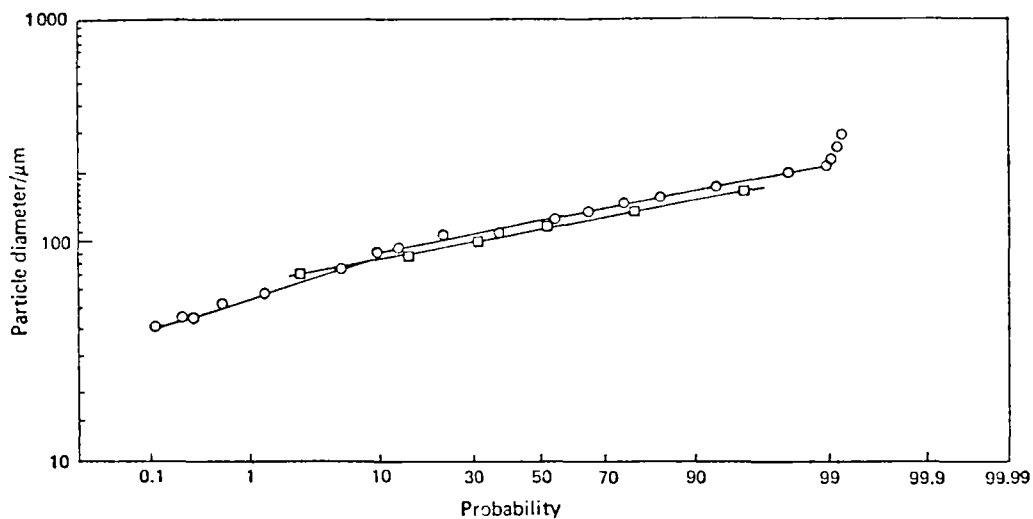


Fig. 5b Sieve and mercury intrusion size distributions for steel shot. $\circ$, Mercury penetration $118 \mu\text{m}$; $\square$, sieve size $112 \mu\text{m}$.

(exemples tirés de la référence 7)

Figure 5 (suite)

Confrontation de différentes méthodes de mesure granulométrique

Figure 5 c : Sulfate de baryum microporeux (rayons de pores < quelques nm)

Figure 5 d : Phosphate dicalcique mésoporeux.

Cette porosité est responsable d'un résultat biaisé dans le domaine de plus forte granulométrie.

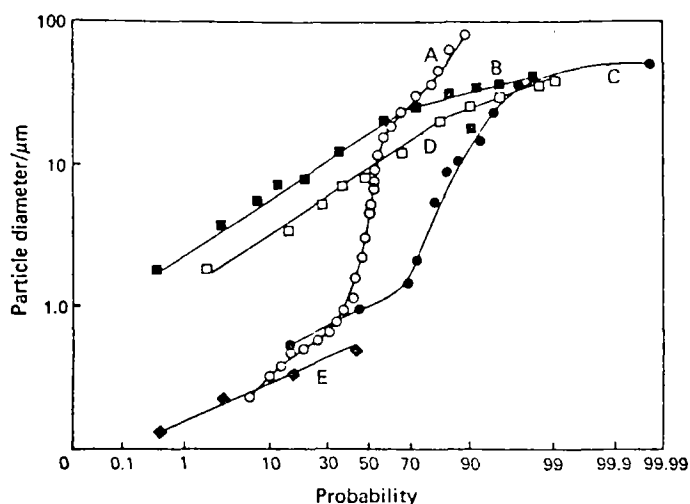


Fig. 5c Size distributions for barium sulphate. A, Mercury penetration ($\epsilon = 0.70$); B, WASP by mass distribution; C, electron microscope number count; D, WASP by surface distribution; and E, centrifuge by mass.

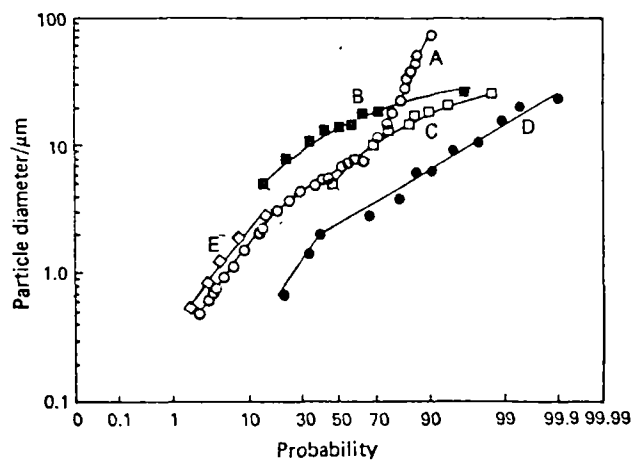


Fig. 5d Size distributions for dicalcium phosphate. A, Mercury penetration ($\epsilon = 0.64$); B, WASP by mass distribution; C, WASP by surface distribution; D, electron microscope number count; and E, centrifuge by mass.

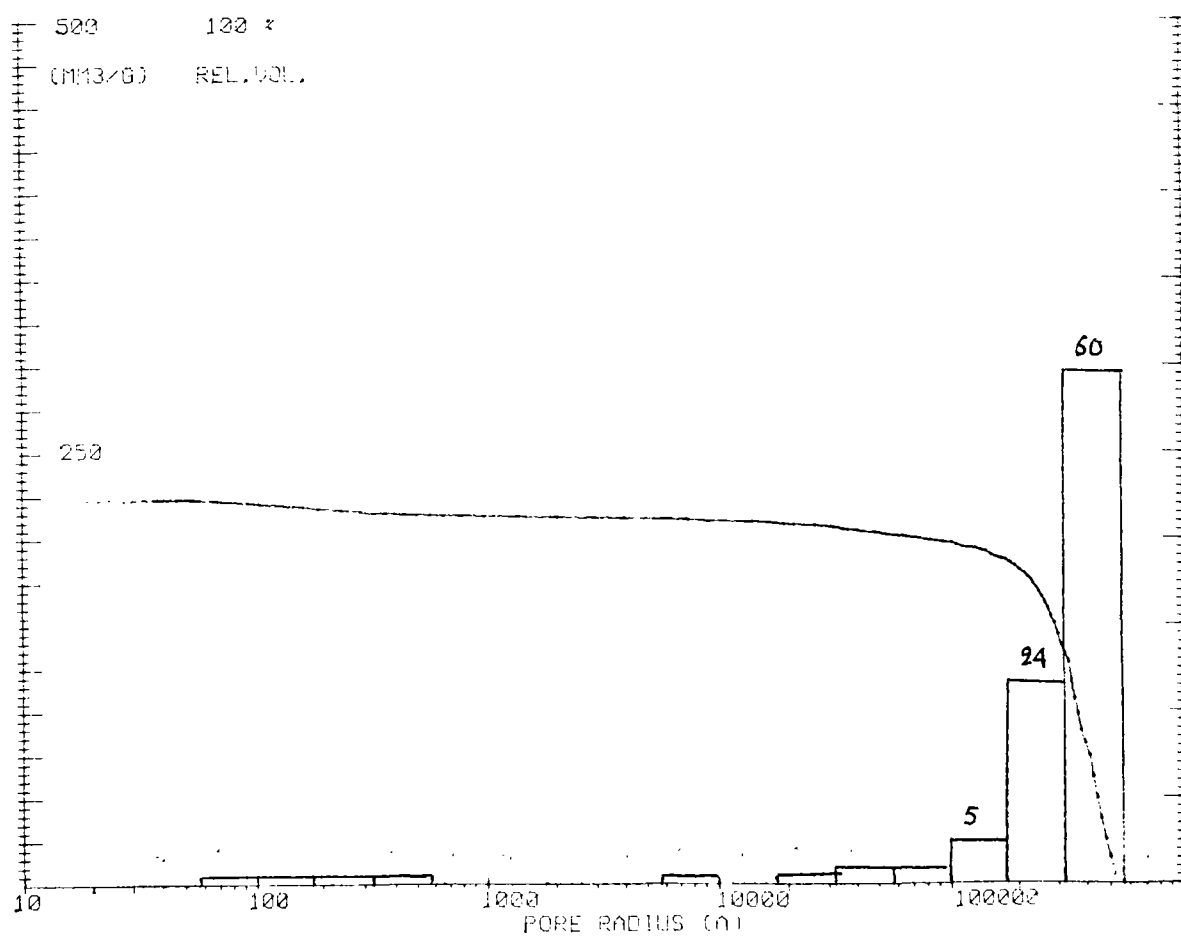
(exemples tirés de la référence 7)

Figure 6

Phosphate A

Tranche 100-315 microns
densité apparente de poudre = 1,78
porosité totale = 39,8 %

Le pic de macroporosité résulte de la pénétration interparticulaire.
Il peut être exploité à des fins granulométriques

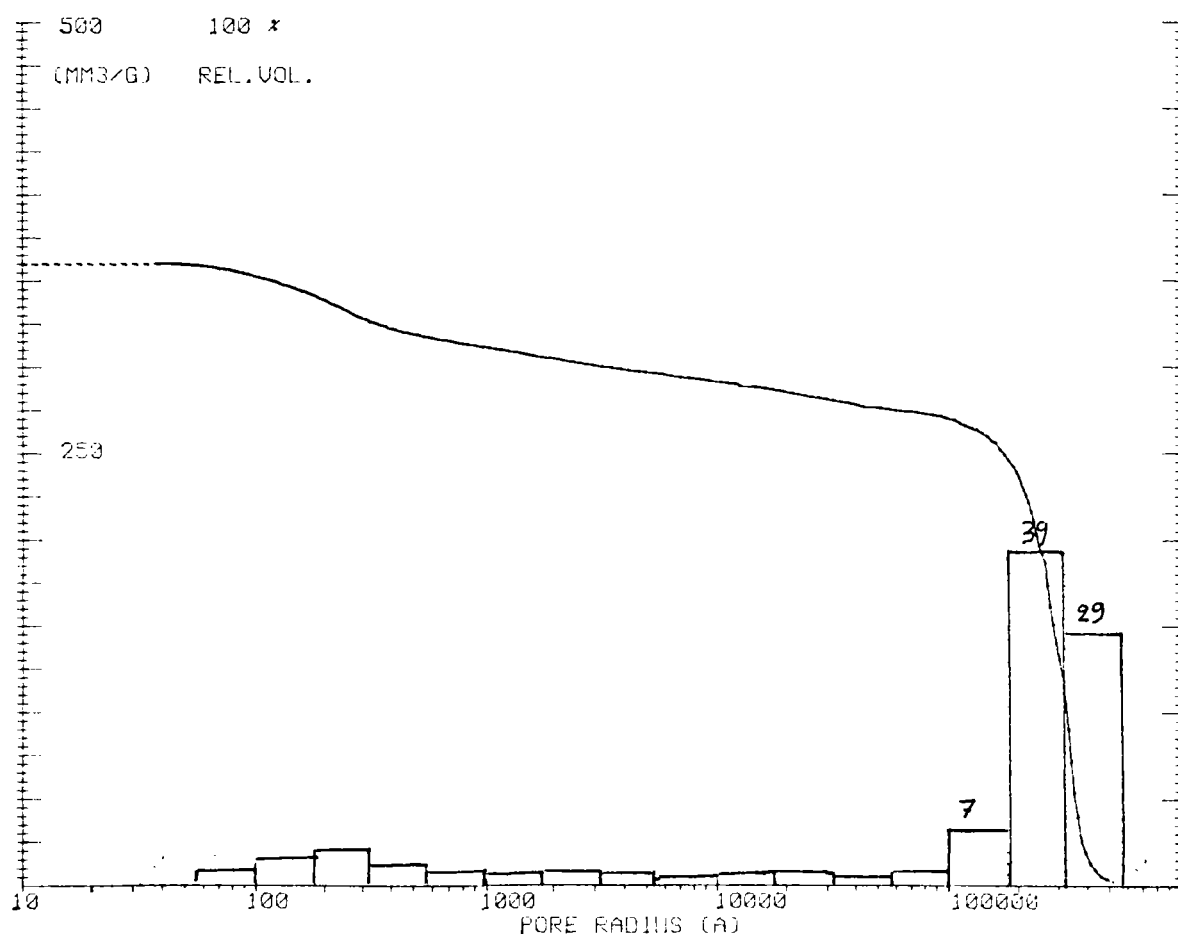


Porosité interparticulaire

Figure 7

Phosphate B

Tranche 100 - 315 microns
densité apparente de poudre = 1,43
porosité totale = 51,6 %



porosité interparticulaire

Figure 8

Phosphate A

tranche 630-800 microns
densité apparente de poudre : 2,86
porosité totale : 6,2 %

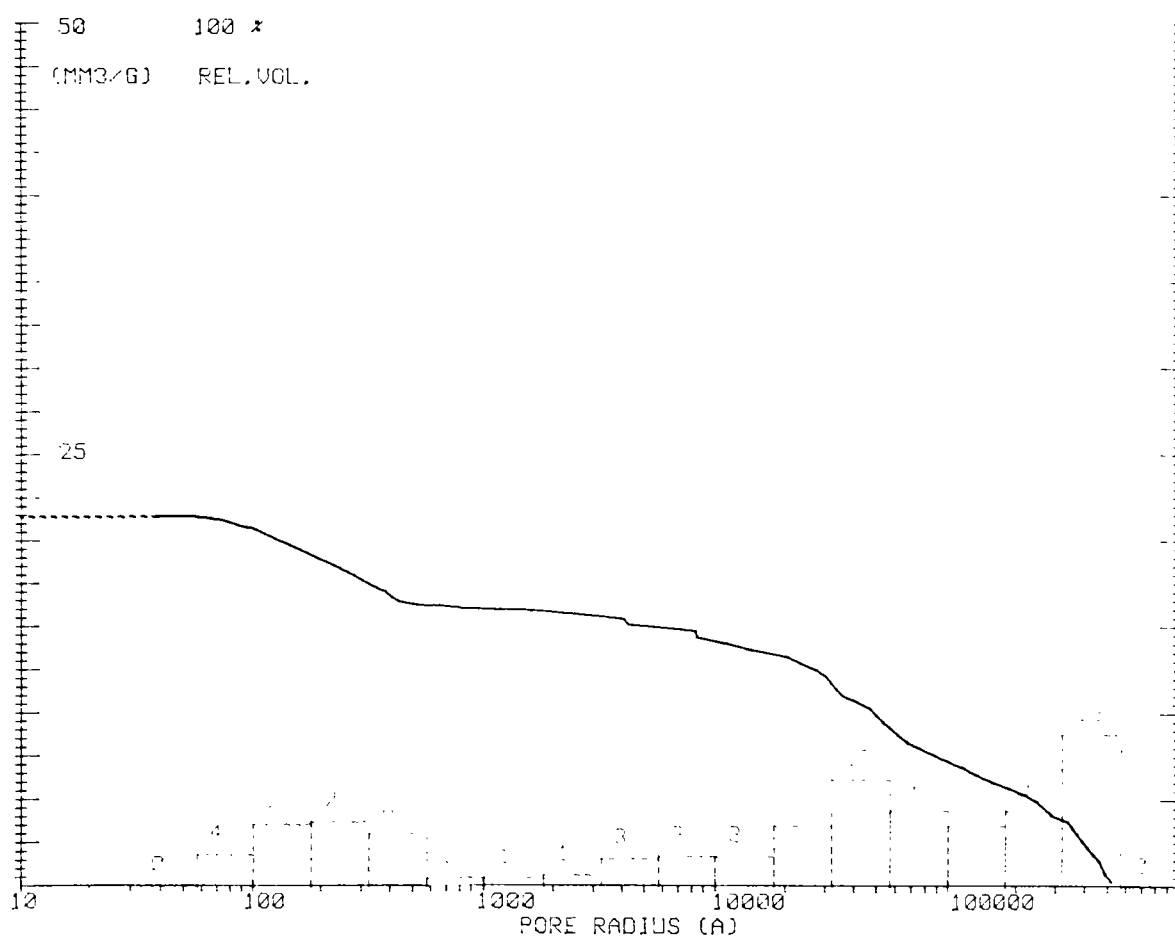


Figure 9

Phosphate B
Tranche 630 - 800 microns
densité apparente de poudre = 2,41
porosité totale = 24%

La contribution de la porosité intergranulaire est inférieure à 10 % du total .

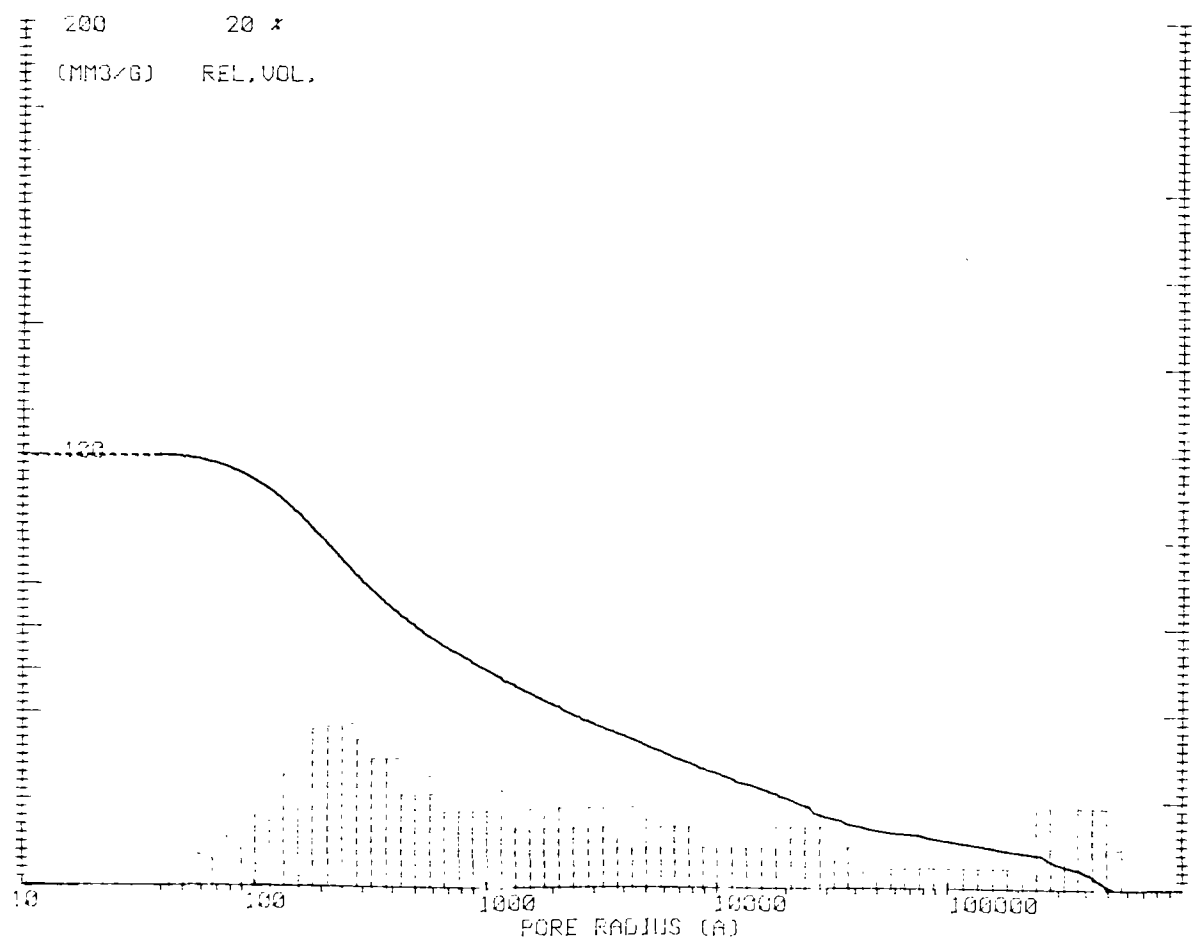


Figure 10

Phosphate C
Tranche 630 - 800 microns
densité apparente de poudre = 2,35
Porosité totale = 25 %

