

RUPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE SAAD DAHLEB DE BLIDA

Institut d'Aéronautique et des Etudes Spatiales

MEMOIRE DE FIN D'ETUDES

En vue de l'obtention du Diplôme

MASTER EN AERONAUTIQUE

Spécialité : Structure Avion

**Modélisation cinématique d'un broyeur horizontal pour
mécanosynthèse**

Présenté par :

ZAMECHA

MOHAMED ALI

Encadré par :

Dr ZIDANE DJILALI

Blida, décembre 2015

TABLE DE MATIERES

| | |
|---|----|
| RESUME..... | 6 |
| ABSTRACT..... | 7 |
| REMERCIEMENTS | 9 |
| DEDICACE..... | 10 |
| LISTE DES FIGURES..... | 11 |
| LISTE DES TABLEAUX..... | 12 |
| INTRODUCTION..... | 13 |
| Chapitre 1 : RECHERCHE BIBLIOGRAPHIQUE | 15 |
| 1.1 INTRODUCTION | 15 |
| 1.2 DEFINITION DE LA NANOTECHNOLOGIE..... | 15 |
| 1.2.1 DEFINITION ET CLASSIFICATION DES NANOMATERIEUX | 16 |
| 1.2.2 PROPRIETES DES NANOMATERIAUX..... | 21 |
| 1.2.3 Propriétés optiques | 23 |
| 1.2.4 Propriétés de transfert thermique | 23 |
| 1.2.5 Dureté :..... | 23 |
| 1.2.6 Malléabilité: | 23 |
| 1.2.7 Transparence: | 23 |
| 1.2.8 LES RISQUES LIES AUX NANOPARTICULES:..... | 24 |

| | |
|--|----|
| 1.2.9 LES PROCEDES DE FABRICATION DES NANOMATERIAUX | 31 |
| 1.3 Élaboration par voie physique | 31 |
| 1.3.1 Élaboration par voie chimique | 32 |
| Chapitre 2 : ETUDE CINEMATIQUE D'UN BROYEUR CYLINDRIQUE A BARRE POUR MECANOSYNTHESE..... | 35 |
| 2.1 INTRODUCTION | 35 |
| 2.2 Modélisation d'un broyeur horizontal à barre | 38 |
| 2.2.1 Vecteur position d'OM : | 39 |
| 2.2.2 Dans un repère fixe | 41 |
| 2.3 Expression de la vitesse de détachement des billes..... | 44 |
| 2.3.1 Détermination de la vitesse de choc des billes..... | 45 |
| 2.3.2 Calcul de la fréquence de choc des billes | 47 |
| 2.3.3 Calcul de la puissance de choc des billes:..... | 48 |
| 2.3.4 Test de broyage de l'alliage de poudre Ni ₁₀ Zr ₇ | 48 |
| Chapitre 3 : Procéder de MECANOSYNTHESE..... | 54 |
| 3.1 INTRODUCTION | 54 |
| 3.2 DEFINITION DE LA MECANOSYNTHESE..... | 54 |
| 3.3 Principe du broyage | 57 |
| 3.3.1 Broyage réactif..... | 58 |
| 3.3.2 Transformation de phase | 62 |
| 3.3.3 Mécanisme de broyage d'alliages et de composés | 63 |
| 3.4 Mélanges de poudres ductiles-ductiles | 64 |
| 3.4.1 Mélanges de poudres ductiles-fragiles..... | 65 |
| 3.4.2 Mélanges de poudres fragiles-fragiles | 65 |

| | |
|---|----|
| 3.5 Paramètre de broyage | 66 |
| 3.5.1 Le type de broyeur | 66 |
| Chapitre 4 : resultat et discussion..... | 70 |
| 4.1 INTRODUCTION..... | 70 |
| 4.2 PROGRAMME DE CALCUL | 70 |
| 4.3 Algorithme cinématique du broyeur horizontal | 71 |
| 4.3.1 RESULTATS DE L'ETUDE DU MOUVEMENT DU BROYEUR MECANIQUE :..... | 72 |
| 4.3.2 Les trajectoires du mouvement des billes dans le broyeur mécanique | 72 |
| 4.3.3 La variation de la vitesse de choc des billes | 74 |
| 4.4 La variation du temps de collision des billes | 75 |
| 4.4.1 La variation de l'énergie cinétique des billes | 77 |
| 4.4.2 La variation de la fréquence de collision ses billes..... | 78 |
| 4.4.3 La variation de puissance de choc des billes | 80 |
| 4.4.4 La variation de rayon de la surface de contact..... | 81 |
| 4.4.5 La variation de la surface de contact..... | 82 |
| 4.4.6 La variation de la force normale d'impact du bille..... | 83 |
| 4.4.7 La variation de la pression d'impact des billes | 84 |
| CONCLUSION | 86 |
| Conclusion Générale | 87 |
| APPENDICE A..... | 88 |
| BIBLIOGRAPHIE | 90 |

RESUME

L'étude consiste à étudier le mouvement de la bille à l'intérieur d'un cylindre horizontal entraîné par la rotation autour d'un axe afin de déterminer la vitesse de choc de la bille et son énergie cinétique, lesquelles entraînent la diminution de la taille des particules de poudre au cours du broyage. Plusieurs paramètres de broyage, à savoir : la vitesse de rotation, le diamètre de la bille et les caractéristiques géométriques du cylindre peuvent avoir une influence sur la taille de la poudre synthétisée. Le phénomène de dissipation d'énergie est inévitable dans le processus de broyage, le modèle de contact bille-poudre-bille et bille-poudre-paroi du cylindre sont adoptés dans la présente étude pour pouvoir évaluer les forces dynamiques et énergétiques engendrées par le broyage dans le cylindre.

ABSTRACT

The study is to investigate the movement of the ball within a horizontal cylinder driven by rotation about an axis in order to determine the crash velocity of the ball and its kinetic energy, which causes the decrease in the powder particle size during grinding. Several grinding parameters, namely: the speed, the diameter of the ball and the geometrical characteristics of the cylinder may have an influence on the size of the synthesized powder. The energy dissipation phenomenon is inevitable in the grinding process, the contact model ball-powder-ball and ball-powder-cylinder wall are adopted in this study to assess the dynamics and energy forces generated by grinding in the cylinder.

ملخص

وتعد هذه الدراسة للتحقيق في حركة الكرة داخل اسطوانة أفقية مدفوعاد ورائحو لمحو رمناج لتحديد سرعة سقوط الكرة والطاقة الحركية، والتي تتسبب في انخفاض مسحو قحجم الجسي ماتخلا لطن السرعة، و قطر الكرة وخصائص هندسية من الاسطوانة قد يكون لها تأثير على حجم مسحو قحجم المعلناتطن، وهي ظاهرة تبديد الطاقة أمر لا مفر منه في عملية الطحن، واعتمد نموذج الاتصال الكرة مسحو قحجم الحائط الكرة مسحو قحجم اسطوانة ان فيه. ذهالدراسة لتقييم ديناميات وقوات الطاقة المولدة عن طريق قطع حفيا لاسطوانة

REMERCIEMENTS

Nous prions et remercions ALLAH le tout puissant de nous avoir donné la foi et le courage a fin de réaliser ce modeste ouvrage sans que nous oublions nos très chères parents pour leurs aide très précieuse.

Nous tenons à remercier notre promoteur en premier lieu, le Dr. Dr ZIDANE DJILALI, qui nous a aidés profondément par son suivi et ses conseils durant notre projet, pour toute sa confiance qu'il nous a témoigné en nous proposant ce sujet. Ses conseils éclairés et sa large expérience scientifique ont permis l'aboutissement de ce travail.

Ainsi que tous nos professeur d'avoir efficacement achevé ce que de bon nos parents ont commencé.

En fin, que tous ceux ou celles qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce long travail ; trouvant ici l'expression de nos remerciements les plus sincères.



DEDICACE

*A toi, ma chère femme et a toi bon fié, je vous
dédie mon travail avec touts mes efforts, preuve
de mon affection et mon attention pour vous,
chaleureusement.*

*A toi, ma chère mère et a toi bon père, je vous
dédie mon travail avec touts mes efforts, preuve
de mon affection et mon attention pour vous,
chaleureusement.*

LISTE DES FIGURES

Figure 1-1 : Exemples d'objets présents dans la nature dans une échelle de taille en nanomètres

Figure 1-2 : Classification des nanostructures selon leur dimensionnalité

Figure 1-3 : Nanofils de Zn

Figure 1-4 : A gauche, un nanotube monofeuillet et sa structure moléculaire. A droite, la double hélice de l'ADN. Les dimensions sont comparables. (CNRS-ONERA)

Figure 1-5 Observation de tétrapodes de ZnO

Figure 1-6:représentation d'un modèle d'avion McDonnell-Douglas C-17 Globemaster III

Figure 1-7:l'intérieure d'un avion « structure interne »

Figure 1-8: Revêtement nano structuré

Figure 1-9:l'application des nanomatériaux dans les Moteurs d'aéronefs Figure 1-10 :l'utilisation de nanomatériaux dans l'intérieur d'avion

Figure 2-1 : Géométrie de la MGRH vu de cotée

Figure 2-2 : Vue de face et vue de côté gauche de la MGRH.

Figure 2-3 : Courbe de dé convolution obtenue par analyse DRX de la puissance de broyage correspondant à la puissance de choc injectée égale à 0.6 W/g, et définie entre les

Angles 35° et 75° (2θ). Les états de formation de l'élément pré-allié Ni₁₀Zr₇, et les

Pics relatifs des cristallines au mélange de poudre sont : [022] (35.8°), [401] (38.5°),

[113] (39.5°), [113] (39.8°), [402] (44.2°), [042] (56.5°) et [441] (65°) [40]. Figure 2-3 Exemple de défaut électrique de connexion (mauvais serrage)

Figure 3-1 : Schématisation de – la Formation de Poudres composites au stade initial de la Mécanosynthèse.

Figure tiré de la référence [18].

Figure 3-2 : Soudage à froid (a) et fracture De poudres composites (b) lors de la Mécanosynthèse. Figure tirée de la Référence [21]

Figure 3-3 : Fracture dynamique et dessoudage des poudres lors d'un choc bille-bille.

Figure 3-4 : Phénomène de concassage et de soudure à froid.

Figure 3-5 : Illustration de l'état d'une poudre après collision.

Figure 3-6 : Principe de la mécanosynthèse.

Figure 3-7 : Schéma illustrant les transitions possibles par mécanosynthèse.

Figure 3-8 : Schéma de la dynamique, fragmentation et de ressoudage des poudres lors du broyage.

Figure 3-9 : Les phases du processus de mécanosynthèse

Figure4-1 : schéma de calcul de la Vitesse de broyage

Figure4-2 : Les trajectoires que fait la bille dans le plan : (YZ)

Figure4-3 : Les formes de vitesse collision que fait la bille durant son déplacement au plan : (YZ)

Figure4-4 : La variation de Temps de collision des billes

Figure4-5: La variation d'Energie cinétique des billes

Figure4-6 : La variation de Fréquence de collision des billes

Figure4-7 : La variation de puissance injectée des billes

Figure4-8 : La variation de Rayon de surface de contact et surface de contact

Figure4-9: La variation de force normale d'impact de la bille

Figure4-10: La variation de Pression d'impact de la bille

LISTE DES TABLEAUX

Tableau I-1 Tableau 1.1 : Evolution du pourcentage d'atomes situés en surface en fraction du nombre d'atomes constituant la nanoparticule

Tableau I.2 : Tableau 1. Valeurs de calculées de documentées [27] et de l'énergie cinétique, de la fréquence de choc et de la puissance de choc pour le G5 et le G7 broyeur planétaires [18,19] broyeur Horizontal à barre (MHRM) (ce travail).

Tableau I-3: Constantes géométriques pour différentes configurations d'usines. Pour une surface courbe avec un rayon négatif de courbure $-r_2$; χ est défini comme $-r_2/R_b$.

INTRODUCTION

Le développement des nanotechnologies recèle un potentiel considérable d'avancées des connaissances et de transformations positives dans notre vie quotidienne, nouveaux outils de diagnostic médical, médicaments mieux ciblés, notamment pour combattre les tumeurs cancéreuses ou d'autres maladies graves telles le Sida.

Technologies transversales, irriguant de multiples secteurs d'activités, révélant et libérant des capacités que la matière ne dévoile pas à un niveau supérieur d'agrégation, les nanotechnologies recèlent un potentiel de développement économique et de création d'emplois incontournable pour le devenir de notre pays et celui de l'humanité toute entière.

L'étude consiste à étudier le mouvement de la bille à l'intérieur d'un cylindre horizontal entraîné par la rotation autour d'un axe afin de déterminer la vitesse de choc de la bille et son énergie cinétique, lesquelles entraînent la diminution de la taille des particules de poudre au cours du broyage. Plusieurs paramètres de broyage, à savoir : la vitesse de rotation, le diamètre de la bille et les caractéristiques géométriques du cylindre peuvent avoir une influence sur la taille de la poudre synthétisée. Le phénomène de dissipation d'énergie est inévitable dans le processus de broyage, le modèle de contact bille-poudre-bille et bille-poudre-paroi du cylindre sont adoptés dans la présente étude pour pouvoir évaluer les forces dynamiques et énergétiques engendrées par le broyage dans le cylindre.

Ce mémoire est structuré en quatre chapitres :

Le premier chapitre traite des généralités, il est constitué de quelques rappels importants sur les nanostructures et présente les différents procédés de fabrication des nanomatériaux, on présente aussi plusieurs domaines d'applications des nanomatériaux, en se basant sur l'industrie aéronautique.

- Le deuxième chapitre Etude cinématique et dynamique de la bille dans le broyeur mécanique, avec un schéma de la géométrie d'impact.
- Au chapitre trois Description du processus de broyage pour la mécanosynthèse d'une poudre élémentaire ou prés alliée.
- Dans le chapitre quatre y'aura l'interprétation des résultats et la discussion ainsi quelques tracés de courbes et une conclusion.

CHAPITRE 1 : RECHERCHE BIBLIOGRAPHIQUE

1.1 INTRODUCTION

La nanotechnologie est un jeu de construction à l'échelle atomique. Ce domaine de recherche commence à peine à être exploré, mais il pourrait bien s'imposer comme le développement technologique le plus important du 21^e siècle : avec elle, on quitte le monde mécanique de Newton et on rentre dans le monde quantique d'Einstein.

Le terme «nanotechnologie» regroupe un ensemble de théories et de techniques révolutionnaires qui visent à manipuler, étudier ou à fabriquer des objets de taille comparable à celle des atomes et des molécules, c'est-à-dire de l'ordre du milliardième de millimètre ou autrement dit nanomètre (10⁻⁹ m).

La conquête de l'infiniment petit a profité aux nanotechnologies les chercheurs peuvent maintenant concevoir des micromoteurs, des micros capteurs, des micros pompes, etc. L'essor des nanotechnologies, apparemment inéluctable dans le processus d'évolution, devait nous apporter énormément dans des domaines très vastes, il est également fort probable que ces technologies deviennent destructrices si nous ne les maîtrisons pas entièrement.

Ainsi les lois physiques paraissant insurmontables aujourd'hui, pourraient être dépassées. Les produits créés pourraient être moins coûteux, plus solides, plus efficaces grâce à la manipulation moléculaire. En ce qui concerne le revers de la médaille, en effet de telles technologies capables de se reproduire ou du moins de se répliquer par elles-mêmes pourraient être tout simplement cataclysmique puisque, par exemple, des bactéries créées dans un quelconque intérêt commun pourraient se répliquer à l'infini et causer des ravages sur la flore mais aussi sur la faune et même sur l'humanité pour le cas le plus pessimiste.

En plus de cela les nanotechnologies représentent de nos jours, à cause des diverses applications que l'on en fait, un risque pour les individus sur le plan éthique. Aussi, les questions autour de ce phénomène sont nombreuses :

- Comment observer, manipuler et construire des nano-objets ?
- En quoi les nanotechnologies amélioreront notre quotidien ?

Autant de questions qui trouveront des réponses à travers ce chapitre initiatique au monde de l'infiniment petit.

1.2 DEFINITION DE LA NANOTECHNOLOGIE

La nanotechnologie est l'avancée de la science. A présent nous pouvons créer des robots à la taille atomique. C'est à dire 10⁻⁹ mètre.

La nanotechnologie, n'est autre que la science du futur. Bien sûr il y en aura d'autres, on peut penser à la fusion dans le nucléaire, mais toutes les sciences de la future restent encore impossibles.

Il ne faut pas oublier que la fusion est à l'heure d'aujourd'hui impossible, et même certains scientifiques disent qu'elle ne se fera jamais réellement. On peut alors retrouver cette science du futur un peu partout. En effet la nanotechnologie est présente dans différents secteurs, comme par exemple, l'informatique, la médecine, l'électronique, la mécanique, la biologie, la chimie et l'optique. Nous nous intéresserons plus particulièrement à la nanotechnologie dans le secteur aéronautique

Tout d'abord, cela permet de faire des pièces bien plus petites que les autres et bien plus performantes. Car grâce à leur taille elles pourront donc être intégrées plus facilement dans des systèmes.

De plus nous pouvons nous en servir dans les composants d'un ordinateur, n'oublions pas que ces pièces ont des couts réduits en matériaux, de par leurs taille réduite

Pour finir, elle peut servir dans de nombreux domaines que nous ne voyons pas à l'œil nu, mais dans le futur, elle sera certainement utilisée au quotidien.

Les propriétés mécaniques dépendent de la température d'utilisation, de l'état de surface, des conditions d'application des efforts, de la vitesse de déformation... Elles sont déterminées, avec un certain intervalle de précision, au moyen d'essais normalisés.

1.2.1 DEFINITION ET CLASSIFICATION DES NANOMATERIEUX

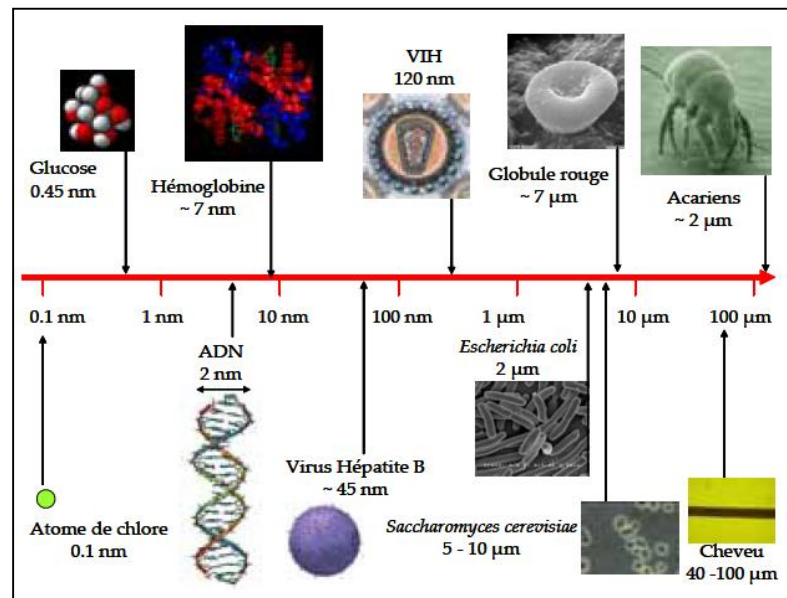
1.2.2 Définition :

Un nanomatériau est un matériau pour lequel au moins l'une des phases qui le compose a des dimensions inférieures à 100 nanomètres [1] .

Un nanomètre (nm) est la milliardième partie d'un mètre. Il existe des nanomatériaux élaborés ou fabriqués par l'homme et d'autres existants dans la nature. La figure (1.1) montre divers objets présents dans la nature, placés par rapport à une échelle nanométrique. Cette échelle va depuis le dixième du nanomètre, typique des atomes de taille moyenne comme le chlore ou des petites molécules comme l'eau, jusqu'aux centaines de micromètres ($1 \mu\text{m} = 10^3 \text{ nm}$), caractéristiques des petits insectes comme les acariens. Plusieurs molécules sont positionnées sur cette échelle : l'ADN (2 nm de diamètre). Au-dessus de cette gamme de taille, nous pouvons trouver les virus, tels que les virus de l'hépatite B (VHB), représentés sur la figure (1.1). Au-delà, dans le domaine des micromètres, o

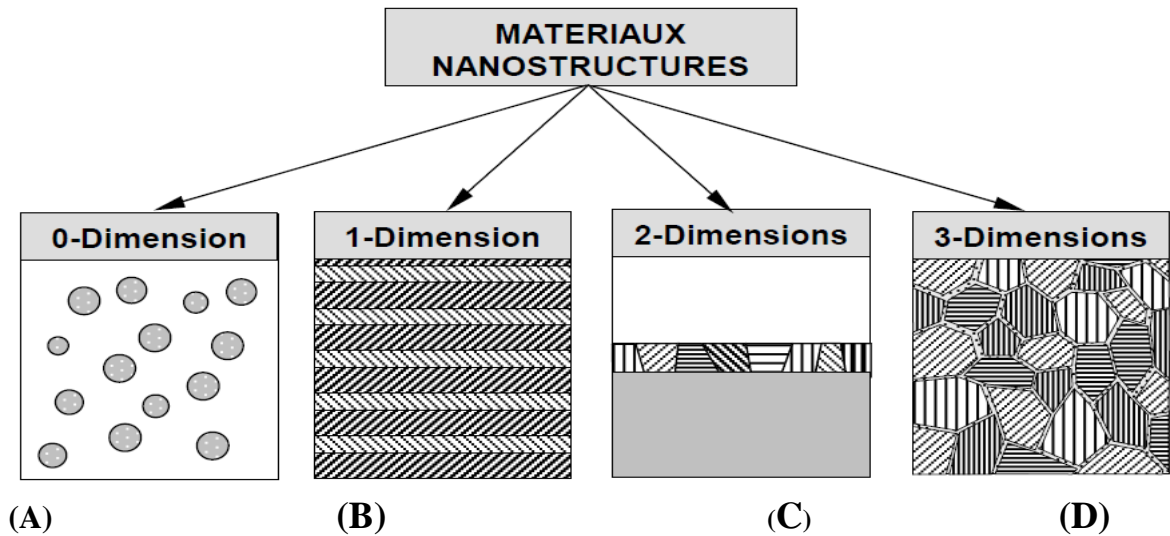
nanomètres(3)

Figure 1.1 : Exemples d'objets présents dans la nature dans une échelle de taille en



nanomètres(3)

Nous pouvons distinguer quatre familles de nanomatériaux, en fonction de leurs



Formes d'utilisation les matériaux de dimension 0 : sous forme dispersée, aléatoire

Ou organisée, les matériaux de dimension 1 : sous forme de nanofils ou de nanotubes, les matériaux de dimension 2 : sous forme de couche mince, et enfin les matériaux de dimension 3 : sous forme compacte comme dans les céramiques et les métaux nanostructurés. [1]

(A) nanoparticules ou mass d'atomes.

(B) multicouches constituées de couche d'épaisseur nanométrique.

(C) couches simples nanostructurées

(D) matériaux nanocristallins ou nanostructurés à 3D

A. matériaux de dimension 0 :

On désigne par nanocapsules les nanostructures creuses, dans lesquelles on peut introduire des substances comme des catalyseurs, nanoparticules ou cellules biologiques. Ces structures peuvent donc permettre le transport de médicaments par exemple. Ces nanocapsules ont une solubilité élevée et une résistance potentielle aux enzymes gastriques pour les applications médicales. [3]

On désigne par fullerènes les formes de carbone pur dont la structure est constituée de pentagones et d'hexagones. La forme la plus courante des molécules de fullerène est constituée de 60 atomes de carbones et a un diamètre d'environ un nanomètre.

Ces nanostructures sont antioxydant, ont une bonne résistance physique et possèdent des propriétés de supraconductivité à des températures très basses (absence de résistance électrique).

B. matériaux de dimension 1 :

Dans le domaine des nanomatériaux à une dimension, il convient de considérer les nanofils, les nanotubes et les tétrapodes

• Nanofils :

Le terme de nanofils est généralement utilisé pour les nano-objets longilignes dont les dimensions vont d'un nanomètre à quelques dizaines de nanomètres pour la section et de 500 à 10.000 nanomètres pour la longueur.

Les nanofils peuvent être utilisés pour la transmission de signaux électriques, optiques et même chimiques.

Ils peuvent également être envisagés comme fibres de renforts de textiles à haute limite élastique (blindage antichocs).

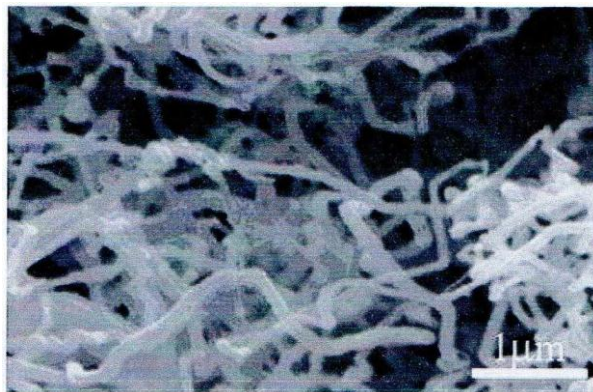


Figure 1.3 : Nanofils de ZnO (5)

Les nanotubes de carbone :

Les nanotubes de carbone sont constitués d'un ou de plusieurs tubes concentriques. Ils sont formés d'atomes de carbone disposés en réseau hexagonal ainsi que de deux demi-molécules de fullerène à chaque extrémité.

Les nanotubes peuvent avoir une longueur de plus de 5 μm pour un diamètre de 0,7 à 1,5 nm (nanotube simple) ou de 2 à 50 nm (nanotubes multiples). Il est possible actuellement de fabriquer des nanotubes dont la longueur n'est pratiquement plus limitée. [1]

Il n'a pas fallu longtemps aux nanotubes pour devenir mondialement célèbres. C'est en effet tout récemment, en 1991, que le Japonais Sumio Iijima, chercheur dans la société Nec a synthétisé ces longs cylindres carbonés baptisés depuis nanotubes.

En observant des suies produites par un arc électrique entre deux électrodes de carbone, il a observé des tubes aux dimensions surprenantes : plusieurs micromètres de longueur, pour seulement quelques milliardièmes de mètre (nanomètre) de diamètre, soit environ le diamètre de la molécule d'ADN présente dans nos cellules.

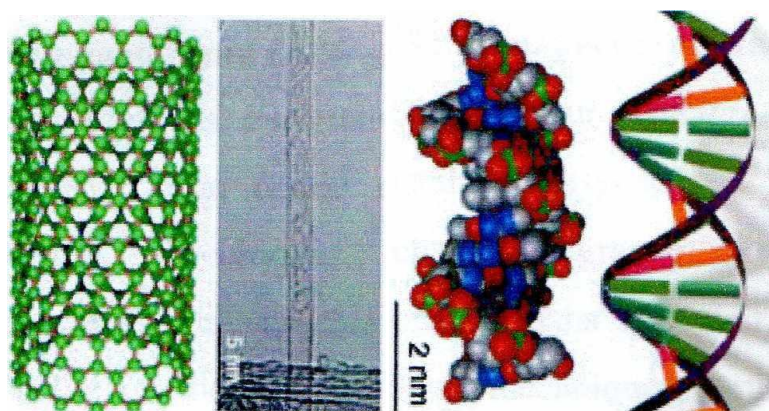


Figure 1.4: A gauche, un nanotube mono feuillet et sa structure moléculaire. A droite, la double hélice de l'ADN. Les dimensions sont comparables. (CNRS-ONERA) (6).

Les Tétrapodes :

Les tétrapodes de ZnO sont susceptibles d'avoir des propriétés physiques particulières, notamment optiques. Les nanostructures en ZnO ont des propriétés de semi-conduction.

Elles pourraient avoir des applications telles que l'augmentation de la résistance de composites en polymères ou l'absorption de micro-ondes par exemple. Les jambes des nano tétrapodes de ZnO ont une longueur généralement inférieure à 20 μm . [1]

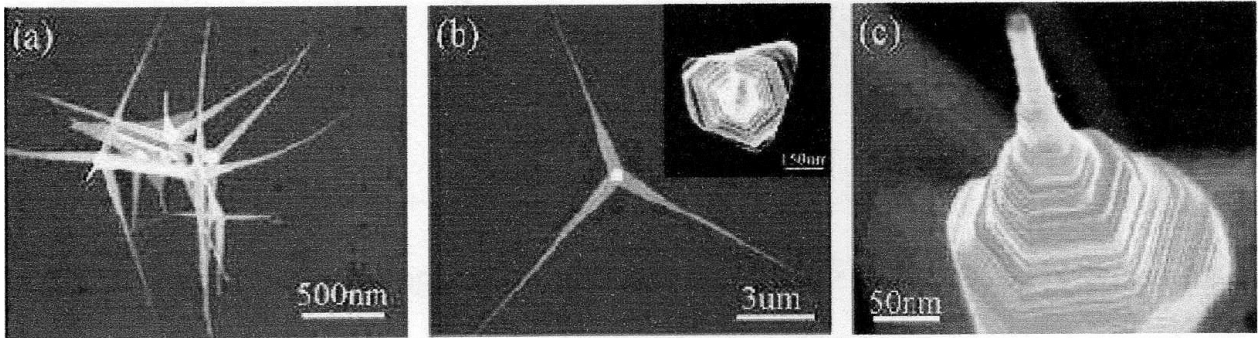


Figure 1.5 : Observation de tétrapodes de ZnO (5)

A. matériaux de dimension 2 : matériaux pour revêtements de surface

Les revêtements réalisés à partir de nanomatériaux constituent une voie de recherche très importante. Un revêtement peut être réalisé à partir de nano-couches élémentaires ou de multi-nanocouches pour doter la surface de propriétés mécaniques (dureté), thermiques (résistance à la chaleur, isolation), chimiques (résistance à la corrosion), biologiques, électroniques, magnétiques ou optiques. Ces revêtements sont fabriqués par dépôt physique ou chimique.

Pour les besoins dans le domaine de l'électronique et des circuits intégrés ou encore dans le domaine des surfaces pour applications tribologiques, des multicouches peuvent être élaborées afin d'améliorer certaines propriétés physico-chimiques. [1]

B. matériaux de dimension 3 :

Les matériaux nano composites disposent de propriétés physiques particulières de par leur structure intrinsèque (porosité, présence d'un réseau nanocristallin, microstructure), et ont une grande surface d'échange de par leurs formes complexes. Les nanoparticules sont produites dans une matrice, ce qui permet de changer des propriétés mécaniques, thermiques, magnétiques ou optiques. [3]

On distingue les composites à matrice organique, ceux à matrice polymère, à matrice métallique, ou encore à matrice céramique pour les hautes températures. Mais les propriétés sont aussi en fonction des renforts de différentes géométries contenus dans ces matrices. [3]

1.2.2 PROPRIETES DES NANOMATERIAUX

L'étude et l'utilisation de matériaux nanostructures connaissent un essor considérable en raison de leurs propriétés particulières par rapport aux matériaux massifs. Toutes les grandes familles de matériaux sont concernées : métaux, céramiques, diélectriques, oxydes magnétiques, charpentes silicatées, carbones, polymères, etc.

Du fait de leur taille, les nanomatériaux présentent des caractéristiques différentes de l'échelle macroscopique. La diminution du diamètre des particules conduit à une augmentation de la proportion d'atomes présents en surface (5 % des atomes d'une particule de 30 nm sont en surface, contre 20 % pour une particule de 10 nm et 50 % pour une particule de 3 nm). [1]

Une masse donnée de nanomatériaux sous forme de nanoparticules sera donc plus réactive que la même masse constituée de particules de plus grande dimension. Les matériaux nanocristallins sont constitués de poly cristaux qui peuvent être monophasés ou polyphasés, ayant la dimension de cristallites dans le domaine [1 - 1 00] nm ou même dans une seule dimension. [6,7]

Ces matériaux contiennent une fraction importante des atomes situés aux limites des grains, fraction qui peut leur donner des propriétés intéressantes qui ne se retrouvent pas dans l'équivalent massif. [5]

Les matériaux nanocristallins ont des propriétés supérieures aux matériaux ayant des tailles de grain plus grande, parmi ces propriétés amplifiées par la présence des interfaces et du large rapport surface/volume, on peut citer : la dureté supérieure, diffusivité amplifiée, ductilité supérieure, densité réduite, module élastique réduit, résistivité électrique supérieure, chaleur spécifique plus grande, coefficient de dilatation thermique supérieur, conductivité thermique plus petite et propriétés magnétiques douces meilleures .[6]







| | | Nombre total d'atomes | Atomes en surfaces (%) |
|---------------|---|-----------------------|------------------------|
| Un motif |  | 13 | 92 |
| Deux motifs |  | 55 | 76 |
| Trois motifs |  | 147 | 63 |
| Quatre motifs |  | 309 | 52 |
| Cinq motifs |  | 561 | 45 |
| Sept motifs |  | 1415 | 35 |

Tableau 1.1 : Evolution du pourcentage d'atomes situés en surface en fraction du nombre d'atomes constituant la nanoparticul

1.2.3 Propriétés optiques

Les nanoparticules ont des dimensions inférieures aux longueurs d'onde de la lumière visible (380- 780 nm), ce qui permet d'améliorer les propriétés optiques du matériau

1.2.4 Propriétés de transfert thermique

L'ajout de nanoparticules peut permettre d'améliorer certaines propriétés avec de faibles fractions volumiques.

En effet, l'ajout de nanoparticules de fer ou de cuivre peut modifier la conductivité thermique de fluides caloporteurs. Un ajout de 0,2 % en fraction volumique de nanoparticules de fer se traduit par une augmentation de plus de 10 % de la conductivité thermique.

1.2.5 Dureté :

La dureté d'un matériau correspond à sa capacité à résister à la pression. Plus un métal est constitué de grains fins, plus il est dur. Ainsi, le cuivre nano phase est deux fois plus dur que le cuivre normal.

Au sein d'un métal classique, il existe des dislocations, qui sont des défauts de la structure unissant les agrégats. Lorsqu'on exerce une contrainte sur le métal, on provoque un déplacement des dislocations et le métal se déforme. Or, dans un métal nano phase, les agrégats sont trop petits pour contenir des dislocations. En l'absence de ces défauts, la résistance à la déformation devient donc beaucoup plus importante : le nanomatériau est plus dur qu'un métal normal.

1.2.6 Malléabilité:

La malléabilité d'un matériau représente sa capacité à se déformer sans se casser. Il s'avère que les céramiques nano phases sont beaucoup plus malléables que les céramiques classiques, à qui l'on reproche souvent d'être très cassantes. En effet, lorsqu'une fracture se forme dans un bloc solide de céramique, les atomes proches se déplacent et se réarrangent pour la combler.

Plus les agrégats sont fins, plus le mécanisme de réparation s'opère facilement et rapidement : les grains glissent les uns sur les autres et les atomes ont peu de distance à parcourir. Ainsi, la taille des agrégats constitutifs confère aux nano céramiques une grande malléabilité.

1.2.7 Transparence:

Quand un matériau classique est opaque, le nanomatériau équivalent peut être transparent. En effet, les grains d'un matériau nano phase sont souvent trop petits pour disperser la lumière visible dont la longueur d'onde est supérieure à 380 nanomètres. Si sa structure ne comporte pas de lacunes trop grandes, le nanomatériau n'arrête donc pas la lumière.

1.2.8 LES RISQUES LIÉS AUX NANOPARTICULES:

Les hommes vivent en permanence et depuis toujours dans une atmosphère chargée de nanoparticules : nanoparticules d'origine naturelle (poussières de sable, de sel marin, d'origine végétal, émises lors d'incendies ou d'éruption volcaniques) ou nanoparticules liées à des activités humaines (feux de bois, condensation de gaz d'échappement des véhicules à moteur, chauffage urbain, etc.).

Ainsi, que soit en milieu rural ou en milieu urbain, chaque litre d'air que nous inspirons contient plusieurs millions de nanoparticules, parfois beaucoup plus, en milieu urbain fortement pollué par exemple.

On connaît depuis longtemps les maladies pulmonaires plus ou moins graves provoquées par l'inhalation de poussières de taille micrométrique (entre 1 et 100 μm), notamment en milieu professionnel : pneumoconioses, cancers broncho-pulmonaires ou de la plèvre, pour ne citer que les principales.

Certaines poussières ont ainsi une toxicité bien démontrée : poussières de fer, de béryllium, de charbon, de silice, d'amiante ou autres poussières minérales, poussières organiques, etc. [1]

Depuis une dizaine d'années, des données issues de l'épidémiologie environnementale et de la toxicologie expérimentale permettent de penser que les particules ultrafines (diamètre inférieur à 0,1 μm) pourraient, en raison même de leur dimension nanométrique, avoir une toxicité spécifique, et qu'il pourrait en être de même pour les nanoparticules manufacturées. [1]

Dans le cas d'une exposition respiratoire, la littérature évoque la possibilité d'un passage dans la circulation sanguine des particules de taille nanométrique. Cette affirmation est controversée et la question reste ouverte. Les particules nanométriques peuvent également s'introduire dans le système nerveux central.

D'après une expérience menée sur des rats exposés par voie inhalée pendant 6 heures à un aérosol de particules de graphite marquées avec un isotope radioactif, on observe une augmentation de la radioactivité dans les poumons mais aussi la présence d'environ 20 % de radioactivité dans le bulbe olfactif.

Cette étude a été approfondie en menant une expérience avec un aérosol de particules d'oxyde de manganèse pendant 12 jours. On a alors noté une accumulation de manganèse dans le poumon, dans le bulbe olfactif et dans plusieurs régions du cerveau (striatum, cervelet, lobe frontal).

Les propriétés physico-chimiques des nanomatériaux sont des déterminants majeurs de leurs potentiels effets délétères sur la santé ; la taille étant l'une des propriétés les plus importantes dans ce sens.

Une étude portant sur des rats exposés à des particules de noir de carbone de 14 nm et de 320 nm de diamètre, pour une quantité fixe de 500µg, a montré une augmentation de cellules inflammatoires pour les rats exposés aux nanoparticules de 14 nm tandis que cette même réaction ne s'observait pas dans l'autre groupe.

En raison de leur très petite taille, les nanoparticules peuvent présenter des propriétés physicochimiques totalement originales. [1]Une première caractéristique est leur forte réactivité. De façon générale, à volume total identique, celle-ci sera d'autant plus élevée, notamment avec les tissus biologiques, que leur taille individuelle est petite (rapport surface/volume élevé).

Une seconde caractéristique est liée à l'instabilité de leurs propriétés physico-chimiques, selon leur milieu. Pour les plus fines, les forces d'interaction augmentent lorsque la dimension diminue. Ainsi, des nanoparticules introduites dans un gaz ou dans des solutions liquides vont s'agglutiner ou absorber des substances chimiques en suspension, modifiant leurs propriétés initiales.

À l'inverse, la dispersion par usure des nanoparticules incluses dans des supports (peinture, pneumatiques ...) est peu connue. Au total, il semble impossible de dresser un modèle standard : chaque nanoparticule engendre des effets (notamment toxicologiques) spécifiques, et la réponse biologique croît avec leur surface et leur longueur.

1.2.8.1 L'APPLICATION DES NANOMATERIAUX

Les nanotechnologies trouvent de nombreux domaines d'application, comme par exemple les économies d'énergie pour les moyens de transport, le développement des énergies renouvelables, le traitement des pollutions, les matériaux de construction, les applications médicales, la cosmétique, la pharmacie, les technologies de traitement de l'information, l'optique, les textiles, ou encore les peintures.

Ces technologies se développent donc et vont continuer à se développer rapidement. Elles sont d'ores et déjà utilisées dans l'industrie, comme par exemple lors de la fabrication des pneumatiques. [8]

Nous nous intéresserons ici à la fabrication des nanoparticules et à leurs applications, notamment dans l'environnement et surtout dans le domaine aéronautique.



Figure 1.6 : représentation d'un modèle d'avion McDonnell-Douglas C-17 Globemaster III

1.2.8.2 Applications des nanomatériaux dans l'aéronautique

Le succès de l'industrie de l'aviation dépend de divers facteurs allant de la réduction de poids, la disponibilité des matériaux ayant des propriétés multifonctionnelles, éco-carburants favorables, une consommation de carburant inférieure, des systèmes de communication plus rapides et très réactives, des réparations moindre, une vie prolongée et sécuritaire, et beaucoup plus. [9]

La plus part des matériaux utilisés dans les avions, sont renforcés par des nanoparticules qui permettent d'améliorer leur rigidité tout en diminuant leur poids. Les trains d'atterrissage sont aussi renforcés par des nanoparticules recyclables et plus durables.

Il s'agit d'agrégats de noir de carbone et de silice qui est incorporés dans le caoutchouc lors de la fabrication d'un pneu, ces charges de renfort de dimension nano particulières sont indispensables à la performance des pneumatiques car elles renforcent la résistance à la rupture et à l'abrasion du pneu et contribuent ainsi à la réduction de la consommation de carburant.

Des nanoparticules sont aussi intégrées dans de nombreux éléments : peinture extérieure insalissable, plastiques inflammables et peu coûteux, textiles et recouvrements autoréparables. [9]

- A. Structure de l'aéronef ;
- B. Revêtements et les peintures ;

- C. Moteurs et pièces de moteurs ;
- D. Équipement intérieur et de l'ameublement.

1.2.8.3 Structure de l'aéronef

L'utilisation des nanomatériaux permet d'obtenir des matériaux légers qui ne compromettent pas la résistance et qui réduisent la consommation en carburant [11], quelque exemple sont cités :

Nano-composites polymères (NTC, BN, NCF) pour une haute résistance au poids, résistance élevée aux chocs et la protection contre les rayonnements ;

L'auto-guérison ou la réparation des matériaux ;

Nano composites à base d'argile pour renforcement structurel et résistance à la chaleur ;

Nanomatériaux pour l'absorption acoustique ;

Revêtements métalliques nanostructurés pour train d'atterrissage, une meilleure résistance à la corrosion et d'usure ;

Dépôt de nano poudres sur les surfaces vitrées (nettoyage auto et anti-éblouissement) ;

Des métaux et des céramiques nano renforcer, afin d'améliorer la fragilité et la ténacité [11]



Figure 1.7 : l'intérieure d'un avion (structure interne)

1.2.8.4 Revêtements et les peintures

Céramique déjà en usage ; par exemple $ZrO-8mol\% Y_2O_3$ dans les revêtements pour turbines à gaz et des jupes moteurs à réaction. [10]

Développements en cours :

Nano-revêtements pour alliages de magnésium : pour une meilleure résistance aux corrosions ;

Nano-revêtements pour réduire la traînée : amélioré l'efficacité aérodynamique ;

Diamond comme film pour une meilleure résistance à l'usure ; [12]

Revêtements de barrière thermique à base de ZnO ;

Revêtements super-hydrophobe, par exemple une aube de turbine à gaz dont les parties repoussent la saleté ;

Nano-pigments en céramique : la peinture ne perd pas de couleur lorsqu'elle est exposée à un rayonnement UV. [9]



Figure 1.8 : Revêtement nano structuré

1.2.8.5 Moteurs et pièces de moteurs

On cite quelques applications des nanomatériaux dans la motorisation [13]:

- Nano-grain des alliages ;
- La dispersion Nano renforcée alliages et des polymères ;
- Nanostructure des revêtements protecteurs ;
- Les matériaux électriques et magnétiques ;

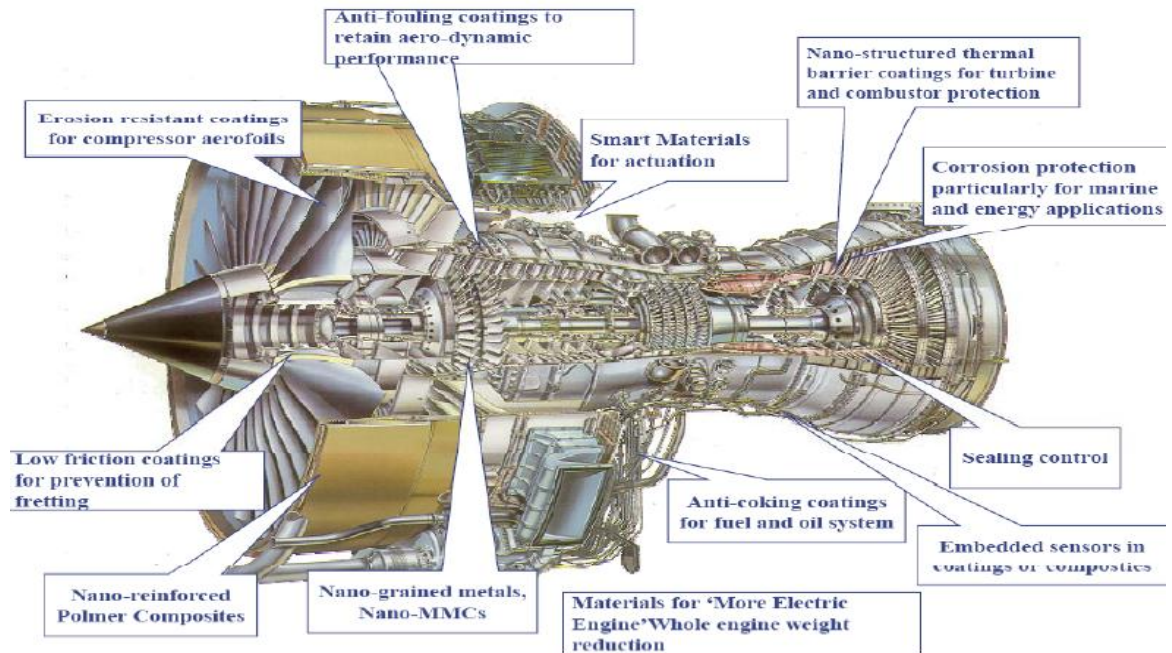


Figure 1.9 : l'application des nanomatériaux dans les Moteurs d'aéronefs

Les capteurs et actionneurs ;

Les avantages de l'utilisation des nanomatériaux dans un moteur :

- Augmentation de l'efficacité du moteur et de la fonctionnalité ;
- Réduction de l'impact environnemental ;
- Une résistance accrue ;
- Augmentation de la capacité de la température;
- Réduction des coûts. [14]

1.2.8.6 Équipement intérieur et de l'ameublement

Le développement des nanotechnologies est à l'origine de plusieurs évolutions capitales dans le domaine de sécurité, de confort et d'hygiène. [15]

Quelques exemples d'applications sont cités ci-dessous :

- Composites polymères nan argile pour une meilleure résistance à la flamme ;
- Capteurs chimique et biologiques de toxines et des émissions gazeux ;
- Nanomatériaux pour l'application de souffle et de balistiques ;

- Hygiène, ajout de nanoparticules ayant une activité anti-micorbial, exemple : des nanoparticules d'argent pour les selleries et les tapis [16] ;

Des écrans plats de nanotubes, des chercheurs du CEA ont réussi à fabriquer un écran plat de télévision en faisant pousser un nanotube en face de chaque pixel de l'écran.

Le nanotube conduit les électrons directement au bon endroit. Sa production industrielle est d'ores et déjà lancée [16].



Figure1.10 : l'utilisation de nanomatériaux dans l'intérieur d'avion

1.2.8.7 Autres applications aérospatiales des nanomatériaux

Ajout de nanoparticules (Al à l'hydrogène liquide) pour augmenter l'énergie de propulsion ;

- Ajout de nanoparticules (oxyde de fer) comme un catalyseur pour les propergols solides ;
- Les lubrifiants, non dangereux nano-fluides pour une utilisation hydraulique ;
- Les textiles techniques (vêtements et des équipements pour l'exploration spatiale) ;
- Les appareils électroniques nanométriques (batteries longue durée) ;
- Nanomatériaux pour fournir une protection contre le rayonnement cosmique [16] ;

1.2.9 LES PROCÉDES DE FABRICATION DES NANOMATÉRIAUX

Les nombreuses techniques de création des nanostructures peuvent être classées selon deux voies [17] :

La voie descendante (top-down) [18] : on part d'un matériau, on le « découpe » et on le « sculpte » pour réduire le plus possible les dimensions de l'objet ou du composant que l'on veut fabriquer. Cette technique permet notamment de fabriquer plusieurs milliers ou millions d'objets en parallèle. L'effort de miniaturisation a d'abord conduit à des composants de dimensions micrométriques pour descendre maintenant en dessous des 100 nanomètres. Il s'agit de la voie suivie par l'électronique depuis 30 ans. Toujours activement exploitée, elle se heurte de plus en plus à des limites techniques en descendant vers l'échelle nanométrique.

La voie ascendante (bottom-up) [17] : on assemble la matière, atome par atome, pour construire des molécules que l'on intègre ensuite dans des objets ou des systèmes plus grands, afin d'obtenir les propriétés ou les fonctions désirées.

Les procédés actuels permettant l'élaboration de nano-objets sont classés en 3 grandes catégories :

- A. Élaboration par voie physique ;
- B. Élaboration par voie chimique ;
- C. Élaboration par méthode mécanique ;

Compte tenu de la complexité des applications et de l'évolution rapide des techniques, il paraît difficile de donner une liste exhaustive des procédés utilisés ou en développement.

Quelques exemples parmi les procédés les plus couramment utilisés pour la fabrication de nano-objets sont présentés ci-après :

1.3 Élaboration par voie physique

Le principe de la fabrication de nano-poudre, par voie physique, consiste la plupart du temps à "geler" la croissance des grains de matière. Ainsi, l'élaboration des nano particules se réalise souvent à partir d'une phase vapeur.

Cette vapeur est extraite d'un matériau en fusion puis refroidie par collisions avec un gaz neutre. La vapeur est ensuite recueillie le plus rapidement possible sur une paroi froide, on limite ainsi la croissance des grains solides ou l'agglomération de ces derniers [19].

Les techniques de PVD (Physical Vapor Deposition) permettent la réalisation de couches minces ou de poudres nanométriques sans fondre le matériau de départ. La pulvérisation cathodique (sputtering) nécessite la création d'une cible solide du composé à déposer.

On soumet cette cible à un bombardement d'ions lourds et peu réactifs chimiquement (souvent des ions Argon). Ces ions, chargés positivement, extraits d'un plasma, sont accélérés. Ils viennent percuter la cible et transfèrent leur énergie mécanique aux atomes qui sont pulvérisés vers le substrat.

La maîtrise des conditions de dépôts (pression, état de surface et température du substrat...) permet alors la croissance de couches minces continues ou de grains à la surface du substrat [18].

1.3.1 Élaboration par voie chimique

L'élaboration de nano-poudre par des procédés physiques nécessite le contrôle des étapes de germination et de croissance d'agrégats d'atomes par des paramètres physiques.

Les procédés chimiques font de même mais cette fois, des réactifs permettant de contrôler la germination, la croissance, la composition et la forme des grains interviennent. Ces réactions chimiques peuvent s'effectuer en phases vapeur, liquide, ou solide [19].

A. Les réactions en Phase Vapeur :

La méthode la plus répandue est le dépôt chimique en phase gazeuse (CVD, chemical Vapor Deposition) [20]. Les matériaux précurseurs sont introduits sous forme gazeuse dans un réacteur permettant à la fois la dissociation des espèces et leur réaction chimique.

La dissociation des gaz introduits est obtenue soit par activation thermique (on chauffe le mélange à des températures importantes, 800 à 1500 °C), soit par l'obtention d'un plasma très réactif (ce plasma sera alors créé par des champs électriques et magnétiques appliqués au mélange gazeux). Les espèces ainsi créées pourront réagir chimiquement entre elles et venir se déposer en fines couches et/ou en nano-grains sur le substrat.

Le contrôle précis des conditions expérimentales (pression, température, mélange chimique) permettra de maîtriser la nature chimique ou cristallographique des composés fabriqués.

L'aspect morphologique sera lui aussi contrôlé (couches minces continues, agrégats plus ou moins denses, etc.). L'intérêt de Cette nature chimique du substrat et la qualité cristalline de la surface jouent un rôle prépondérant dans les processus de croissance.

A titre d'exemple, on citera la fabrication de carbone dans tous ses états cristallins par cette technique. Ainsi, le mélange de méthane (CH_4) et d'hydrogène (H_2) introduit dans un réacteur de CVD pourra produire suivant les conditions expérimentales des couches continues et épitaxiales de diamant, des couches peu adhérentes de graphite ou la croissance localisée de nanotubes de carbone.

Cette technique de CVD est bien sûr très adaptée à la fabrication de couches minces continues utilisées en microélectronique (couches semi-conductrices de silicium ou isolantes d'oxyde de silicium).

Si la faible quantité de réactifs, contenue dans les gaz, est un atout pour la formation de très petites particules en concentration suffisamment faible pour limiter l'effet d'agglomération, elle ne favorise pas la fabrication en grande quantité de poudres et donc une productivité importante [22].

A. Les réactions en Phase Vapeur :

B. Les réactions en phase liquide :

La synthèse en milieu liquide s'effectue souvent à partir d'une solution aqueuse ou organique contenant les réactants. La précipitation des nanoparticules est ici obtenue par modification de l'équilibre physicochimique, par exemple par l'ajout d'un réactif adéquat.

On distingue généralement la Co-précipitation chimique facile à mettre en œuvre et très utilisée pour la fabrication industrielle et l'hydrolyse permettant la fabrication de poudres homogènes tant en taille qu'en géométrie.

La synthèse par voie liquide est adaptée aux grands volumes et à une production de masse de nano poudres. Le procédé sol-gel est le plus prometteur [23]. Il s'agit de produire des matériaux vitreux, sans recourir à la fusion.

C. Élaboration par voie mécanique :

La technique dite de mécanosynthèse, ou Mechanical Alloying, consiste à broyer des poudres micrométriques (1 à 30 micromètre) de plusieurs alliages. Ce broyage se réalise à sec ou en présence d'un agent de contrôle pour mélanger les poudres d'éléments purs ou pré alliés dans un broyeur à haute énergie.

Cette action mécanique sur la matière pourra avoir trois conséquences : d'abord, la réduction des tailles des grains de matière et leur homogénéisation à l'échelle nano, sans réaction chimique. Ainsi, le mélange initial composé de poudres base Al ou Ni (matrice du matériau) et des poudres d'oxydes et/ou de carbures, est sollicité mécaniquement et soumis à une succession de collage (soudage) décollage (décohésion) des particules.

Cette succession purement mécanique a pour rôle d'homogénéiser physiquement les constituants initiaux et de stabiliser des propriétés mécaniques ou thermiques à l'alliage ainsi constitué. Autre conséquence : l'amorphisation des grains. Le travail mécanique peut induire une transition d'une phase cristalline en une nouvelle phase amorphe souvent très difficile à obtenir par d'autres méthodes. Enfin, l'activation de réactions chimiques peut également être induite par l'extrême division de la matière [24].

Une autre approche mécanique de la synthèse de nanomatériaux passe par l'application de fortes déformations à des matériaux ou à des assemblages de matériaux. Une succession cyclique de laminage appliquée à des feuilles millimétriques de fer et d'argent permet d'obtenir des "millefeuilles" à l'échelle nanométrique de ces composés possédant des propriétés magnétiques similaires à celles obtenues par dépôts successifs de ces éléments sur un substrat.

De la même manière, une succession d'étirage de fils de cuivre et de niobium permet la réalisation de conducteurs nanométriques de niobium, insérés dans une matrice de cuivre.

La fabrication des nanomatériaux nécessite le contrôle des conditions de synthèse afin de limiter la croissance des matériaux. Ce contrôle passe souvent par une dilution importante des réactifs (voie gazeuse) ou des conditions rapides ou métastables de cristallisation (voie chimique).

Ces conditions sont souvent peu compatibles avec une production de masse. La mécanosynthèse, malgré un rendement énergétique souvent peu satisfaisant, peut toutefois prétendre à la fabrication d'une plus grande quantité de matériau.

CHAPITRE 2 : ETUDE CINEMATIQUE D'UN BROEUR CYLINDRIQUE A BARRE POUR MECANOSYNTHESE

2.1 INTRODUCTION

Dans ce deuxième chapitre, une analyse mathématique est présentée. Elle permet de comprendre l'opération de broyage dans le broyeur à cylindre en position horizontale, en termes de l'étude du mouvement des billes, assimilées à une barre horizontale dans le broyeur, par rapport à un plan cartésien et afin de déterminer les paramètres physiques essentiels (vitesse, accélération, etc....) relatifs au broyeur mécanique.

Des calculs ont montré que le rôle des paramètres de broyage [25], entre autres : le volume de la jarre, la vitesse de rotation et le diamètre des billes ont une influence dans la détermination de la condition de détachement de la bille à partir de la paroi de l'enceinte de broyage. Ces auteurs ont montré que la condition d'impact de la bille a été établie en terme du rapport de la vitesse de rotation de la jarre sur celle de la vitesse de rotation du plateau, et ce dans le broyeur « type planétaire ». Une autre étude montre aussi le rôle des composantes de la vitesse de la bille à l'instant d'impact sur la paroi de la jarre. La force tangentielle détermine le rapport des vitesses angulaires de la jarre et du plateau, ce qui conduit à un transfert effectif de l'énergie d'impact vers la charge de poudre dans le broyeur planétaire [24].

La mécanosynthèse est une voie versatile permettant de synthétiser des matériaux sous forme de poudre de taille nanométrique ayant une nouvelle composition d'alliage et une microstructure métastable [25]. Cette nouvelle synthèse est due à une grande énergie de broyage, elle résulte d'un processus répété de déformation, fragmentation et soudage [25].

Plusieurs essais ont été entrepris afin de simuler la dynamique du processus de broyage en termes de la vitesse de choc, la fréquence d'impact et la puissance d'impact ainsi que l'énergie cinétique transférée à la poudre durant le broyage

[26, 27].

Maurice et Courtney [26] et Courtney [28] ont simulé les mécanismes de broyage en se basant sur le critère hertzien d'impact pour prédire le volume du matériau affecté par impact, la durée d'impact, le taux de résistance et le taux d'élévation et de refroidissement de la température. Ces auteurs ont fait une analyse sur des aspects phénoménologiques des collisions entre deux billes et/ou une bille avec la paroi de la jarre, c'est-à-dire la cinématique du mouvement de la bille.

D'un autre côté, Burgio et al [29] ont déduit un ensemble d'équations pour faire une étude cinématique et calculer la vitesse et l'accélération de la bille dans le broyeur planétaire, et ainsi, ils ont estimé l'énergie transférée aux particules de poudre. D'où, la position de la bille à l'intérieur de la jarre est, considérée comme indépendante de l'étude cinématique du mouvement. Cependant, cette analyse ne fournit pas un principe gouvernant qui prédit une condition optimale de broyage que certains auteurs ont tenté d'étudier le processus de broyage en utilisant des méthodes numériques, entre autres la méthode des éléments discrets (DEM).

Par la suite, Abdellaoui et Gaffet [30], Gaffet [31] et Gaffet et al. [32] ont suggéré à travers des analyses plus rigoureuses que la puissance de choc de la bille plutôt que l'énergie cinétique, peut définir la fin du produit synthétisé et l'efficacité du broyage.

Ainsi, ces auteurs se sont basés sur quelques paramètres importants pour l'étude cinématique, comme la variation de la vitesse angulaire du cylindre, son volume ainsi que le diamètre des billes afin de déterminer leur vitesse de choc. Ils déterminent ainsi, la quantité effective de la puissance / énergie transférée aux particules de poudre durant l'événement du choc.

De même, Beset et al. [33] proposent que l'estimation de la vitesse de choc soit déterminée expérimentalement à partir de la quantité de matière arrachée des billes.

Magini et Iasonna [34], Iasonna et Magini [35], et Magini et al. [36] ont considéré les mêmes conditions cinématiques déjà proposées par Burgio et al. [29], ils ont alors calculé l'énergie transférée par impact pour la comparer avec la puissance électrique/ mécanique consommée et avec celle déterminée expérimentalement. Malgré l'approche expérimentale préconisée par les auteurs, ces derniers ne donnent pas les conditions optimales.

De leur côté, Watanabe et al. [37] ont fait une simulation cinématique, ils ont lié la trajectoire du mouvement de la bille dans le broyeur planétaire au modèle amortisseur-ressort de Kelvin. L'analyse d'une observation photographique de la trajectoire de la bille montre qu'elle dépend du sens de rotation du disque et de la jarre.

Par la suite, Dallimore et Mc-Cormick [38] ont prédit un mouvement de broyage à deux dimensions, en utilisant la méthode d'élément discret «Discrete Element Method». Ils ont comparé les modèles viscoélastiques de Kelvin et Maxwell à un modèle élastique/ plastique afin de caractériser les collisions tangentielles et normales (radiales). De même, ces auteurs ont estimé la variation du mouvement de la bille et de l'énergie dissipée durant le choc en variant les paramètres de broyage en terme lors de la synthèse du matériau en poudre de CuO/Ni [38].

En ce qui concerne le type de collision, Le Brun et al. [39] ont formulé au cours de leurs travaux des hypothèses d'événements de collisions et leurs efficacités en variant le paramètre cinématique ($R_{critique}$: distance entre le centre du plateau et le centre de la jarre) sans toutefois donner leurs importances sur le mécanisme de broyage.

En conclusion des travaux de ces auteurs [30.32], nous remarquons que la plus part des recherches conduites dans le domaine de la dynamique du broyage par la mécanosynthèse, ont porté sur :

- Le rôle de la puissance totale d'impact P_t ;
- La prédilection de la trajectoire du mouvement de la bille dans la jarre.

Ainsi, qu'il est recommandé, un examen approfondira l'étude du broyeur mécanique afin de déterminer les conditions favorables d'un broyage mécanique en termes :

- De paramètres de broyage ;
- L'influence du choc des billes sur la paroi interne du cylindre.

Dans notre étude, nous présentons dans un premier lieu une analyse cinématique dans un plan cartésien en fonction de la rotation du cylindre. Deuxièmement, nous présentons le rôle des paramètres de broyage dans la détermination du critère de détachement de la barre horizontale qui compose un nombre de billes.

L'effet de la composante tangentielle de la vitesse de choc à un instant d'impact a été pris comme condition établir le critère d'impact effectif.

Dans notre étude, nous adopterons comme hypothèses:

Conditions favorables d'un broyage mécanique en termes :

- Dans notre étude, l'effet cumulatif d'impact de plusieurs billes à une barre horizontale sur la paroi du cylindre ;
- Les mouvements des billes ne sont pas supposés s'interférer entre eux, d'où l'étude de la cinématique et la dynamique d'une seule bille ;
- Pour l'estimation de l'effet du choc, on suppose que l'énergie cinétique d'impact est conservée sans prendre la poudre en collision.

On considère une barre horizontale qui forme un ensemble de billes, lesquelles sont définies comme un point matériel dans le cylindre qui est en mouvement de rotation et avec la condition

que les billes ne glissent pas sur la paroi du cylindre. Le mouvement de ces dernières est admis comme un événement périodique.

En plus, cette étude a pour objectif de montrer que l'utilisation de ce type de broyeur mécanique est aussi convenable et efficace dans l'élaborations des poudres par le procédé de mécanosynthèse, et particulièrement la puissance de choc mécanique injectée qui demeure vraie dans le contrôle de la structure au cours du processus de broyage. Le broyeur horizontal à cylindre dont le mouvement des billes forme des barres horizontales, est aussi comparable à d'autres broyeurs mécaniques utilisés en mécanosynthèse, à savoir : les broyeurs planétaires, les broyeurs vibratoires et les broyeurs attriteurs.

Ainsi, nous proposons dans ce qui suit une formulation mathématique de la modélisation du broyeur à cylindre en position horizontal.

2.2 Modélisation d'un broyeur horizontal à barre

Notre travail consistait à l'étude d'un broyeur à cylindre en position horizontal dont les billes sont assimilées à une barre horizontale qui, fait le choc de la poudre avec la paroi interne du cylindre, voir figure (2.1).

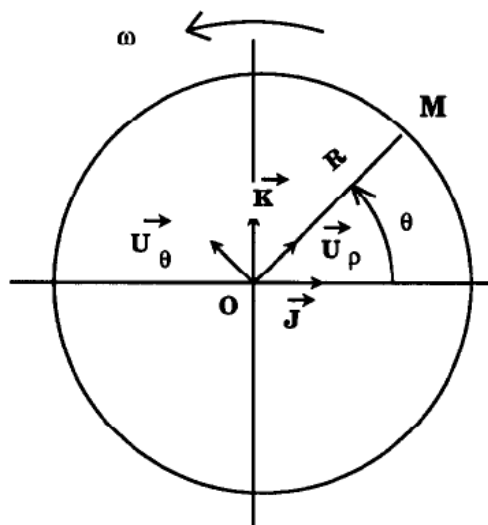


FIG 2.1 : Schéma géométrique du broyeur à cylindre horizontal donné en coupe Transversale, où M est un point matériel [y1]

2.2.1 1 Vecteur position d'OM :

Un référentiel est adopté pour le traitement mathématique est un repère cartésien, d'après la figure 2.1, nous avons :

- O centre du cylindre ;
- Le rayon du cylindre est, $R = OM$;
- L'angle de rotation du cylindre est, $\theta = \omega t$;

Pour faire des calculs, l'expression des coordonnées de la bille dans une base cylindrique est parfois souhaitable.

Basé sur la figure (2.1) la position du point de M par rapport à la base (\vec{j}, \vec{k}) est définie par :

$$\overrightarrow{OM} = R\overrightarrow{U}_\rho = [R(\cos(\theta))\vec{j} + \sin(\theta)\vec{k}] \quad (2.1)$$

2.2.1.1 Vitesse absolue de la bille avant le détachement

De la même figure ci-dessus, la vitesse absolue \overrightarrow{v}_a donnée par la dérivée par rapport au temps du vecteur \overrightarrow{OM}

$$\overrightarrow{v}_a = \frac{d(\overrightarrow{OM})}{dt} = \frac{d[R(\cos(\theta))\vec{j} + \sin(\theta)\vec{k}]}{dt} \quad (2.2)$$

Ceci devient :

$$\overrightarrow{v}_a = R \frac{d\theta}{dt} [-\sin(\theta)\vec{j} + \cos(\theta)\vec{k}] \quad (2.2a)$$

On pose:

$$\omega = \frac{d\theta}{dt} \quad (2.2b)$$

Et

$$\overrightarrow{U}_\theta = [-\sin(\theta)\vec{j} + \cos(\theta)\vec{k}] \quad (2.2c)$$

En remplaçant les équations (2.2b) dans l'équation (2.2a), l'expression finale de la vitesse de la bille dans la base (\vec{j}, \vec{k}) est

$$\vec{v}_a = R\omega[-\sin(\theta)\vec{J} + \cos(\theta)\vec{K}] \quad (2.3)$$

En plus, la vitesse de la bille peut être donnée par :

$$\vec{v}_a = R\omega\vec{U}_\theta \quad (2.4)$$

2.2.1.2 Accélération absolue de la bille avant le détachement:

L'accélération absolue $\vec{\gamma}_a$ de la bille toujours matérialisée par le même point **M**, obtenue par la dérivée de sa vitesse par rapport au temps, est la suivante

$$\vec{\gamma}_a = \frac{d(\vec{v}_a)}{dt} = \frac{d(R\omega\vec{U}_\theta)}{dt} \quad (2.5)$$

En remplaçant l'équation (2.2c) dans celle de (2.5), la nouvelle expression de l'accélération sera donc la suivante, après développement et simplification par rapport au repère cartésien:

$$\vec{\gamma}_a = R\dot{\omega} = \frac{d\theta[-\cos(\theta)\vec{J} - \sin(\theta)\vec{K}]}{dt} \quad (2.6)$$

D'où :

$$\vec{\gamma}_a = -R\omega^2[\cos(\theta)\vec{J} + \sin(\theta)\vec{K}] \quad (2.7)$$

L'expression (2.7) peut être aussi exprimée en fonction du vecteur \vec{U}_ρ

Donnant ainsi une meilleure représentation de l'accélération absolue de la bille, à partir de la figure 2.1

$$\vec{U}_\rho = [-\cos(\theta)\vec{J} - \sin(\theta)\vec{K}] \quad (2.8)$$

On remplace (2.8) dans (2.7), obtient alors

$$\vec{\gamma}_a = -R\omega^2\vec{U}_\rho \quad (2.9)$$

Concernant l'amplitude de l'accélération absolue, elle est donnée par l'expression :

$$\|\vec{\gamma}_a\| = -R\omega^2\vec{U}_\rho \quad (2.10)$$

2.2.1.3 Condition de détachement de la bille :

Elle peut avoir lieu par dans un repère (O, \vec{j}, \vec{k}) par rapport au plan de la trajectoire de la barre horizontale qui compose l'ensemble de billes dans le broyeur mécanique

2.2.2 Dans un repère fixe

D'après le principe fondamental de la dynamique, la somme des forces extérieures appliquées à la bille, est égale au produit de son accélération absolue par sa masse.

Les forces physiques extérieures appliquées à la bille sont :

- Son poids (action de la pesanteur).
- La réaction du cylindre (principe de l'action-réaction).

Le poids de la bille est négligeable devant la réaction de la jarre. De plus, les deux effets n'agissent pas suivant la même direction. Ainsi, nous restreindrons les forces extérieures appliquées à la bille à seulement la réaction de la jarre. Ceci nous permet d'exprimer le principe fondamental de la dynamique appliqué à la bille comme suit :

$$\vec{F}_{\text{réaction}} = m\vec{\gamma}_a \quad (2.11)$$

La figure (2.2) montre une vue de face et une vue de profil du broyeur horizontal à cylindre, où les billes forment une barre longitudinale, avec en:

- (1) C'est le corps d'impulsion permettant de soulever la barre qui forment les billes (système de soulèvement) ;
- (2) C'est la barre qui forme l'ensemble de billes et dans la direction horizontale ;
- (3) C'est la paroi du cylindre qui représente ses deux (02) bases, dont les corps impulsifs sont attachés.

D'après le principe fondamental de la dynamique, la résultante des forces extérieures agissant sur la barre horizontale est égale au produit de sa masse par son accélération. Les forces appliquées sur la barre sont : le poids, la force de pesanteur, et la force de réaction du cylindre ainsi que la force de réaction du corps impulsif.

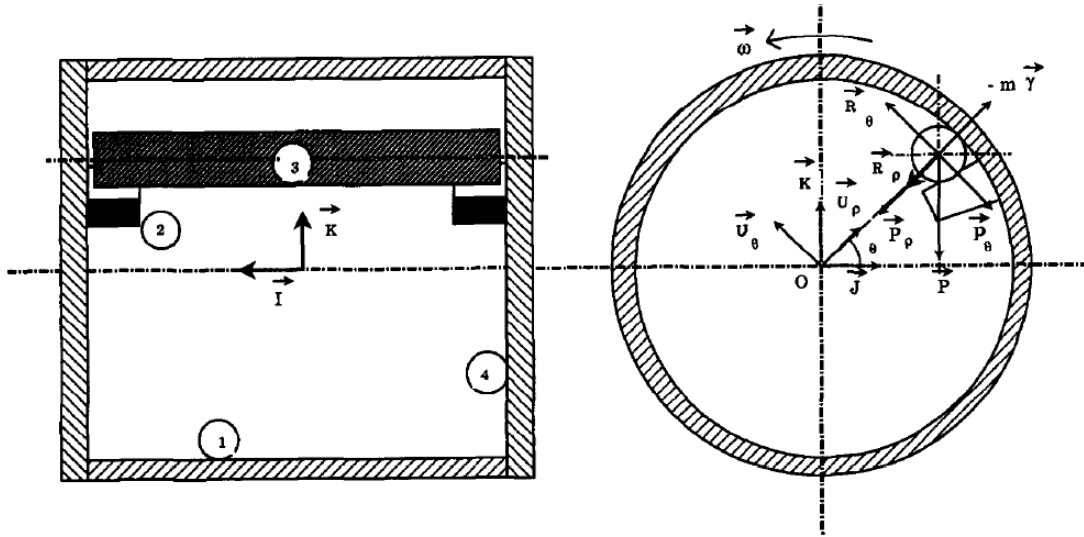


FIG 2.2 : Vues de face et de profil du broyeur à cylindre où les billes forment
Une barre horizontale.

De la figure 2.2 et par rapport à un repère lié à la barre fixée au cylindre. Ainsi, à l'équilibre dynamique de la barre qui s'exprime par :

$$-m\vec{\gamma}_a + \vec{R} + \vec{P} = \vec{0} \quad (2.12)$$

Avec ;

- \vec{R} : Réaction du cylindre ;
- \vec{P} : Poids de la barre horizontale qui forme l'ensemble de billes ;
- m : Masse de la barre horizontale²

La résolution de l'équation (2.12) peut être faite en écrivant le poids de la barre composant les billes, ainsi que les réactions du corps impulsif et du cylindre en fonction des vecteurs \vec{U}_ρ et \vec{U}_θ . De la figure 2.2, nous avons les projections des forces:

$$\vec{R} = \vec{R}_\rho + \vec{R}_\theta \quad (2.13a)$$

$$\vec{P} = \vec{P}_\rho + \vec{P}_\theta \quad (2.13b)$$

Ces équations (2.13a) et (2.13b) deviennent ;

$$\vec{R} = -R\vec{U}_\rho + R\vec{U}_\theta \quad (2.13c)$$

$$\vec{P} = -mg\cos\left(\frac{\pi}{2} - \theta\right)\vec{U}_\rho + -mg\sin\left(\frac{\pi}{2} - \theta\right)\vec{U}_\theta \quad (2.13d)$$

Avec ;

g : l'accélération de la pesanteur.

La projection de ces forces données par les équations (2.13c) et (2.13d) par rapport aux vecteurs \vec{U}_ρ et \vec{U}_θ ,

$$R\vec{U}_\rho - mg\cos\left(\frac{\pi}{2} - \theta\right)\vec{U}_\rho + mR\omega^2\vec{U}_\rho = \vec{0} \quad (2.14)$$

$$R\vec{U}_\theta - mg\sin\left(\frac{\pi}{2} - \theta\right)\vec{U}_\theta = 0 \quad (2.15)$$

Le détachement de la barre horizontale d'un angle θ_d de la surface intérieure du cylindre, d'après le principe de l'action-réaction, la composante radiale de la réaction du cylindre doit s'annuler, l'équation (2.14) du système précédent devient alors:

$$-mg\cos\left(\frac{\pi}{2} - \theta\right)\vec{U}_\rho + mR\omega^2\vec{U}_\rho = \vec{0} \quad (2.15)$$

L'équation (2.15) peut-être simplifiée, devient l'équation (2.16).

$$\sin(\theta_d) = \frac{R\omega^2}{g} \quad (2.16)$$

L'équation (2.16) donne la condition de détachement de la barre qui forme un ensemble de billes de rayon r , devient l'équation (2.17).

$$\sin(\theta_d) = \frac{(R-r) \omega^2}{g} \quad (2.20)$$

Où ;

$$\theta_d = \arcsin\left(\frac{(R-r) \omega^2}{g}\right) \quad (2.20a)$$

L'angle de détachement de la barre, θ_d ainsi que sa condition de détachement dépendent de la vitesse de rotation du cylindre, ω défini par l'équation (2.20a).

Quand la vitesse de rotation du cylindre est supérieure à $\sqrt{g/(R-r)}$, le détachement ne se produit pas, la barre reste attaché sur la surface interne du cylindre.

2.3 Expression de la vitesse de détachement des billes

La vitesse absolue de la barre à billes en position horizontale du broyeur mécanique est définie par l'équation (2.3). En prenant en compte de l'événement de détachement de la barre à la position angulaire (θ_d) donnée par l'équation (2.20a), l'expression de la vitesse de détachement de la barre horizontale qui forme l'ensemble de billes est :

$$\vec{V}_d = -(R-r)\omega \sin(\theta_d)\vec{J} + (R-r)\omega \cos(\theta_d)\vec{K} \quad (2.21)$$

La vitesse de détachement de la barre à billes peut être décomposée en deux composantes V_{dy} suivant l'axe Y, et V_{dz} suivant l'axe Z., comme suit :

$$\vec{V}_{dy} = -(R-r)\omega \sin(\theta_d)\vec{J} \quad (2.22)$$

Et,

$$\vec{V}_{dz} = (R-r)\omega \cos(\theta_d)\vec{K} \quad (2.23)$$

L'événement de détachement de la barre à billes par rapport à la direction verticale est l'équation (2.1). Dès l'événement du détachement de la bille à billes, et en prenant en compte le rayon de la billes, c'est-à-dire le rayon de l'ensemble de billes de mêmes tailles, la position vectoriel du point M est donnée par :

$$\vec{OM}_d = -(R-r)\cos(\theta_d)\vec{J} + (R-r)\sin(\theta_d)\vec{K} \quad (2.24)$$

La position du point M de l'équation (2.28) peut être décomposée en deux composantes \overrightarrow{OM}_{dy} suivant l'axe Y, et \overrightarrow{OM}_{dz} suivant l'axe Z., comme suit :

$$\overrightarrow{OM}_{dy} = (R - r)\cos(\theta_d)\vec{J} \quad (2.25)$$

Et,

$$\overrightarrow{OM}_{dz} = (R - r)\sin(\theta_d)\vec{K} \quad (2.26)$$

2.3.1 Détermination de la vitesse de choc des billes

La vitesse de choc des billes qui forment la barre horizontale dans le broyeur mécanique, est définie par la vitesse de collision V_c^{\rightarrow} donnée par la dérivée du vecteur position(OM) \vec{r} après l'événement de détachement.

Il peut être décomposé en deux composantes $V_{(Y,t)}^{\rightarrow}$ suivant l'axe Y, et $V_{(Z,t)}^{\rightarrow}$ suivant l'axe Z, donné par :

$$\vec{V}_{Y,t} = \frac{dy}{dt}\vec{J} = -(R - r)\omega\sin(\theta_d)\vec{J} \quad (2.27)$$

$$\vec{V}_{Z,t} = \frac{dz}{dt}\vec{K} = [-gt + (R - r)\omega\cos(\theta_d)]\vec{K} \quad (2.28)$$

Au temps (t) correspondant à l'événement de collision, la vitesse de choc des billes donnée en module est :

$$\|\vec{V}_c\| = \sqrt{\|\vec{V}_{Y,t}\|^2 + \|\vec{V}_{Z,t}\|^2} \quad (2.29)$$

Soit,

$$\|\vec{V}_c\| = \sqrt{[(R - r)\omega\sin(\theta_d)]^2 + [-gt_c + (R - r)\omega\cos(\theta_d)]^2} \quad (2.30)$$

2.3.1.1 Calcul des coordonnées du point d'impact

Pour obtenir le temps entre l'événement de détachement et l'événement de collision de la barre horizontale, une solution numérique est utilisée.

Après le détachement, la barre est seulement soumise à la force de gravité. D'où, sa trajectoire est uniforme selon un projectile, c'est à dire une trajectoire de la forme d'une parabole dans le plan (O, Y, Z) dans la base (O, \vec{J} , \vec{K}). Son mouvement peut être décomposé en deux directions par rapport à ce plan.

- Un mouvement rectiligne uniforme avec une vitesse constante V_{dy} et une position initiale OM_{dy} dans la direction horizontale ;
- Un mouvement uniformément accéléré avec une vitesse constante V_{dz} et une position initiale OM_{dz} ainsi qu'à une accélération $\vec{g} = -g\vec{K}$ dans la direction verticale.

Son mouvement à l'instant t après l'événement de mouvement est donné par l'expression :

$$\overline{OM} = \frac{1}{2}gt^2 + V_d t + OM_d = y\vec{J} + z\vec{K} \quad (2.31)$$

Le mouvement de la bille peut être décomposé suivant l'axe des X et l'axe des Y, comme suit :

$$y = (R - r) \cos(\theta_d) - (R - r)\omega \sin(\theta_d)t \quad (2.32)$$

$$z = -\frac{1}{2}gt^2 + (R - r)\omega \cos(\theta_d)t + (R - r) \sin(\theta_d) \quad (2.33)$$

La première collision entre la barre à billes et la surface interne du cylindre se produit lors que la position OM de l'équation \overline{OM} devient égale au rayon fictif (R-r). Ainsi, la condition de collision est donnée par l'expression suivante :

$$\sqrt{y^2 + z^2} = (R - r) \quad (2.34)$$

Une approche numérique consiste à :

- a) Calculer l'angle de détachement θ_d défini dans l'équation (2.20a) ;
- b) Incrémenter le temps avec un pas Δt (μs) ;
- c) Calculer les coordonnées « y » et « z » du vecteur $(OM) \vec{r}$ données par les équations (2.32) et (2.33). Si la condition de collision de l'équation (2.34) est remplie, les valeurs des coordonnées y et z selon les axes « Y » et « Z » ainsi que le temps recommandé entre l'événement détachement et l'événement de collision sont, déterminés

2.3.1.2 Calcul de l'énergie cinétique de choc

L'énergie d'impact dépend seulement de la vitesse de choc des billes. L'expression de l'énergie cinétique de choc E_c est donnée par :

$$\vec{E}_c = \frac{1}{2} m \|\vec{V}_c\|^2 \quad (2.35)$$

En remplaçant l'expression de V_c donnée par l'équation (2.30), l'équation (2.35) devient l'équation (2.36) donnée par :

$$E_c = \frac{1}{2} m [\{ -(R - r) \omega \sin(\theta_d) \}^2 + \{ -gt_c + (R - r) \omega \cos(\theta_d) \}^2] \quad (2.36)$$

2.3.2 Calcul de la fréquence de choc des billes

Après l'événement de choc des billes qui forment la barre horizontale, celle-ci roule sur la génératrice de la surface du cylindre jusqu'à ce qu'elle parvienne aux corps impulsifs (système de soulèvement billes) qui soulèvent les billes pour la position du détachement.

Durant le roulement des billes sur la surface du cylindre, la barre qui les compose interagit avec la charge de poudre et subit ainsi, la déformation et occasionne d'avantage fracture et soudage des particules de poudre de manière répétitive. Afin de simplifier le problème, nous ne considérons pas l'effet du post-impact dans cette étude, nous prenons seulement en considération l'effet du choc.

La fréquence de choc est donnée en fonction de la vitesse de rotation du cylindre ω , donnée par :

$$f_c = \frac{\omega}{2\pi} \quad (2.37)$$

Toutefois, lorsqu'on effectue le broyage avec des billes de différentes tailles ainsi qu'avec un nombre de billes différents, la fréquence de choc des billes qui composent la barre horizontale donnée dans l'équation (2.37) devient l'équation (2.38), est la suivante.

$$f_c = \frac{k_0 n_b \omega}{2\pi} \quad (2.38)$$

Avec ;

k_0 : Niveau de remplissage des billes dans le cylindre en % ;

n_b : Nombre de billes dans le cylindre.

Donc, un tour de rotation du cylindre donne la somme de la durée de chute des billes, la durée de leur roulement et la durée de leur collage avec la paroi cylindrique du broyeur. Le temps de chute ne donne pas la fréquence de choc des billes mais, elle donne le temps de roulement et temps de collage des en mouvement de broyage dans le cylindre.

2.3.3 Calcul de la puissance de choc des billes:

La puissance de choc est donnée par le produit de la fréquence de choc de l'équation (2.38) et l'énergie cinétique donnée dans l'équation (2.36), définie par :

$$P_c = f_c E_c = \frac{k_0 n_b \omega}{2\pi} E_c \quad (2.39)$$

2.3.4 Test de broyage de l'alliage de poudre Ni₁₀Zr₇

Soit l'alliage de poudre à broyer de masse 3.8 g, de dimension initiale 8 mm x 10 mm x 50µm, de formule Ni₁₀Zr₇ qui correspond Ni_{58.8}Zr_{41.2} (at. %), est introduit dans le broyeur mécanique à cylindre. Les conditions de broyage sont comme suit :

Six (06) barres horizontales qui constituent le remplissage des billes dans le cylindre, sont en acier dur;

La longueur de la barre, $l_b = 150\text{mm}$;

Le diamètre des billes, $d_b = 15\text{ mm}$;

La masse de la barre, $m_b = 244\text{ g}$;

La vitesse de rotation du cylindre, $\omega = 118.6\text{ tr/min}$;

La fréquence de choc, $f_c = 1.9\text{ Hz}$;

La puissance de choc injectée, $P_{\text{max}} = 0.38\text{ W}$;

L'énergie cinétique de choc, $E_{\text{max}} = 0.19 \text{ J/choc}$.

Le cylindre a été fermé et scellé avec un joint en téflon, et après 48h de broyage, un nouveau composé en alliage de poudre a été obtenu, et l'état de la microstructure ainsi que l'état d'équilibre de phases de la poudre broyé demeurent constants.

Une analyse par la diffraction rayon X (DRX) a été appliquée au produit obtenu, et des courbes qui présentent des pics dont la demie de largeur a été prise pour des calculs en vue de la détermination de des caractéristiques de l'alliage de poudre.

Si l'interaction entre « N » un nombre de différentes barres horizontales qui forment les billes dans le broyeur mécanique, il ne peut avoir une modification dans le mouvement individuel de chacune des barres, notamment la fréquence de choc qui demeure la même fréquence au cours du processus de broyage. Ainsi, la puissance de choc injectée est égale à 2.29 W , c'est-à-dire 0.6 W/g de la poudre échantillonnée initialement et de masse, $m = 3.8 \text{ g}$.

Des études ont été menées par certains auteurs [18,19], ont montré, que les broyeurs planétaires de types G5 et G6 fournissent une puissance de choc injectée dans l'intervalle $[0.4-0.8] \text{ W/g}$, et induisent également la formation de phases amorphes à partir de l'alliage pré-allié Ni₁₀Zr₇ correspondant au mélange Ni_{58.8}Zr_{41.2} (at. %).

Figure 2.3 montre la courbe de dé convolution, donnée dans l'intervalle angulaire $[30^\circ, 75^\circ]$ du mélange de poudre par analyse DRX.

Cette courbe se distingue par la superposition de deux pics plus intenses (courbes style points) qui, expliquent les phases amorphes, et aussi quelques pics de faibles amplitudes qui signifient la présence des cristallines dans le produit obtenu.

Il est admis que la surface de contact du corps impulsif n'est pas assez grande pour que la force de trainée soit faible pendant le mouvement des billes, lesquelles forment six (06) barres horizontales identiques dans le cylindre. D'où, la barre subie un roulement sur la surface du corps impulsif du cylindre, lequel ne peut avoir une influence dans la fréquence de choc et la puissance de choc injectée des billes.

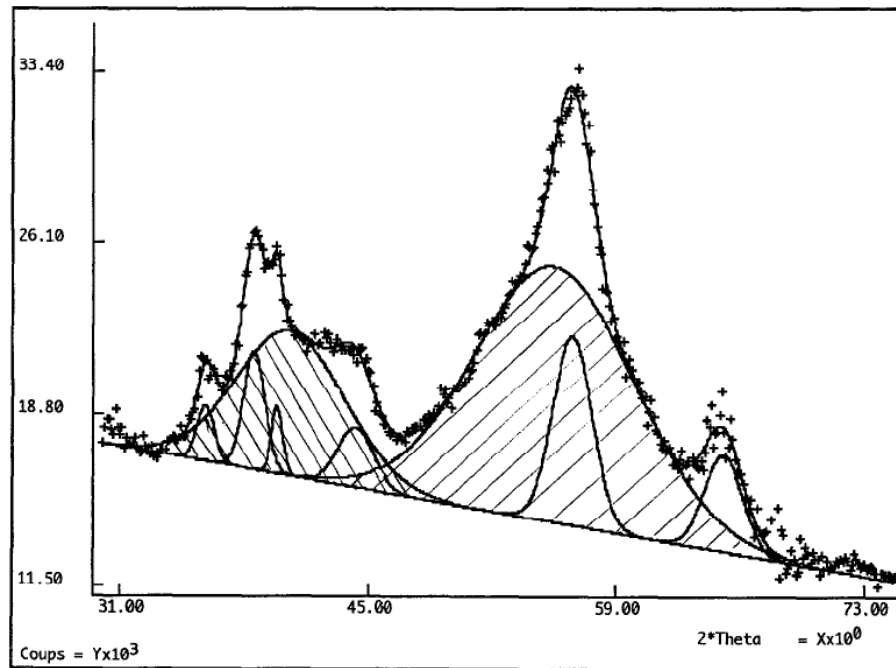


FIG 2.3 : Courbe de déconvolution obtenue par analyse DRX de la puissance de broyage correspondant à la puissance de choc injectée égale à 0.6 W/g, et définie entre les angles 35° et 75° (20). Les états de formation de l'élément pré-allié Ni₁₀Zr₇ [40].

Ces dernières vont, ainsi, atteindre la position de détachement et tombent par la suite, sous l'effet de la force de pesanteur, et affectent le produit final composé de poudre nanométrique. Par conséquent, la puissance de choc injectée est moins de 0.6 W/g, en plus, le mélange est formé d'une grande quantité de phases amorphes avec une petite quantité de phases cristallines, a été obtenu. D'où, pour obtenir une phase amorphe pure, nous augmentons la surface du corps impulsif afin d'assurer le soulèvement des barres horizontales qui composent les dans le broyeur horizontal à cylindre.

On en déduit que, quelque-soit l'appareil de broyage pour effectuer le broyage par mécanosynthèse, la puissance de choc injectée est le seul paramètre physique qui gouverne les transitions de l'équilibre de phase dans le processus de broyage. Dans le cas du composé intermétallique de l'alliage pré-allié Ni₁₀Zr₇, une phase amorphe pure peut être formée seulement, quand la puissance de choc injectée est définie dans l'intervalle 0.4-0.8 W/g.

En outre, une augmentation de la température durant la mécanosynthèse du mélange de poudre favorise, l'apparition d'une cristallisation partielle dans la formation des phases amorphes, de plus en plus que le broyage est plus intensif. Seulement, une fraction d'énergie d'impact est diffusée sous forme de chaleur dans la poudre, l'autre fraction sert au réchauffement de la poudre, la bille et

la surface courbée, c.-à-d. la puissance réelle de la poudre broyée qui est la puissance de choc injectée.

Par ailleurs, les auteurs [40] affirment que si la puissance de choc est inférieure à la valeur minimale, la mécanosynthèse induit, après un temps prolongé de broyage de la poudre, seulement un raffinement de la microstructure et une augmentation d'un grand nombre de défauts jusqu'à atteindre un état d'équilibre qui ne peut pas être déstabilisé dans un autre état structural, tandis que, si la puissance de choc est plus grande qu'à la valeur précédente, la mécanosynthèse induit un raffinement de la microstructure et une augmentation des défauts dans les particules de poudre à un taux assez élevé capable d'induire, même dans les premiers stades du processus de mécanosynthèse, un mélange des transformations de phase structurale et de phase initiale.

Dans ce dernier cas, ces auteurs estiment que l'état d'équilibre peut avoir lieu, selon la valeur de la puissance d'impact, dans un mélange des transformations de phase structurale et de phase initiale ou encore, dans une transformation de phase structurale homogène. Etats structural et microstructural demeurent inchangés quand l'énergie emmagasinée (due choc élastique des billes) dans la poudre devient impossible, c.-à-d. quand le processus de broyage ne peut pas induire plus de fragmentation des particules de poudre et une plus grande densité de défauts.

Les auteurs Chen et al [29] ont rapporté des résultats en ce qui concerne, l'énergie cinétique de choc, la fréquence de choc et la puissance de choc pour les différents types de broyeurs mécaniques, à savoir : le broyeur attriteurs, le broyeur planétaire et le broyeur vibratoire.

Le tableau 2.1 donne des valeurs de la puissance de choc injectée pour plusieurs broyeurs mécaniques, dont la plus grande valeur est fournie par le broyeur planétaire de type G5.

| | Broyeur vibratoire | | | Broyeur planétaire | | | Broyeur Horizontal |
|---------------------------------------|--------------------|-------------|------------|--------------------|--------------------|--------------------|---|
| | Attriteurs [27] | Pulv.O [27] | Spe x [27] | Pulv.5 [27] | G7 [18-19] | G5 [18-19] | Broyeur horizontal à barre (MHRM). (ce travail) |
| Vitesse de la bille, (m/s) | 0-0.8 | 0.14-0.24 | <3.9 | 2.5-4 | 0.24-6.58 | 0.28-11.2 | 0.1-247 |
| l'énergie cinétique, 10^{-3} j/choc | <10 | 3-30 | <120 | 10-400 | 0.4-303.2 | 0.53-884 | 0-190 |
| Fréquence de choc, (Hz) | >1000 | 15-50 | 200 | ~100 | 5.5-92.4 (5billes) | 4.5-90.7 (5billes) | 0-2.4 Une barre |
| Energie, (W/g) | <0.001 | 0.005-0.14 | <0.24 | 0.01-0.8 | 0.056 | 0-1.604 | 0-0.1 |

Tableau 2.1 : Valeurs calculées de l'énergie cinétique de choc, la fréquence de choc et la puissance de choc des broyeurs planétaires G5 et G7 ainsi que

Broyeur cylindrique horizontal à barre [y1].

Conclusion:

Une étude cinématique a été réalisée dans un broyeur mécanique à cylindre horizontal dont les billes forment une barre en mouvement de broyage, et ce pour l'élaboration de poudres nanométrique par le procédé de mécanosynthèse, nous avons développé les équations cinématiques pour la barre donnant sa vitesse et son accélération de mouvement dans le broyeur mécanique. L'énergie cinétique transférée pendant l'événement de collision, la fréquence de choc ainsi que la puissance de choc ont été déterminées.

Nous pouvons conclure, que quel que soit le broyeur utilisé pour effectuer le broyage par le processus de mécanosynthèse, la puissance de choc injectée est le seul paramètre physique qui gouverne les transitions de l'équilibre de phase durant le processus de broyage. Dans le cas de l'élément de poudre pré-alliée de Ni₁₀Zr₇, la phase amorphe peut exclusivement se former quand la puissance de choc injectée se trouve dans l'intervalle 0.4 à 0.8 W/g.

Les broyeurs mécaniques à cylindre, modifié par convention, dont les billes forment une barre horizontale, sont exclusivement adaptés pour certaines vitesses de rotation du cylindre, c'est-à-dire des vitesses angulaires moins faibles afin que les billes ne soient pas épingler à la paroi du cylindre où leur vitesse est nulle.

L'étude cinématique de la barre à billes dans le cylindre du broyeur mécanique dont l'effet de roulement sur la paroi n'a pas été, pris dans les calculs. Toutefois, plusieurs recherches dans le domaine de la mécanosynthèse où, la puissance de choc injectée est plus employée en ce qui concerne l'estimation de l'énergie transférée à la poudre au cours du processus du broyage.

CHAPITRE 3 : PROCEDER DE MECANOSYNTHESE

3.1 INTRODUCTION

Le broyage est l'une des anciennes activités utilisées par l'homme pour synthétiser des matériaux. Actuellement, le broyage sert à réduire la taille des particules de nombreux matériaux, à homogénéiser les poudres, à modifier la forme des particules et à produire des alliages amorphes, des composés intermétalliques ainsi que d'autres matériaux difficiles à synthétiser par des techniques conventionnelles [41].

Le broyage est aussi capable de produire des poudres dans un état hors équilibre, soit par accumulation d'énergie mécanique ou par accélération de la diffusion à travers les interfaces entre les éléments [42]. Cette technique peut être adaptée pour l'étude du changement structural dans des réactions à l'état solide, telles que les transformations de phases.

3.2 DEFINITION DE LA MECANOSYNTHESE

La mécanosynthèse, qui est fondamentalement un procédé de broyage à haute énergie Et à sec, constitue une technique très puissante pour le mélange de poudres d'éléments purs ou combinés atteignant l'échelle atomique [8,17].

Le processus de synthèse par broyage a été décrit Comme étant une succession d'événements au cours desquels les particules se fracturent puis se ressoudent, ce qui permet la formation de structures de plus en plus fines, dans lesquelles prennent place des réactions à l'état solide jusqu'à l'obtention d'un produit final ayant la même composition que le mélange initial. Ce produit est constitué de particules avec des grains de taille nanométrique séparés par des joints de grains non négligeables et est indépendant de la structure et de la morphologie des poudres de départ.

La mécanosynthèse peut être définie comme étant un procédé de broyage permettant de produire une poudre métallique composite ayant une fine microstructure [43-44].

Il est unique en ce sens qu'il s'agit d'une méthode dans laquelle les constituants présents le sont dans leur état solide [18]. Ce dernier aspect permet de surmonter certaines limitations généralement rencontrées lors des procédés conventionnels, par exemple le mélange de constituants à haut et bas points de fusion et l'addition de phases insolubles dans la matrice- Le mécanisme de la mécanosynthèse implique simultanément et de façon répétitive la fracture et le soudage à froid d'un mélange de poudres métalliques et d'éléments ou composés non-métalliques soumis à des impacts violents à l'intérieur de l'enceinte d'un broyeur à boulets.

Un mélange contenant à la fois les poudres du métal ou de l'alliage métallique de vante Constituer la matrice du composite ainsi que celles non-métalliques devant constituer la phase de renforcement est inséré dans un broyeur en des proportions calculées pour obtenir la composition voulue. À chacune des collisions où les poudres métalliques sont piégées entre deux des boulets ou encore entre un boulet et la paroi de l'appareil de broyage, ces dernières sont soumises à des déformations plastiques sévères. Ce qui a pour effet d'augmenter leur ratio surface / volume et de fracturer le film de contaminants adsorbés en surface. Aux endroits où les particules se superposent les surfaces atomiquement pures viennent en contact, permettant ainsi le soudage à froid de ces particules entre elles. Les fragments d'oxydes provenant de la couche superficielle fracturée sont incorporés par ce mécanisme dans les poudres composites.

Les particules non-métalliques le sont soit par ce même mécanisme lorsqu'elles sont piégées entre deux grains s'apprêtant à se souder à froid. Soit par incorporation mécanique si elles sont simplement piégées entre un boulet et l'une de ces particules plus ductiles devant constituer la matrice. On voit donc apparaître des particules composites qui consistent en différentes combinaisons des ingrédients de départ.

Simultanément au mécanisme de soudage à froid et de façon opposée, celui des fractures de particules s'effectue. La figure suivante (3.1) schématise la formation de poudres composites au stade initial de la mécanosynthèse

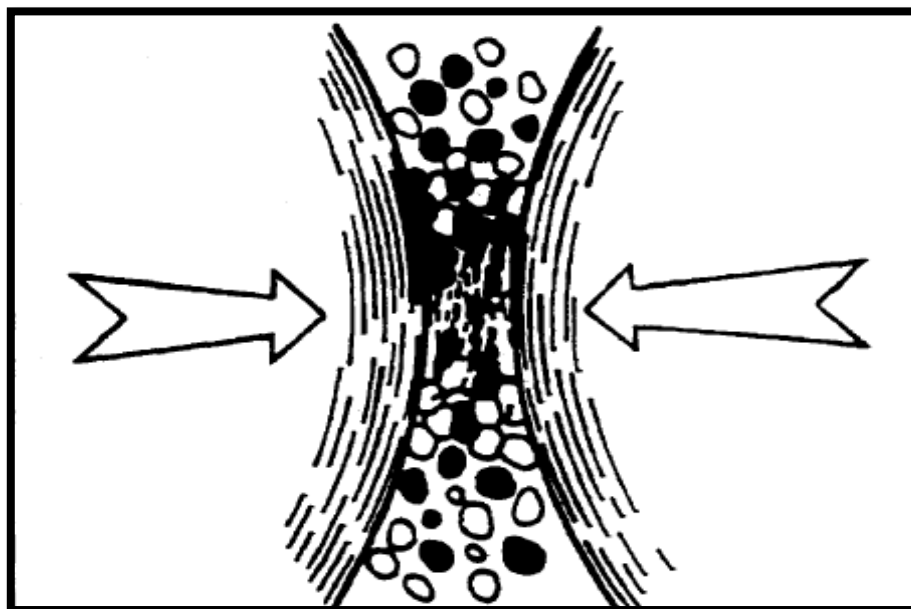


Figure 3.1 : Schématisation de la formation de Poudres composites au stade initial de la mécanosynthèse [45].

À mesure que le broyage progresse, l'ensemble des particules se voient transformées en particules composites de composition uniforme. Le soudage à Froid, tendant à en augmenter la dimension, et le mécanisme opposé de fracture atteignent un état d'équilibre lors duquel la dimension [46-47] et la dureté [48] des particules se stabilisent. La structure interne des poudres, par contre, se voit continuellement raffinée par les déformations plastiques répétées induites par l'action du broyeur [48].

Ce raffinement est approximativement une fonction logarithmique du temps et dépend de l'énergie mécanique fournie au système par le biais du broyeur et de l'écrouissage (Work hardening) du matériau impliqué [48].

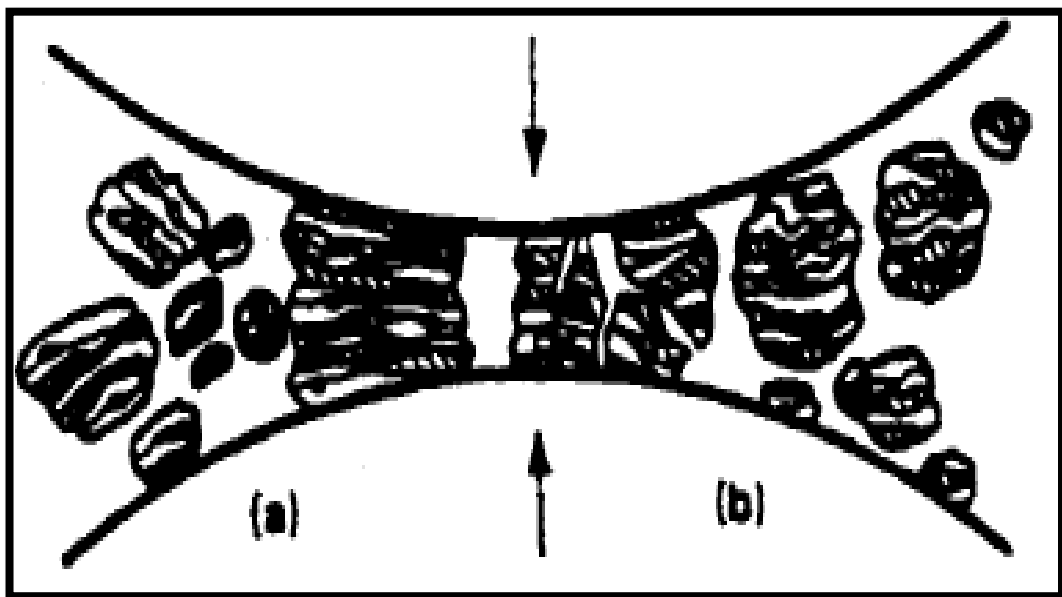


Figure 3.2 : Soudage à froid (a) et fracture de poudres composites (b) lors de la mécanosynthèse [41].

La figure (3.2) montre le soudage à froid de particules en (a) et la fracture d'une particule en (b).

Les poudres utilisées pour le procédé de la mécanosynthèse peuvent être de types élémentaires ou encore provenir de l'atomisation d'un alliage existant.

Certains auteurs rapportent, dans le cas de l'aluminium et de ses alliages, qu'un agent de contrôle du procédé (Processing Control Agent), doit nécessairement être ajouté [41,47-48] afin de Contrôler l'équilibre soudage à froid / fracture des poudres.

Le mécanisme par lequel cet additif agit n'est pas parfaitement déterminé. Il est cependant supposé que les molécules constituant ces produits aient à la fois des composantes relativement métallophiles et métallophobes.

Les premières auraient donc tendance à s'associer aux atomes de surface des poudres métalliques et les secondes à repousser les autres particules de poudre. On obtient ainsi de minces couches nuisant au soudage à froid des poudres entre elles [49].

Les composés réfractaires utilisés comme particules de renforcement et incorporés dans une matrice métallique par le biais de la mécanosynthèse sont soit des carbures, des Nitrures ou encore des oxydes. Quant aux broyeurs, ce sont majoritairement ceux de type « à haute énergie » dont l'utilisation est rapportée dans la littérature. Ils peuvent être de type secoué, vibrant, avec agitation à l'aide de Manches ou encore de type rotationnel. Les ratios boulets 1 poudre sont de l'ordre de 6/1 jusqu'à 30 /1 [41]. Certains travaux ont cependant été menés à l'aide d'un Broyeur (à basse énergie), tels que ceux de R. Angers, M.R. E. Gishnadev et J.E. Garneau avec cette fois un ratio boulets / poudre de près de 120/. Les boulets utilisés présentent généralement un diamètre allant de 4 à 20 mm et sont faits d'un acier durci, tel du 52 100. Procédé exécuté sous atmosphère contrôlée, la mécanosynthèse est effectuée en présence d'argon ou d'azote et, dans certains cas, des traces d'oxygène [41].

3.3 Principe du broyage

Lors de la rotation des jarres, les grains de poudres sont piégés et écrasés entre les billes et la paroi des jarres, puis s'allongent sous l'effet de la pression (figure 3.3).

Les particules sont soumises à une déformation plastique accompagnée d'un durcissement et d'une augmentation de l'énergie locale du système à cause des nouvelles fractures des surfaces, suivies d'une augmentation locale de la température qui peut provoquer des transformations.

Les grains de poudres subissent des processus de morcellement et de soudage successifs pendant chaque choc, des milliers de particules environ participent à cette action. Ainsi, les petits grains ont tendance à augmenter leur taille par ressoudage alors que les gros grains ont une grande probabilité d'être fracturés (figure 3.2). Les études faites sur l'augmentation de la température locale d'un grain de poudre soumis à un cisaillement intense [41-43], ont montré l'existence de deux seuils énergétiques au cours des chocs bille-bille ou bille-paroi. Le premier se présente comme étant le minimum nécessaire pour amorphiser un système donné et le second comme étant un maximum au-delà duquel le système se cristallise partiellement.

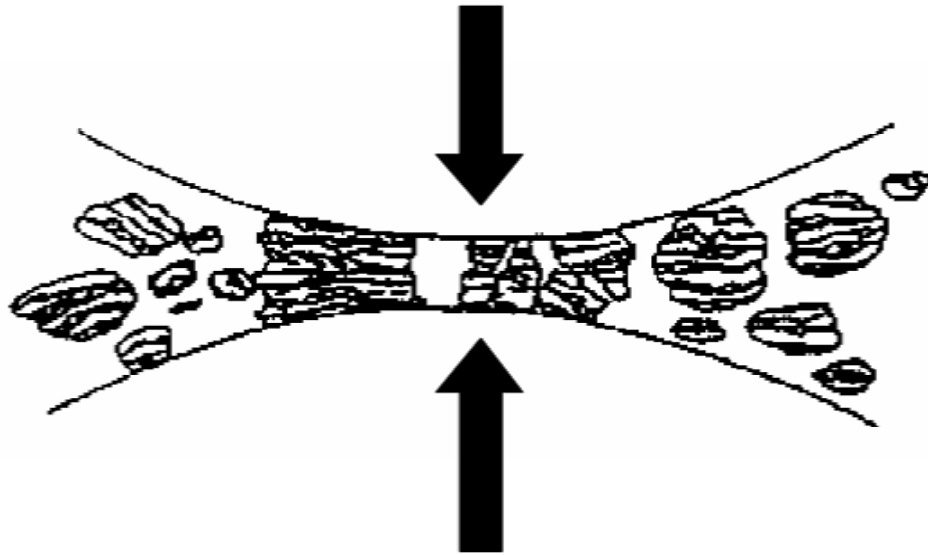


Figure 3.3 : Fracture dynamique et dessoudage des poudres lors d'un choc bille [42].

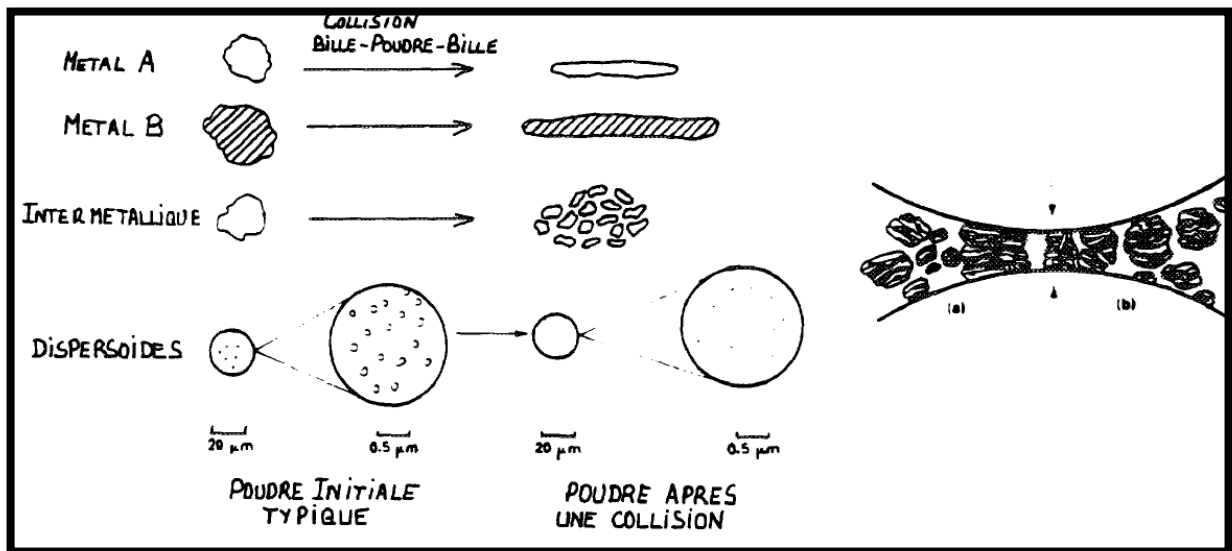


Figure 3.4 : Phénomène de concassage et de soudure à froid [43].

Les particules obtenues par ce procédé ont une taille maximum de 200 μm . Chaque particule de poudre à la même composition que le mélange initial. La température maximum atteinte durant le processus est de 150°C. La poudre est ensuite compactée à froid puis filée à chaud entre 1000 et 1200°C. Sous de très hautes pressions et enfin, laminée à chaud sous la forme de barres cylindriques.

3.3.1 Broyage réactif

Procédé de broyage dérivé de la technologie des produits SAP, la fabrication par broyage sous atmosphère d'oxygène de composites à renforcement par dispersion d'oxydes, appelé le broyage réactif (en mg. reaction milling), s'apparente à celui de la Mécanosynthèse. Certains auteurs

reconnaissent à Jangg la paternité de ce Procédé. Ce chercheur autrichien utilisa un broyeur à haute énergie mais n'ajouta pas D'agent de contrôle du procédé (A.C.P.) à ses poudres d'aluminium.

La surface des poudres de départ est couverte de gaz adsorbés. D'oxydes et autres composés amorphes tels que des carbonates [50].L'aplatissement des poudres lors du broyage en augmente le ratio surface / volume, rupturant ainsi les films de surface et mettant à nu des sections de surface Atomiquement pures, libres de réagir avec les gaz en présence. La figure suivante illustre ce mécanisme.

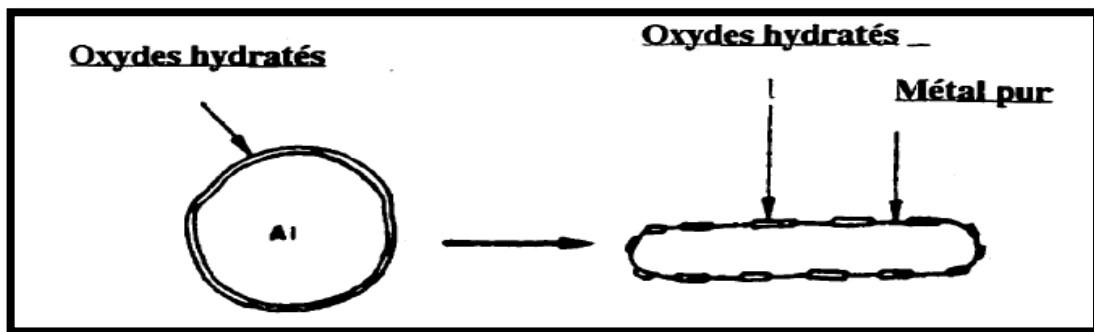


Figure 3.5 : Illustration de l'état d'une poudre après collision.

Tirée de la référence [50]

Dans le cas de l'aluminium. La couche d'oxyde formée de façon naturelle sur les Poudres présente une épaisseur de 10 nm [51] .et sa masse volumique est de 3,37 g/cm³.

Le soudage à froid s'effectue entre les particules en présence lorsqu'elles se Juxtaposent au moment d'une collision entre deux boulets.

Ce qui a pour effet D'en trapper les fragments provenant des couches de surface à l'intérieur de ces Nouvelles particules formées. Comme mentionné dans la section sur la mécanosynthèse, un agent de contrôle du procédé (A.C.P) est considéré être nécessaire lorsque l'aluminium est impliqué afin de contrôler la dimension des poudres composites ainsi obtenues comme dans le cas de la mécanosynthèse, ces produits sont ajoutés au système en quantité suffisante pour prévenir le soudage à froid excessif des particules d'aluminium mais pas de façon exagérée, afin de ne pas l'annihiler complètement [52].

Évidemment, ces produits sont aussi incorporés dans le matériau composite lors du broyage, ce qui amène une augmentation de la teneur en carbone permettant la formation d'un dispersoïde supplémentaire, d'Al₃C₃. Bomford rapporte cependant [53] que ces mêmes atomes de carbone provenant de l'A.C.P. se trouvent à diminuer certaines propriétés liées à la facilité de mise en

forme du matériau. Gilman [54] ajoute que des dispersoïdes d'AlC₃ additionnels ont peu d'effet sur la résistance et rejoint l'opinion de Bomford en avançant qu'ils sont même quelque peu nuisibles si l'on considère les propriétés globales du matériau.

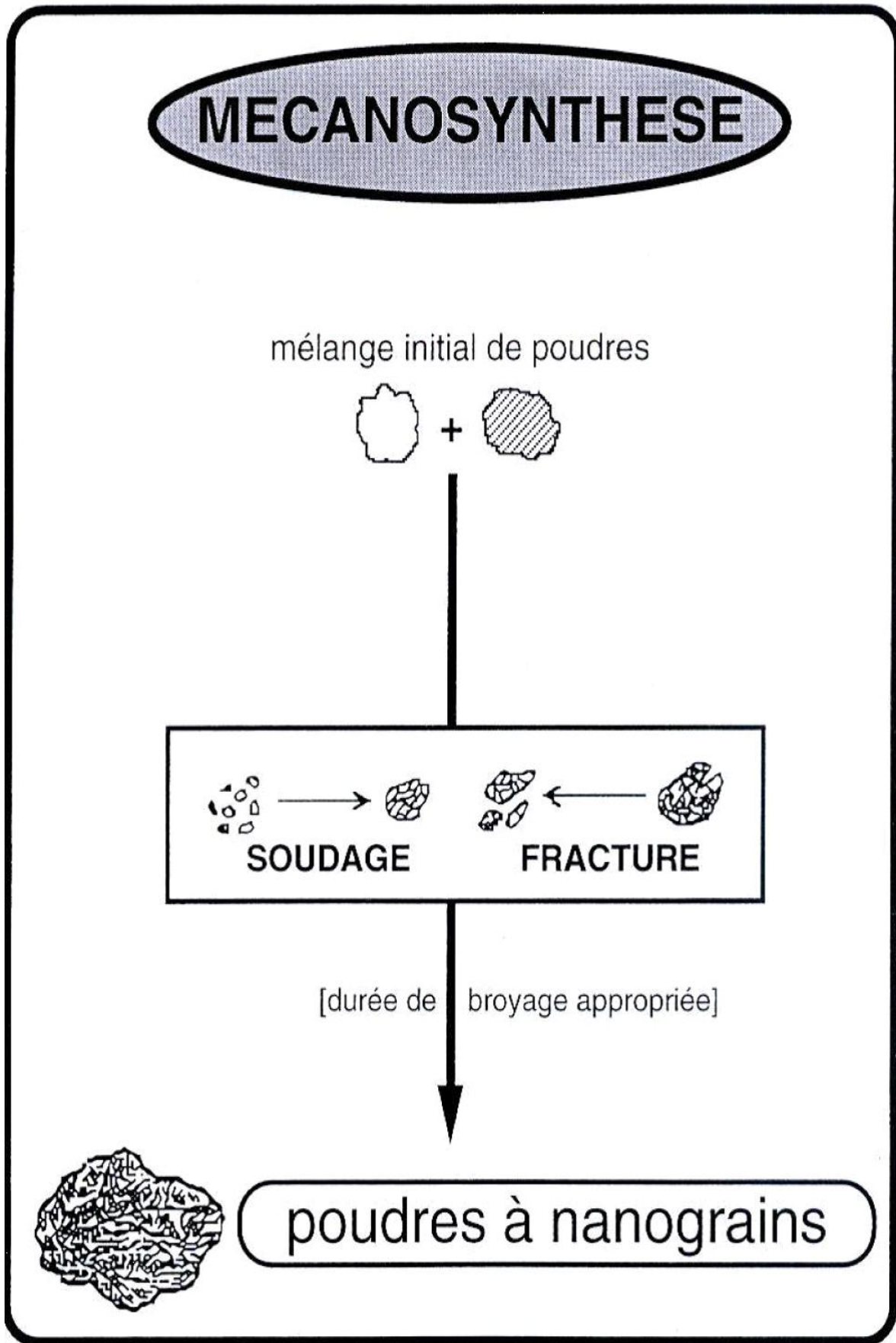


Figure3.6 : Principe du mécano synthèse [53].

Les modélisations des déformations induites au cours du broyage [54] ont été basées sur le fait que deux poudres ne peuvent se souder que si elles ont été déformées plastiquement.

Ainsi, si les poudres ont des duretés différentes, le soudage est retardé jusqu'à l'obtention d'une même dureté. Un autre type de modélisation a permis de décrire la morphologie des poudres sans tenir compte des changements de phase produits [55].

3.3.2 Transformation de phase

Le broyage haut énergie n'induit pas implicitement une transformation de phase. La structure du composé de départ peut être conservée. Dans ce cas, on obtient une poudre nanostructure composée de grains cristallins avec des tailles moyennes de l'ordre de 10-20 nm et une forte présence de joints de grains.

Lors du broyage haute énergie des transformations de phases peuvent se produire. Cette transformation provient en général des chocs mécaniques intervenant lors du broyage. Il est intéressant de rappeler que selon le choix des conditions expérimentales, une phase i amorphe, quasi-cristalline ou cristalline peut se produire directement par une réaction de l'état solide comme illustrée sur la figure (3. 7). Cette phase formée dépend de l'intensité de broyage (voir tableau 1) et de la température (poudre, broyeur) lors du broyage. Michel et al. ont mis en évidence des modifications structurales intervenant dans des composés d'oxydes broyés, par exemple la transition de ZrO₂ monoclinique vers la structure cubique.

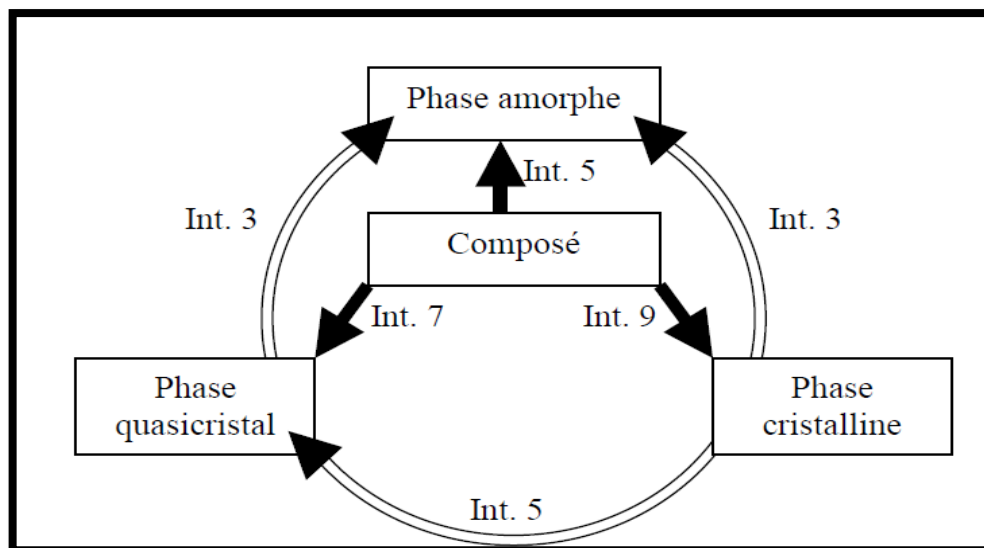


Figure 3.7 : Schéma illustrant les transitions possibles par mécano synthèse [55].

3.3.3 Mécanisme de broyage d'alliages et de composés

Lors du broyage haut énergie les particules de la poudre sont respectivement aplaties, soudées, fracturées et ressoudées. A chaque collision, une certaine quantité de poudre (environ 1000 particules) sont piégées entre les billes. La force de l'impact déforme les particules entraînant une fracture. La nouvelle surface ainsi créée est capable d'accepter le ressoudage.

Dans ce cas, ceci conduit à la croissance de la taille des particules. En utilisant des matériaux malléables, ductiles, souples, cassants et fragiles, la tendance des particules à se souder et former de grosses particules devient importante. Une distribution de taille de particules est développée avec des particules pouvant atteindre la taille des particules initiales.

En régime stationnaire, on obtient sans difficulté des poudres nanostructures constituées de grains orientés différemment et une forte proportion de joint de grains due à la taille finale des grains.

Cette taille finale dépend plus des constantes mécaniques caractéristiques du matériau que des conditions de broyage (énergie, rapport masse billes/poudre.). Ces derniers paramètres influencent généralement la cinétique et éventuellement l'épaisseur des joints de grains qui est typiquement de une à quelques couches atomiques.

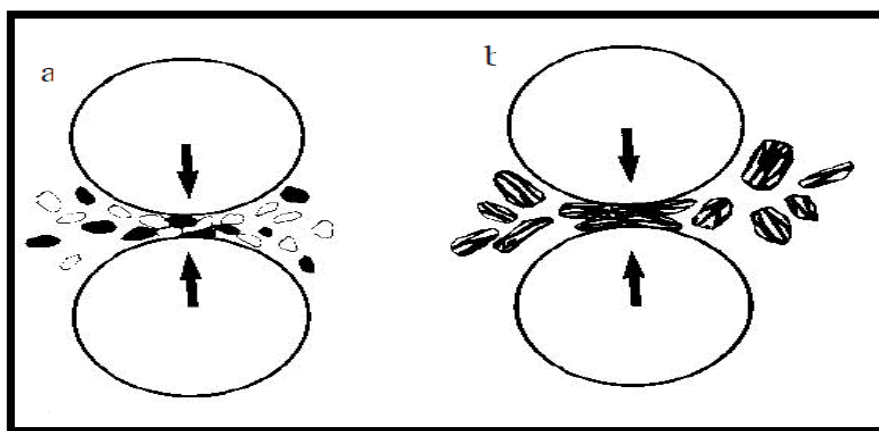


Figure 3.8: Schéma de la dynamique, fragmentation et de ressoudage des Poudres lors du broyage [56].

Initialement limitée aux matériaux métalliques, le broyage haut énergie s'est depuis étendu aux matériaux ioniques, semi-conducteurs, céramiques et plus récemment aux matériaux organiques. La mécanosynthèse dite indirecte permet par activation mécanique d'accélérer et/ou de modifier des processus liés à la diffusion thermique tels que les transitions de phases induites par recuit, les réactions exothermiques autoentretenues et le frittage.

3.4 Mélanges de poudres ductiles-ductiles

Le broyage des poudres ductiles conduit à la formation d'une structure lamellaire alternée de deux éléments. Cette structure se développe en créant des interfaces nécessaires au mélange [56]. Les lamelles s'affinent en fonction du temps de broyage jusqu'à ce qu'elles ne soient plus détectables et l'espace inter lamellaire diminue avec un broyage continu (voir figure 3.9).

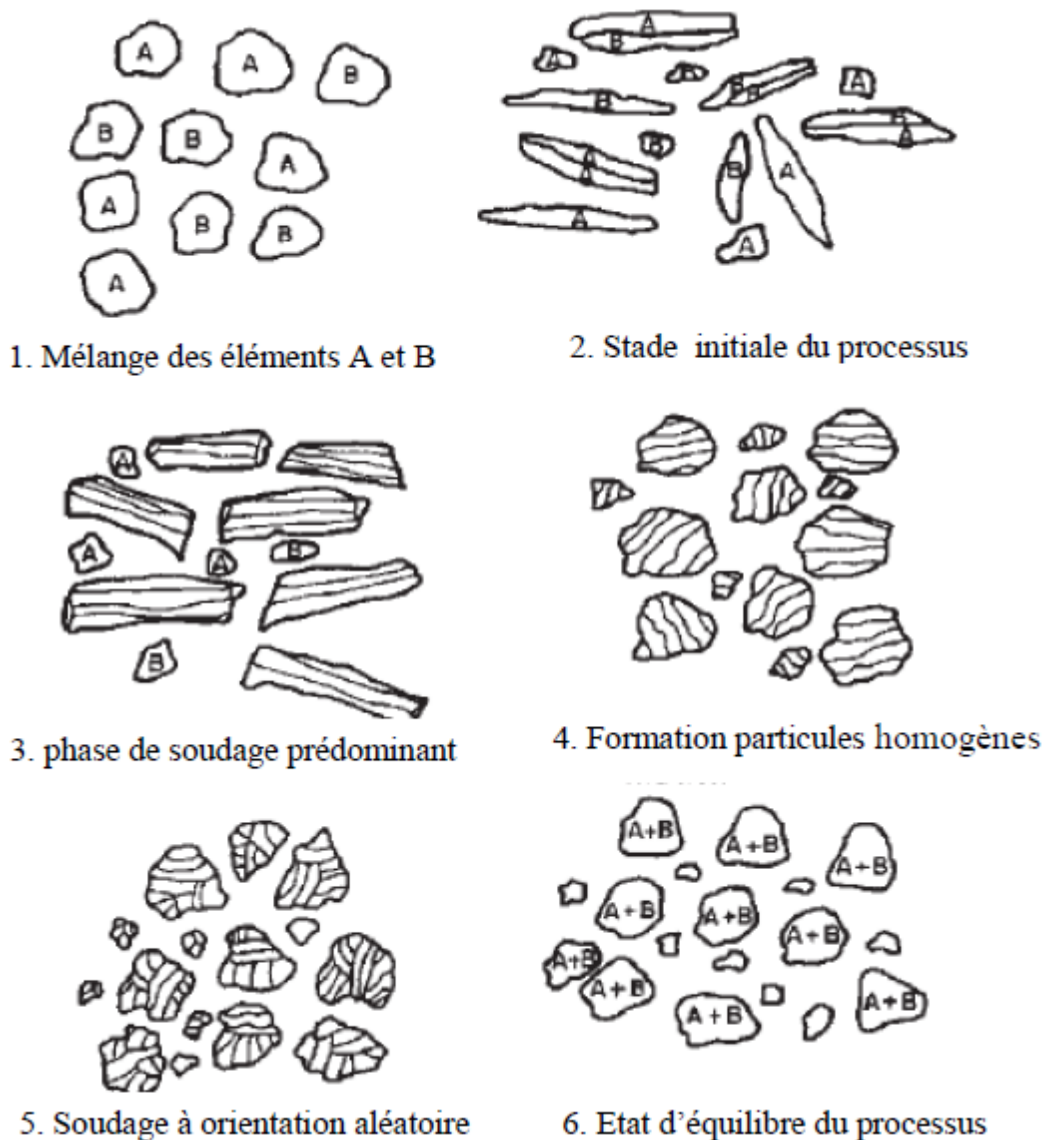


Figure 3.9: Les phases du processus de mécano synthèse [56].

L'homogénéité des poudres, mesurée par l'épaisseur moyenne des lamelles, est bien approchée par une fonction logarithmique du temps [57], et est obtenue après un long temps de broyage.

3.4.1 Mélanges de poudres ductiles-fragiles

Au cours du broyage, les particules fragiles se fragmentent. Or, le broyage ne se réalise que lorsque les fragments deviennent suffisamment petits pour favoriser la diffusion à courte distance et que les éléments fragiles auront une certaine solubilité dans la matrice.

Les fragments formés se mélangent aux particules ductiles. Dans le cas où les particules fragiles seraient insolubles dans la matrice, une fine dispersion de la phase fragile dans la matrice ductile se produit, tel est le cas des superalliages à base de nickel renforcés par la dispersion d'oxydes [58].

3.4.2 Mélanges de poudres fragiles-fragiles

Dans ce cas, le broyage ne conduit qu'à une réduction de la taille des particules sans un mélange réel des éléments. Cependant, dans certains cas, des solutions solides d'éléments fragiles ont pu être élaborées [59], (voir figure ci-dessous).

Il a été montré [60] qu'il est plus facile d'élaborer des alliages à partir de poudres ayant des propriétés voisines plutôt qu'à partir des poudres dont les propriétés sont complètement différentes.

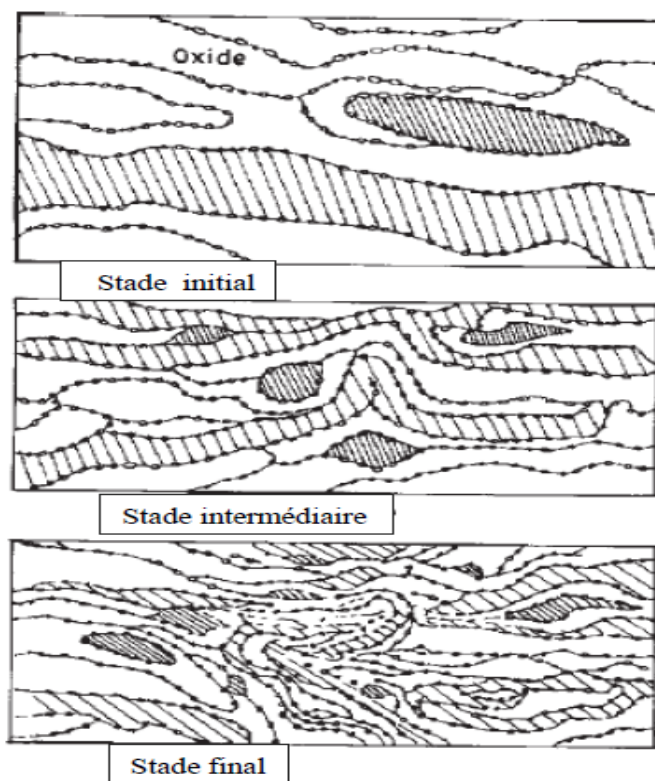


Figure 3.10: Dispersion des particules durant le mécano synthèse [56].

3.5 Paramètre de broyage

Le procédé de mécanosynthèse est complexe et le produit final dépend de plusieurs paramètres, à savoir les propriétés thermodynamiques des poudres et les conditions de broyage [58-60].

Les paramètres contrôlables lors de l'élaboration des alliages par mécanosynthèse sont : le type de broyeur, le rapport massique bille/ poudre et l'intensité de broyage. Cependant, d'autres paramètres sont incontrôlables et difficiles à maîtriser telles que la température et la contamination.

3.5.1 Le type de broyeur

Le type de broyeur utilisé détermine le mouvement des billes et par conséquent la façon dont la pression va s'appliquer sur la poudre (frottement, choc). En outre, la formation des alliages est généralement liée à l'énergie totale dégagée par les billes durant une série de collisions, qui dépend des outils de broyage (volume des jarres, diamètre et nombre des billes), de la vitesse de rotation des jarres ainsi que des caractéristiques des poudres élémentaires, telles que la nature chimique, la miscibilité des éléments et la dureté dont va dépendre la déformation créée (plastique, élastique) lors du broyage.

3.5.1.1 Le rapport masse bille/ masse poudre

L'énergie totale dégagée lors du broyage est liée au rapport masse bille/ masse poudre. Généralement, plus le rapport est grand, plus le processus de mécanosynthèse est rapide, car le nombre de collisions par unité de temps augmente avec l'augmentation du nombre de billes.

De plus, l'augmentation de la fréquence de collisions entraîne une augmentation de la température à l'intérieur des jarres et par conséquent un large processus de diffusion.

Dans une étude faite sur l'influence du rapport masse bille/ masse poudre en mécanosynthèse, Nui [50-60] a montré que la micro dureté des poudres augmente continuellement avec l'augmentation du rapport massique à cause du rehaussement et de l'accélération de la déformation plastique des particules de poudres. Cependant, la vitesse de durcissement diminue avec l'augmentation du rapport massique.

3.5.1.2 L'intensité de broyage

C'est un paramètre important en mécanosynthèse. L'intensité de broyage est une mesure de l'énergie de broyage qui est directement proportionnelle à la puissance générée au cours du processus de mécanosynthèse. Comme les particules de poudres sont sujettes à une grande énergie de collision, le produit final est influencé par l'intensité de broyage.

3.5.1.3 La température

L'un des paramètres cruciaux du broyage est la température. En effet, l'élévation de la température locale d'un grain de poudre soumis à un cisaillement intense est difficile à mesurer.

Il a été montré que l'élévation de la température peut être estimée à partir de la relation :

$$T = F (t / K_0 \rho C_p) \quad (3.1)$$

Où :

t : est le temps de déformation ;

F : est le flux d'énergie dissipée donnée par la relation :

$$F = n V_r \quad (3.2)$$

Avec :

n : la contrainte normale ;

V_r : la vitesse relative de la bille avant l'impact.

L'élévation de la température au cours du broyage résulte de l'augmentation de la température locale et de la température des outils de broyage. Cette dernière dépend essentiellement du type de broyeur utilisé et des paramètres de broyage.

3.5.1.4 La contamination

La contamination des poudres obtenues par mécanosynthèse, est difficile à éliminer. Elle provient essentiellement des outils de broyage et des gaz utilisés.

3.5.1.5 La contamination par les outils de broyage

Lors du broyage et sous l'effet des chocs répétés, on s'attend toujours à une

Contamination des poudres due à l'usure des outils de broyage. Cette dernière se traduit par la présence, dans la poudre broyée, d'une petite quantité de la matière des billes et des jarres qui peut être estimée à partir de la perte de masse des billes. Cette quantité est d'autant plus grande que la masse des poudres broyées est faible, car les chocs ne sont pas amortis par la poudre. Toutefois, la pollution est d'autant plus grande que la vitesse du plateau est grande (broyage intense).

Quelles que soient la quantité de poudre, l'intensité et la nature des outils de broyage, la contamination ne peut être éliminée totalement. Différents matériaux peuvent être utilisés comme

outils de broyage selon les poudres étudiées, dont les plus fréquents sont l'acier, le carbure de tungstène, l'agate et la céramique.

3.5.1.6 La contamination par les gaz

Le type de gaz (Ar, O₂, N₂) utilisé lors du broyage a un effet non négligeable sur la nature du produit final. La plupart des broyages se font sous atmosphère inerte ou sous vide afin de limiter la contamination due au gaz régnant dans les jarres.

Les surfaces créées au cours du broyage rendent la poudre très sensible à la contamination par l'azote et/ou l'oxygène, ce qui peut modifier le produit final.

3.5.1.7 Force et énergie lors de processus de broyage

La théorie d'Hertz d'impact est appliquée aux collisions se produisant pendant le traitement du mécano chimie (MC). Ainsi, la pression normale d'impact (P_n) et l'épaisseur (h_0) de la poudre compacte, peuvent être calculées par les formules qui suivent:

$$r_h = g_r v_n^{-0.4} \left(\frac{\rho_B}{E_{eff}} \right)^{0.2} r_b \quad (3.3)$$

Où :

- g_r est un coefficient en fonction de la géométrie du modèle de collision. Ça va valeur est donné dans le tableau 1 ;
- v_n est la vitesse normale des billes ;
- $E_{(eff)}$ est le module d'élasticité ou module d'Young ;
- r_b est le rayon des billes ;
- ρ_B est la masse volumique des billes.

$$P_n = g_p v_n^{-0.4} \left(\frac{\rho_B}{E_{eff}} \right)^{0.2} E_{eff} \quad (3.4)$$

- ρ est la masse volumique des billes ;

La force de choc normale F_n peut être donnée par :

$$F_n = P_n \pi r_h^2 \quad (3.5)$$

| Type de collision | g_{τ} | g_r | g_p |
|------------------------------|-------------------------|-------------------------|-------------------------|
| Bille avec surface courbe | $0.4034[(x-1)/x]^{0.2}$ | $1.4750[(x-1)/x]^{0.4}$ | $0.3521[(x-1)/x]^{0.6}$ |

Tableau 1.3 Constantes géométriques du broyeur mécanique. Pour une surface Courbe avec un rayon négatif de courbure- r_2 ; χ est égal à -
 r_2/R_b

CHAPITRE 4 : RESULTAS ET DISCUSSION

4.1 INTRODUCTION

Notre travail consiste à élaborer un programme qui permettra de tracer les trajectoires du mouvement des billes dans la jarre, aussi, est de calculer leurs vitesses et accélérations, et ce pour le broyeur mécanique Horizontal à barre, en plus, l'utilisation des équations développées dans les chapitres précédents en tenant compte de la variation de plusieurs paramètres dynamiques et géométriques, entre autres :

- La vitesse de rotation du cylindre (jarre) ;
- Le rayon de la bille.

En outre, nous avons étudié les angles de rotations (θ) auxquels les billes se détachent de la paroi courbée du cylindre au cours de son mouvement de rotation, en plus d'autres paramètres de broyage qui peuvent avoir une influence sur les forces et pressions qui se créées lors du choc des billes contre la paroi du cylindre entraîné par la vitesse de rotation ω .

4.2 PROGRAMME DE CALCUL

En utilisant le langage de programmation « Fortran », ce dernier est basé sur la variation des différents paramètres de broyage entre autres la vitesse de rotation du broyeur, lesquels ont une influence sur le processus de broyage par mécanosynthèse.

Ce programme est régi par plusieurs étapes, à savoir :

- Introduction des données des constantes ;
- Une boucle de variation des différents paramètres cités auparavant ;
- Calculer les positions pour des trajectoires que font les billes dans la jarre ;
- Calcul de l'angle de détachement (θ_d) ;
- Calcul de la vitesse de choc des billes ;
- Calcul du temps d'impact des billes ;
- Calcul de l'énergie cinétique des billes ;
- Calcul de la fréquence de choc des billes ;
- Calcul du rayon ainsi que la surface d'impact des billes avec la paroi courbée du cylindre ;
- Calcul des Forces et pressions d'impact des billes avec la paroi de la jarre (cylindre) ;
- Calcul de la puissance de choc des billes ;
- Affichage des résultats.

4.3 Algorithme cinématique du broyeur horizontal

Début

Var t,y,z,u,F,v,R,r,w,w₁,Ang, Réelles

Var M, r₂, ρ, E_c,α Réelles

Lire r₂, R₁

π=3.14

M=4/3 πr₁³ ρ

r₁=r₂/N

Pas =1/000000

t=0

Pour w₁ de 0 jusqu'à 143! Tr/min

W=2 π/60 w₁

U=α(R-r₁) !α=1.000017

Ang=arc sin[(R- r₁) w²/g]

5 y=(R- r₁) cos (Ang)-(R- r₁) w sin (Ang).t

z=-1/2 gt²+(R- r₁) w cos (Ang) t+(R- r₁) sin (Ang)

F=√y² + z²

V=√[(R - r₁)²w sin(ang) + (-gt + (r - r₁)w cos(ang))²]

E_c=1/2 M V²

Si F ≥ U alors

Ecrire W₁, t, V, E_c

Si non

t= t+pas

aller à 5

Fin si

Fin pour

Fin

4.3.1 RESULTATS DE L'ETUDE DU MOUVEMENT DU BROYEUR MECANIQUE :

4.3.2 Les trajectoires du mouvement des billes dans le broyeur mécanique

L'étude cinématique décrite dans le chapitre II, et en particulier l'équation. (2.22) et (2.23) ont été utilisées pour simuler le mouvement des billes dans le cylindre du broyeur mécanique. Les trajectoires par rapport au centre de gravité du cylindre désigné par le point C (les figures. 2.1 et 2.2) sont illustrées dans la figure. (4.1), sachant qu'on a pris les données comme suit :

- Le Rayon de la bille, $R_b = 7.5\text{mm}$;
- La longueur de la barre que compose l'ensemble de billes, $L = 150\text{ mm}$;
- La vitesse de rotation est égale à, $\omega = 40 ; 60 ; 80 ; 100 ; 120$ et 130 tr/min .

Les résultats obtenus ont été comparés avec ceux des résultats expérimentaux obtenus par Delogu et al. (1995) [40] par rapport au YZ, où les forces viscoélastiques définissent des ressorts dans le cylindre au cours du broyage.

Les courbes suivantes montrent les trajectoires que font les billes durant le processus du broyage suivant le plan transversal du cylindre :

- Le plan (YZ)

L'objectif, c'est de connaître la trajectoire des billes formant la barre horizontale à l'intérieur du cylindre en rotation.

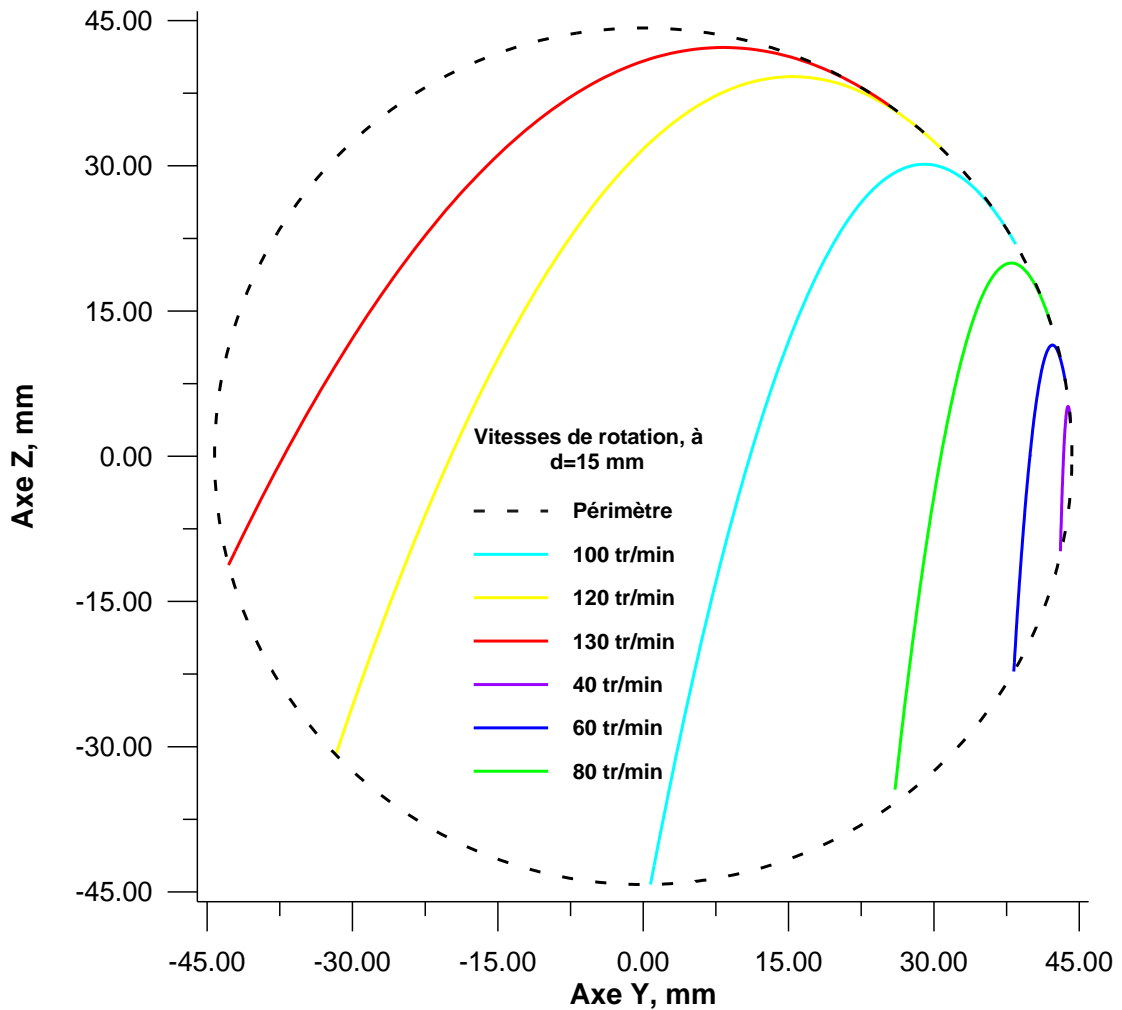


Figure 4.1 : Trajectoires des billes de diamètre $d=15$ mm formant la barre horizontale dans le cylindre et par rapport au plan transversal Y-Z, pour des vitesses de rotation du cylindre, $\omega=40, 60, 80, 100, 120$ et 130 tr/min.

En outre, d'après la figure 4.1, on remarque que les trajectoires des billes de diamètre $d=15$ mm ont une portée plus ou moins importante et une hauteur de chute légèrement faible par rapport au bas de la paroi du cylindre, au fur et à mesure que la vitesse de rotation du cylindre augmente. D'autre part, on peut aussi déduire d'après les courbes de cette figure qu'une seule vitesse de rotation du cylindre égale à, $\omega =100$ tr/min est optimale, car la hauteur de chute z relative à la trajectoire des billes est grande dont la vitesse de choc est importante et qui est nécessaire au broyage de la poudre par le procédé de mécanosynthèse. Ainsi, les autres trajectoires des billes ayant des vitesses de rotations différentes à celle citée ci-dessus ($\omega \neq 100$ tr/min), leurs vitesses de choc sont moins élevées.

Afin de connaître les angles de détachement des billes à partir de la paroi du cylindre au cours de leurs roulements en ascension sur la génératrice jusqu'à une position angulaire donnée où la chute

des billes au bas du cylindre, on fait varier la vitesse de rotation du broyeur pour obtenir des courbes d'angles de détachement dont on a utilisé des billes de tailles différentes ($\varnothing 15$, $\varnothing 19$, $\varnothing 23$ et $\varnothing 27$), comme montre la figure 4.2.

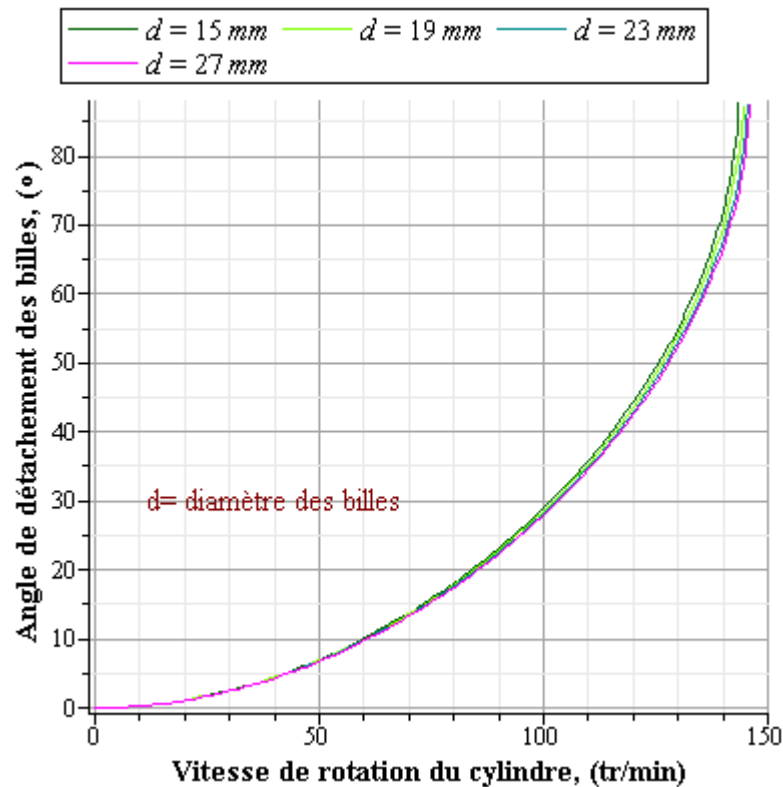


Figure 4.2 : Angle de détachement des billes en fonction de la variation de la vitesse de rotation du cylindre, pour des diamètres de billes, $d=15$, 19 , 23 et 27 mm.

D'après les courbes de la figure 4.2, on remarque une similitude entière donnant l'allure de la fonction d'un arc de cercle pour différents diamètres des billes ($\varnothing 15$, $\varnothing 19$, $\varnothing 23$ et $\varnothing 27$). Ainsi, on peut conclure que, le détachement apparait est en interdépendance à la vitesse de rotation ω du cylindre et qui atteint un angle maximal qui ne peut dépasser 90° relatif à une valeur de vitesse $\omega \leq 145$ tr/min selon la figure 4.2.

4.3.3 La variation de la vitesse de choc des billes

En tenant compte de l'équation (2.24) de la position de la bille dans le cylindre, sa dérivée par rapport au temps a été utilisée pour simuler la vitesse des billes. Par rapport au centre de gravité de la jarre (cylindre) désigné par le point O (les figures 2.1 et 2.2) où les trajectoires des

billes sont illustrées dans la figures. (4.1) donnée ci-dessus, et en tenant compte de la variation de la vitesse de rotation du cylindre, ω .

Les courbes suivantes de la figure 4.3 montrent l’allure des vitesses de choc, que font les billes au cours du broyage et par rapport au plan transversal Y-Z du cylindre, ainsi qu’avec des diamètres des billes, $d= 15, 21$ et 27 mm.

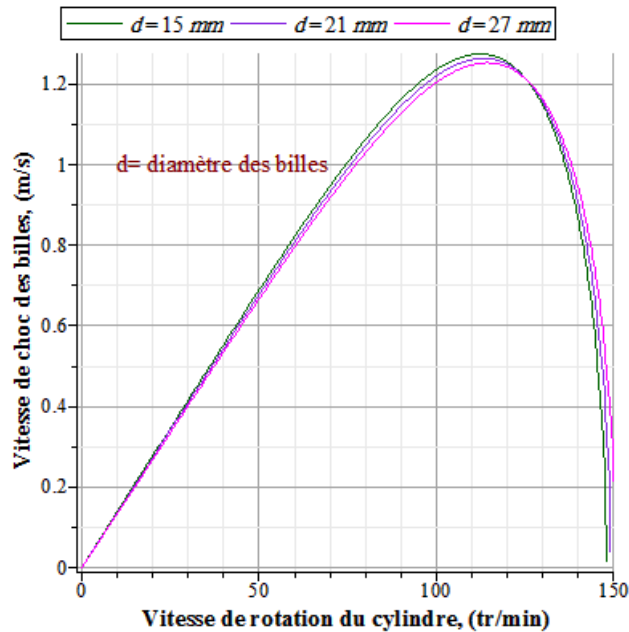


Figure 4.3 : La vitesse de choc des billes en fonction de la variation de la vitesse de Rotation du cylindre, pour des diamètres de billes, $d=15, 21$ et 27 mm.

D’après la figure 4.3, nous remarquons que les courbes augmentent pour atteindre un maximum puis elles diminuent brusquement pour tendre vers une valeur minimale par rapport à la vitesse de rotation égale, $\omega=150$ tr/min de l’axe des abscisses. Les valeurs maximales des courbes de vitesses des billes sont : 1.275, 1.264 et 1.253 m/s respectivement pour des diamètres des billes, $d=15, 21$ et 27 mm, et pour des vitesses de rotation égale à , $\omega= 112.33; 113.30$ et 114.29 tr/min.

En plus, les vitesses des billes diminuent au fur à mesure que leurs diamètres augmentent en raison de l’espace qui se réduit à l’intérieur du cylindre et les billes y acquièrent ainsi un faible mouvement de broyage.

4.4 La variation du temps de collision des billes

La figure 4.4 représente le temps d’impact des billes ainsi que leurs vitesses de choc en fonction de la variation de la vitesse de rotation du cylindre, sachant qu’on a pris :

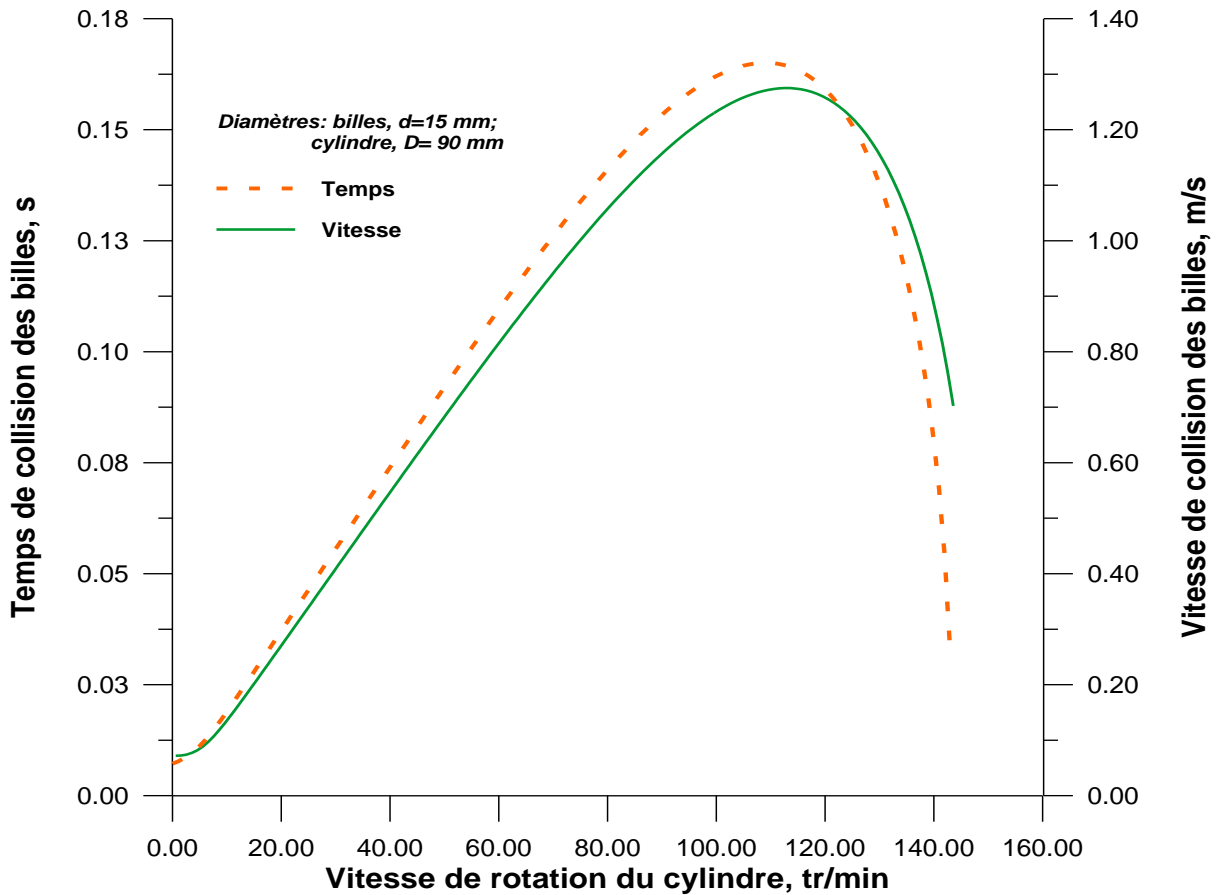


Figure 4.4 : Temps de collision des billes ainsi que la vitesse de collision des billes En fonction de la variation de la vitesse de rotation du cylindre pour Un diamètre de billes, $d=15$ mm.

- Le rayon de la bille, $R_b= 7.5$ mm ;
- La longueur du cylindre, $L= 180$ mm ;
- La longueur de la barre que compose l'ensemble de billes, $L_b= 150$ mm ;
- Le diamètre du cylindre, $D= 90$ mm.

D'après les graphes obtenus de cette figure, qu'ils ont une allure presque identique qui augmente à partir de l'origine pour atteindre un maximum, puis elle diminue brusquement vers l'axe des X pour une vitesse de rotation, $\omega= 150$ tr/min. Ceci explique, que les billes formant la barre horizontale dans leur trajectoire ont mis un temps de chute pour parvenir au bas du cylindre avec une vitesse de choc nécessaire au broyage de la poudre après le détachement des billes de la paroi du cylindre sous un angle relatif θ_a .

D'autre part, le temps de chute peut être considéré comme un paramètre de broyage mécanique si on avait pris en considération le temps de roulement des billes à travers la paroi courbée du cylindre jusqu'à ce qu'ils atteignent l'angle de détachement θ_d , et ce après la chute des billes. Ainsi, la somme de ces temps constitue un intervalle au bout duquel la poudre subit périodiquement le choc mécanique contre la paroi du cylindre jusqu'à arriver à une taille désirée des particules de poudre.

En plus, le temps maximal de chute des billes jusqu'au bas du cylindre est égale à : 0.165 m/s respectivement pour un diamètre des billes, $d=15$ mm, et à la vitesse de rotation, $\omega=109.07$ tr/min.

4.4.1 La variation de l'énergie cinétique des billes

La figure 4.5 représente l'énergie cinétique des billes en fonction de la variation de la vitesse de rotation du cylindre. Sachant qu'on a les mêmes dimensions géométriques du broyeur mécanique, avec des billes de diamètres, $d=15, 17, 19$ et 21 mm, et la masse volumique des billes, $\rho=8000$ Kg/m³.

D'après les courbes de la figure 4.5, une même allure graphique qu'on peut constater, les courbes qui définissent l'énergie cinétique des billes augmentent proportionnellement avec le diamètre des billes et en fonction de la vitesse de rotation du cylindre. En effet, l'énergie cinétique est fonction de la masse des billes, cette dernière est liée au diamètre des billes dont le matériau est l'acier inoxydable.

Les valeurs maximales des courbes de l'énergie cinétique sont : 0.198 ; 0.229 ; 0.278 et 0.374 J/choc, respectivement pour des diamètres des billes, $d=15 ; 17 ; 19$ et 21 mm, ainsi que pour des vitesses de rotation égales à, $\omega=112.33 ; 112.73 ; 113.11$ et 113.30 tr/min.

De point de vue aspect mécanosynthèse, l'énergie cinétique de choc des billes est un paramètre de broyage qui influe sur l'élaboration de l'alliage de poudre nanocristalline.

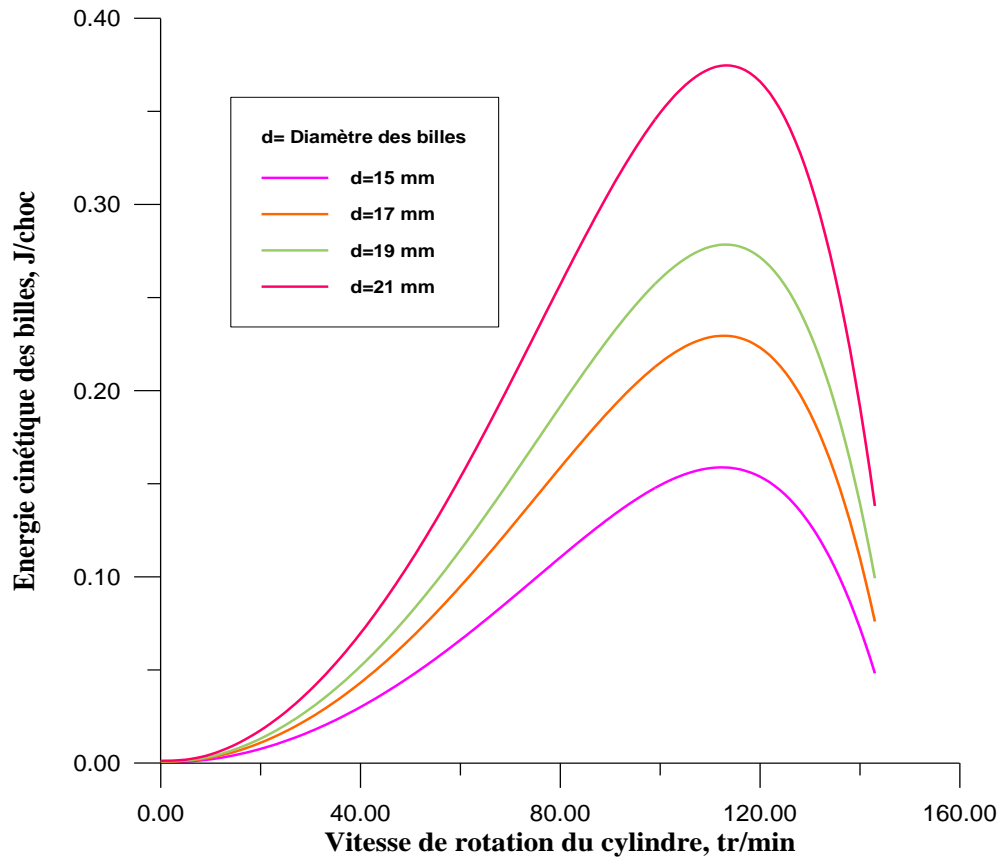


Figure 4.5 : La variation de l'énergie cinétique des billes en fonction de la vitesse De rotation du cylindre pour des diamètres des billes, d=15, 17, 19 et 21 mm.

En effet, la différence d'énergie cinétique avant et après le choc ne peut être dissipée entièrement dans le matériau, une dissipation sous forme de chaleur est à considérer entre les surfaces de la poudre et les billes. Ainsi, cette énergie crée une élévation de la température dans l'enceinte de broyage sans qu'il ait un phénomène de fusion de la poudre et que cette température favorisera par la suite la formation de l'alliage de poudre au cours du processus de broyage.

4.4.2 La variation de la fréquence de collision ses billes

La figure 4.6 représente la variation de la fréquence de choc des billes en fonction de la vitesse de rotation du broyeur mécanique. Sachant qu'on a pris les mêmes caractéristiques géométriques du broyeur mécanique, et avec des billes de diamètres, d=15, 21 et 27 mm.

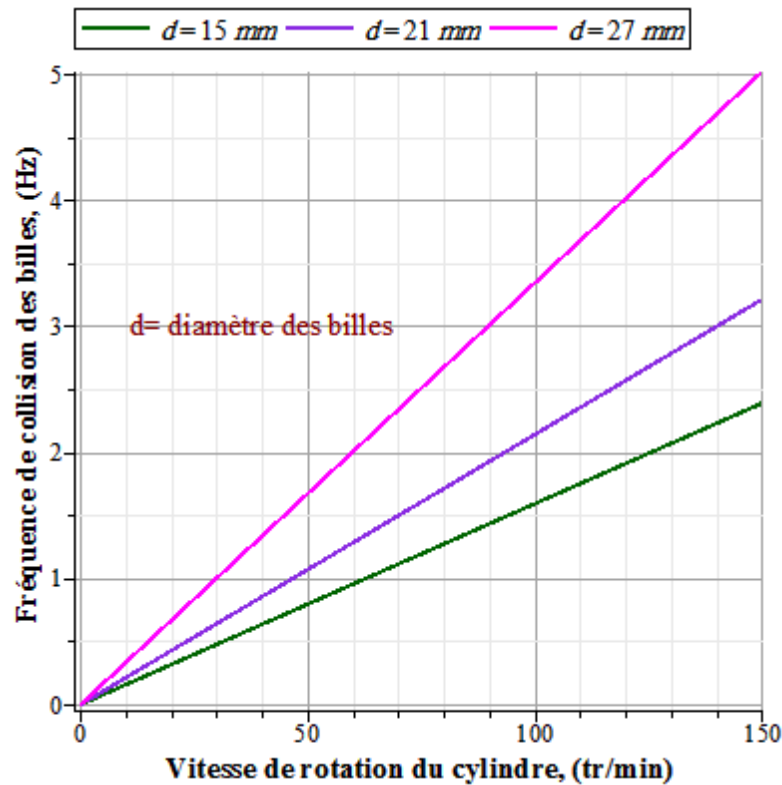


Figure 4.6 : La variation de la fréquence de collision des billes en fonction de La vitesse de rotation du cylindre pour des diamètres des billes, d=15, 21 et 27 mm.

D'après les courbes de la figure 4.6, nous remarquons que la fréquence de choc est proportionnelle à la vitesse de rotation du cylindre, en plus, les courbes présentent la forme des droites asymptotiques dont la pente est d'autant plus importante que le diamètre d des billes est grand. La valeur maximale des courbes de fréquence de choc est égale à $f_c = 5$ Hz à la vitesse de rotation, $\omega = 1500$ tr/min. D'autre part, la fréquence de choc représente l'inverse du temps total parcouru par les billes pour un tour complet autour de la paroi interne du cylindre, ce temps est également cité dans le sous paragraphe 4.3.3. En outre, la fréquence de choc est liée au taux volumique de remplissage des billes qui, dans la pratique ne doit pas dépasser 50 % du volume du cylindre, en plus la fréquence de choc dépend du nombre de billes dans le cylindre en mouvement de rotation. En plus, dans le procédé de mécanosynthèse, la fréquence de choc représente une intensité de broyage de la poudre, et aussi considérée comme étant un paramètre de broyage qui joue un rôle majeur dans l'efficacité du broyage et l'affinement de la structure des particules de poudre durant des heures de broyage mécanique.

4.4.3 La variation de puissance de choc des billes

La figure 4.7 représente la variation de la puissance de choc des billes en fonction de la vitesse de rotation du cylindre. Nous avons comme données :

- Le Rayon des billes, $R= 7.5, 9.5, 11.5$ et 13.5 mm ou ($\text{Ø}15, \text{Ø}19, \text{Ø}23$ et $\text{Ø}27$) ;
- La longueur de cylindre, $L= 150$ mm ;
- La longueur de la barre horizontale formant les billes, $L_b= 150$ mm ;
- La fréquence de rotation du cylindre varie de 0 à 150 tr/min.

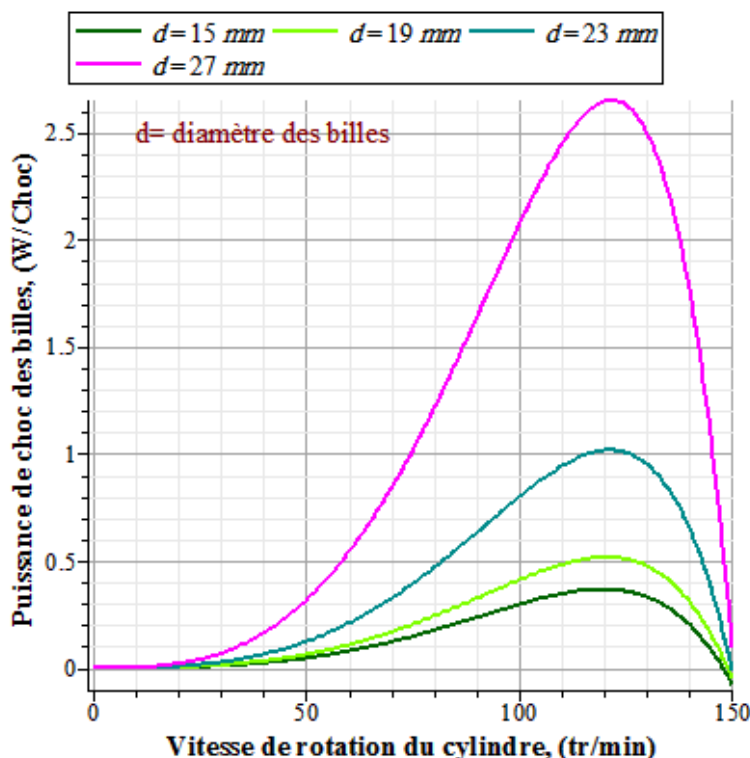


Figure 4.7 : La variation de la puissance de choc des billes en fonction de la vitesse de Rotation du cylindre pour des diamètres des billes, $d=15, 19, 23$ et 27 mm.

D'après la figure 4.7, nous remarquons que les courbes de la puissance de choc ont une allure similaire et qui augmentent au fur et à mesure que le diamètre des billes est grand pour atteindre un maximum, puis elles diminuent rapidement vers une valeur minimale par rapport à l'axe des abscisses où la vitesse de rotation est égale à, $\omega=150$ tr/min. Les valeurs maximales de la puissance de choc des billes sont égales à, $P_c= 0.367 ; 0.5165 ; 1.017$ et 2.651 W/choc, respectivement pour des diamètres des billes, $d= 15, 19, 23$ et 27 mm, ainsi que pour des vitesses de rotation égales à, $\omega=119.62 ; 120.45 ; 121.23$ et 121.70 tr/min.

Dans le procédé de mécanosynthèse, la puissance de choc est un paramètre de control du broyage mécanique, définie comme étant un travail qui est l'énergie cinétique des billes par unité de temps

et par gramme de poudre nécessaire à la réduction de la taille des particules de poudre au cours d'un temps de broyage mécanique.

4.4.4 La variation de rayon de la surface de contact

Afin d'estimer le rayon de contact de la surface d'impact du modèle adopté, pour notre étude, de la poudre prise entre la bille et la paroi courbée du cylindre, la figure 4.8 représente le rayon d'impact en fonction de la variation de la vitesse de rotation du cylindre.

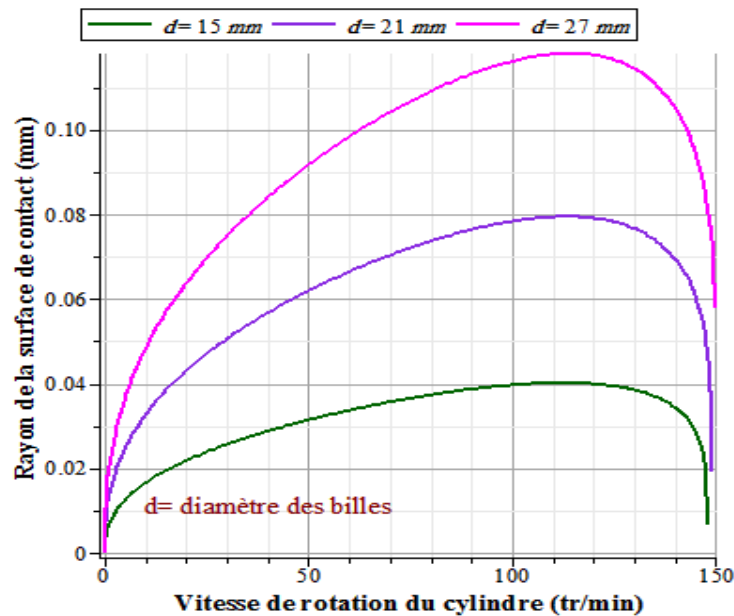


Figure 4.8 : La variation du rayon de la surface de contact en fonction de la vitesse de Rotation du cylindre pour des diamètres des billes, d=15, 21 et 27 mm.

Sachant qu'on a pris ;

- Les rayons des billes, $R= 7.5 ; 10.5$ et 13.5 mm
- La longueur du cylindre, $L= 150$ mm ;
- La longueur de la barre horizontale formant les billes, $L_b= 150$ mm ;

D'après les courbes de cette figure, on remarque une entière similitude entre elles, mais une progression des courbes à constater au fur et à mesure que le diamètre des billes augmente et simultanément avec la vitesse de rotation, ω . Le rayon de la surface de contact dépend aussi bien de la vitesse de choc que de la taille des billes.

Les valeurs maximales des courbes du rayon de la surface de contact sont égales à $r_0 = 0.040$; 0.079 et 0.118 mm respectivement pour des diamètres des billes, $d = 15$; 21 et 27 mm ainsi que pour des vitesses de rotation égales à, $\omega = 109.071$; 113.30 et 114.29 tr/min.

4.4.5 La variation de la surface de contact

La figure 4.9 représente la variation de la surface de contact en fonction de la vitesse de rotation du cylindre, où nous avons pris les données comme suit :

- Les rayons des billes, $R = 7.5$; 10.5 et 13.5 mm
- La longueur du cylindre, $L = 150$ mm ;
- La longueur de la barre horizontale formant les billes, $L_b = 150$ mm ;

Nous remarquons d'après la figure 4.9 que les courbes de la surface de contact présentent une forme identique, qui se progresse au fur et à mesure que le diamètre des billes augmente et proportionnellement avec la vitesse de rotation du broyeur. Ces courbes de surface sont intimement liées au rayon de contact cité précédemment dont les courbes sont similaires à celles des surfaces et qui atteignent respectivement un maximum, puis elles diminuent brusquement vers l'origine des courbes par rapport à l'axe des abscisses au point où la vitesse de rotation est égale à, $\omega = 150$ tr/min.

Les valeurs maximales des courbes de surface de contact sont égales à $S_0 = 0.505 \cdot 10^{-2}$; $0.198 \cdot 10^{-1}$ et $0.437 \cdot 10^{-1}$ mm², respectivement pour des diamètres des billes $d = 15$, 21 et 27 mm, ainsi que pour des vitesses de rotation égales à, $\omega = 112.33$; 113.30 et 114.29 tr/min.

D'autre part, la détermination de la surface de contact permet en général de connaître la masse de la poudre broyée en fonction de la densité surfacique σ , qui est pratiquement définie dans un intervalle égal à, $0 < \sigma \leq 1$ en vue de mesurer le poids de la poudre durant des essais de broyage mécanique jusqu'à l'obtention d'un nouveau alliage de taille nanométrique.

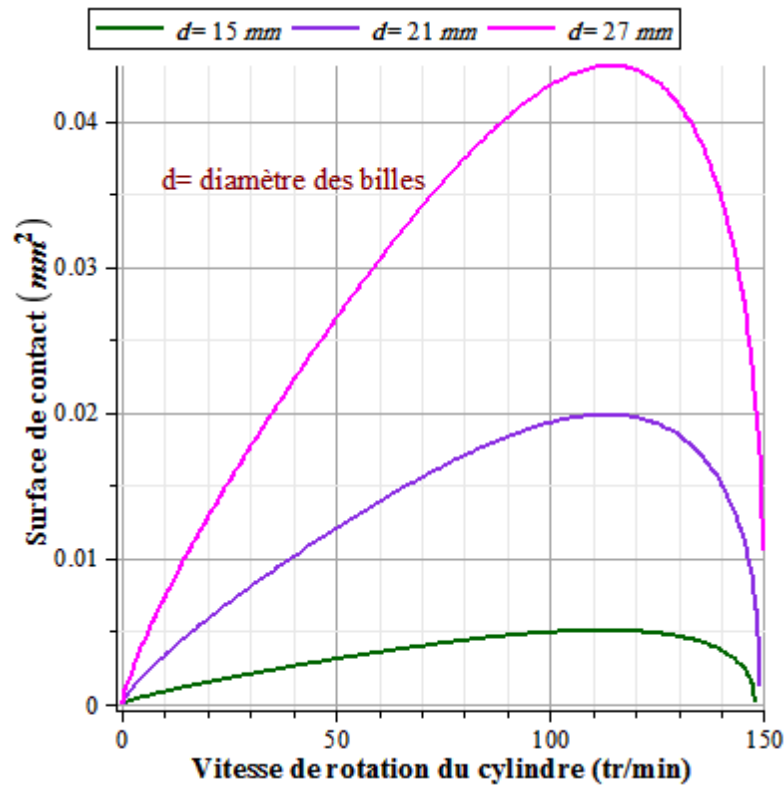


Figure 4.9 : La variation de la surface de contact en fonction de la vitesse de rotation du cylindre pour des diamètres des billes, d=15, 21 et 27 mm.

4.4.6 La variation de la force normale d'impact du bille

Afin d'estimer les forces qui agissent lors du choc des billes formant la barre horizontale contre la paroi courbée à l'intérieur du cylindre, la figure 4.10 représente les forces d'impact des billes en fonction de la variation de la vitesse de rotation du cylindre pour différentes tailles des billes, sachant qu'on a pris les mêmes données que précédemment.

D'après les courbes de cette figure, nous remarquons une même forme d'illustration et que ces courbes augmentent proportionnellement avec le diamètre des billes et également avec la vitesse de rotation du cylindre.

D'autre part, les valeurs maximales que peuvent atteindre les courbes des forces d'impact sont égales à $F_n = 13.152 ; 42.597 ; 84.105$ et 115.20 N, respectivement pour des diamètres des billes, $d = 15 ; 19 ; 21$ et 27 mm, ainsi que pour des vitesses de rotation égales à, $\omega = 112.33 ; 113.33 ; 113.84$ et 114.29 tr/min.

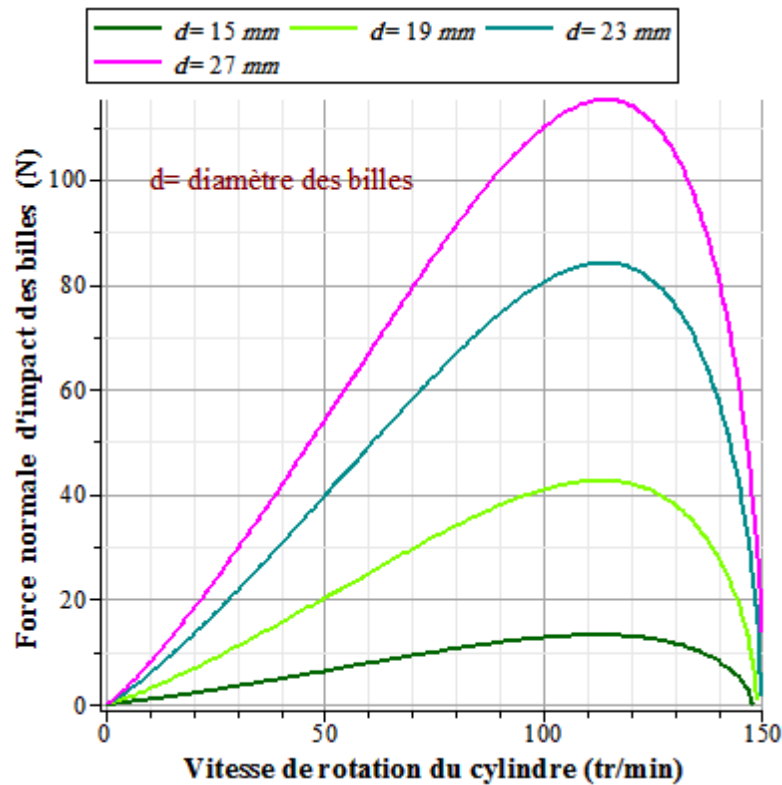


Figure 4.10 : Force normale d’impact des billes en fonction de la variation de la vitesse de rotation du cylindre pour des diamètres des billes, $d=15$; 19 ; 23 et 27 mm.

Dans le procédé de mécanosynthèse, la force d’impact représente un paramètre fondamental du processus de broyage. En effet, du point de vue grandeur physique, on note d’après les courbes qu’une force maximale égale à 120 N qui s’exerce contre la paroi du cylindre équivalente à 12 kg avec les billes de diamètre $d=27$ mm, et ce par rapport à une surface d’impact très petite où la poudre se trouve piégée, donc cette la force d’impact est définie en terme de dommage occasionné dans la fragmentation des particules de poudre au cours du broyage. Par conséquent, la force d’impact induit une élévation locale de la température dans l’enceinte de broyage en raison d’un travail de déformation plastique de la poudre qui se transforme en énergie dissipée sous forme de chaleur.

4.4.7 La variation de la pression d’impact des billes

La figure 4.11 représente la variation de la pression d’impact des billes en fonction

De la vitesse de rotation du cylindre. Sachant qu’on a pris :

- Le diamètre des billes, $d= 15, 19, 23$ et 27 mm
- La longueur du cylindre, $L= 150$ mm ;

- La longueur de la barre horizontale formant les billes, $L_b = 150 \text{ mm}$;

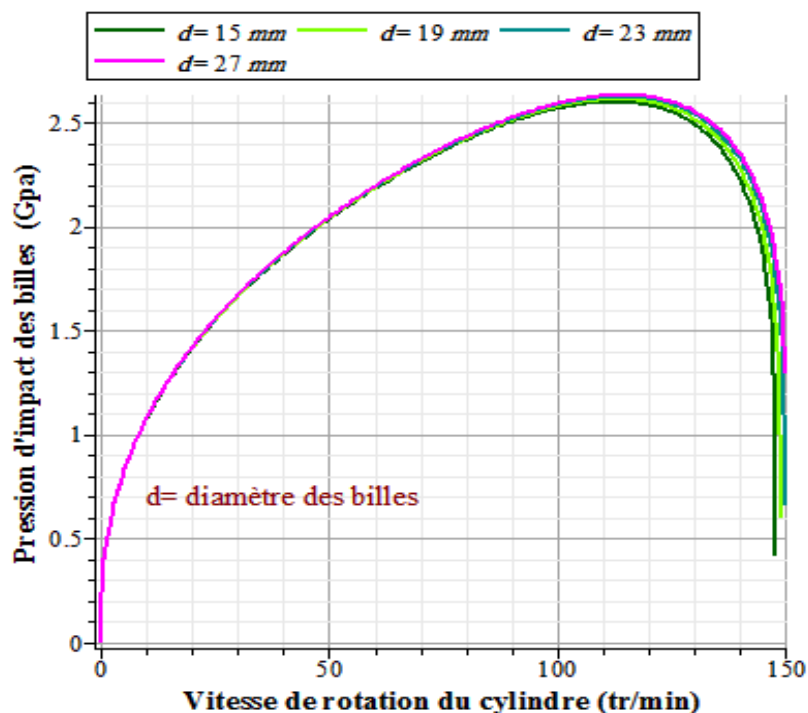


Figure 4.11 : Pression normale d'impact des billes en fonction de la variation de la vitesse de rotation du cylindre pour des diamètres des billes, $d=15$; 19 ; 23 et 27 mm .

D'après les courbes de la figure 4.11, nous remarquons qu'elles présentent une même allure d'une fonction, et qui augmentent au fur et à mesure que le diamètre des billes est grand augmente, ainsi que proportionnellement avec la vitesse de rotation du cylindre.

Dans la pratique, le choc mécanique des billes contre la paroi interne de l'enceinte de broyage où la poudre est prise entre elles, exerce une force d'impact importante et également, une pression d'impact assez élevée par rapport à une surface de contact très petite, et qu'on estime en « Gpa » (10^9 N/m^2) nécessaire à la réduction de la taille des particules de poudre au cours du broyage .

Par exemple, les valeurs maximales des courbes de pression d'impact sont égales à $P_n = 2.597$; 2.611 ; 2.623 et 2.630 GPa , respectivement pour des diamètres des billes, $d=15$; 19 ; 21 et 27 mm , ainsi que pour des vitesses de rotation égales à, $\omega = 112.33$; 113.11 ; 113.84 et 114.29 tr/min .

CONCLUSION

Un modèle cinématique a été utilisé pour notre étude du broyeur mécanique à cylindre dont les billes forment une barre horizontale en vue de l'élaboration des poudres par le procédé de mécanosynthèse, nous avons fait un développement des équations cinématiques donnant la vitesse et l'accélération de la barre horizontale dans le cylindre formant un ensemble de billes. L'énergie cinétique de collision, la fréquence de choc et la puissance de choc, ainsi que les forces et pressions d'impact ont été également déterminées.

Ce type de broyeur mécanique fonctionne avec des vitesses de rotation moins élevées. Il donne un broyage efficace de la poudre en comparaison avec d'autres types de broyeurs utilisés dans le procédé de mécanosynthèse, entre autres le broyeur planétaire « type PM 400 », et notamment l'énergie cinétique de choc et la puissance de choc trouvées comparables pour les deux types de broyeurs, par exemple.

En plus, l'effet de roulement des billes sur la paroi du broyeur mécanique n'a pas été pris en considération dans les calculs.

En outre, la poudre n'a pas été utilisée dans notre étude bien qu'on a calculé les forces dynamiques et énergétiques, ceci peut faire l'objet d'un autre projet d'étude de la mécanosynthèse où, un modèle numérique est nécessaire particulièrement dans la détermination de la granulométrie des poudres.

Conclusion Générale

Du fait de sa capacité à broyer des matériaux à l'échelle nanométrique et à obtenir des alliages avec des densités particulièrement hautes, la mécanosynthèse a fait apparaître des propriétés que les autres méthodes ne pouvaient donner. Ainsi, les améliorations mécaniques ou encore les caractères magnétiques nouveaux des alliages obtenus par la mécanosynthèse ont donné l'élan nécessaire pour intéresser les scientifiques. Cependant, il existe de nombreuses lacunes concernant ce procédé de broyage.

Des meilleurs résultats de broyage pourraient venir en utilisant d'autres techniques qui utilisent l'énergie mécanique pour élaborer les mêmes types de matériaux métastables que la mécanosynthèse.

Ce travail a été consacré à l'étude d'un broyeur Horizontal à barre fonctionnant avec une jarre (cylindre) contenant une ou plusieurs billes qui tourne en mouvement de rotation conçu à l'élaboration des nanomatériaux par la technique de mécanosynthèse, en tenant compte de plusieurs paramètres de broyage dans le but de déterminer les trajectoires des billes, déterminer aussi la vitesse de choc des billes sans oublier l'énergie cinétique de choc des billes entre elles ou le choc des billes avec la paroi interne du cylindre.

En effet, cette étude consiste à faire varier quelques paramètres de type géométrique et dynamique qui influent sur le mouvement des billes, à savoir : le diamètre des billes, la vitesse de rotation de la jarre fixée à deux appuis assimilée à une poutre, ainsi que l'angle de rotation.

Ce type de broyeur présente plusieurs avantages par rapport à d'autres broyeurs mécaniques utilisés en mécanosynthèse car, le mouvement des billes tombent en cascade aux fond du cylindre, ce qui rend le choc assez important contre la paroi interne du cylindre et la poudre, par conséquent une grande intensité et une efficacité du broyage.

APPENDICE A

LISTE DES SYMBOLES ET ABREVIATIONS

R : Rayons de la jarre

V_a : Vitesse absolue

ω : La Vitesse de la rotation de la tige

γ_a : L'accélération absolue

F : La force de réaction

P : Le poids de la bille

θ_d : L'angle de détachement

r : Rayons de la bille

V_d : Vitesse de détachement

g : La gravite

$OM \rightarrow$: Vecteur de postions

$(R-r)$: Rayon fictif

E_c : Energie cinétique de choc

M : La masse de la tige

f : Fréquence d'intacte

P : La puissance de choc

Fr : La force de collisions

δ_r : Distance approché entre la bille et la paroi de la jarre

E : Module d'élasticité au Module d'Young

ϑ : Coefficient de poisson

P_n : La pression radiale

a : Rayon de la poudre compacte

F_t : La Force tangentielle d'impact

V_t : La vitesse tangentielle au décollage

F : Le flux d'énergie

V_r : La vitesse relative de la bille avant l'impact

n : La contrainte normale

τ : Le temps d'impacte

R_h : Rayon d'impacte

τ_{max} : La déformation de la bille

P_n : La pression d'impacte

h_0 : La couche de poudre

E_{eff} : Le Moment de flexibilité

r_b : Rayon du frisage

L : La hauteur a l'intérieure de la jarre

$\rho_b \rho_p$: Les densités des billes

g_τ : Coefficients en fonction de la géométrie

BIBLIOGRAPHIE

- [01] AFSSET, Agence Française de Sécurité Sanitaire de l'Environnement et du Travail - « Les nanomatériaux. Effets sur la santé de l'homme et sur l'environnement » : p248, Juillet 2006.
- [02] SARGENT T. « Bienvenue dans le nanomonde ». Paris : Dunod, 2006.- 201 p
- [03] Courtney TH «TRANSACTIONS MÉTALLURGISTES ET DES MATÉRIAUX, Modélisation de la mécanosynthèse: Partie II. Développement de programmes de modélisation computationnelle » Volume 26, Numéro 9,1995.
- [04] Afsset - Les nanomatériaux : effets sur la santé de l'homme et sur l'environnement -
Juillet 2006.
- [05] K. Lu, Nanocrystalline metals crystallized from amorphous solids: nanocrystallization, Structure, and properties, Mater. Sei. Eng. R 16 (1996) 161-221.
- [06] C. Suryanarayana, Nanocrystalline materials, International Mater. Reviews, vol. 40 (1995) 41-64.
- [07] S. C. Tjong, H. Chen, Nanocrystalline materials and coatings, Mater. Sei. Eng. R 45 (2004) 1-88.
- [08] U. Herr, J. Jing, R. Birringer, U. Gonser and H. Gleiter, Appl. Phys. Lett. 50 472 (1987).
- [09] J.M. Grenèche, J.M.D. Coey, J The topologically-disordered square lattice: .Phys. 51, p 231, 1990.
- [10] Tony McNally PhD, Nanomaterials in Aerospace Applications, School of Mechanical & Aerospace Engineering, Italy, 1/10/2010.
- [11] Sarah E. O'Donnell, « Impact of nanomaterials in airframes on commercial aviation. The MITRE Corporation Center for Advanced Aviation System Development, McLean, Virginia
- [12] Blue Road Research, Inc, "MNT-based sensors for aircraft/spacecraft structural health monitoring", Concept paper Ila, CANEUS, 2006, www.caneus.org
- [13] Piet Woelcken, Clemens Bockenheimer, Henrik Rösner, "Nanotechnology for future Airbus airframes", paper presented at Nanosolutions, Expo XXI, Cologne, 2006, 28- 30 November <http://www.nanosolutions-cologne.de/>
- [14] Nanomaterials for Aviation Industry: nanomaterials for aviation. Ptü. Pdf. 10/2011.
- [15] E. V. G. Eynatten and H. E. Bömmel, Appl. Phys. 14 415 (1977).
- [16] S. Roth and E. M. Hörl, Phys. Lett. 25A 299 (1967).

- [17] H. Guérault, thèse de doctorat, Université du Maine, Janvier (2000).
- [18] J. Balogh, L. Bujdosó, D. Kaptas, T. Kemeny, I. Vincze, S. Szabo and D. L. Beke, *Phys. Rev. B*, 61 4109 (2000).
- [19] J. Balogh, T. Kemeny, I. Vincze, S. Szabo, D. L. Beke and J. Toth, *Phys. Rev. B*, 59 14786(1999).
- [20] Sandrine Poux « Etude et caractérisation de nanomatériaux composites obtenus par encapsulation », 146 pages, Paris, 2002
- [21] P. Le Brun, L. Froyen and L. Delaey, *Mater. Sci. Engng* A161, 75 (1993).
- [22] A. Calka and J. S. Williams, *Mater. Sci. For.* 8%gO, 787(1992).
- [23]: Young-Soon Kwon, Konstantin B. Gerasimov, Sok-Keel Yoon, « Ball temperatures during mechanical alloying in planetary mills », *Journal of Alloys and compounds* volume 346, pp.276-281,2002.
- [24]: P.P. Chattopadhyay , I. Manna, S. Talapatra, S.K. Pabi, « A mathematical analysis of milling mechanics in a planetary ball mill», *Materials Chemistry and Physics*, vol.68, pp. 85-94 ,2001.
- [25]: C.C. Koch, in: R.W. Cahn, P. Hassan, E.J. Kramer (Eds.), «Materials Science and Technology», Volume 15, VCH, Weinheim, pp. 192, 1991.
- [26]: D.R Maurice, TH.Courteney, « Development of composite materials by mechanochemical treatment of post-consumer plastic waste », *Metallic Transactions*, volume 22, p 299, 1990.
- [27]:P. Le Brun, L. Froyen, L. Delaey, «Mechanochemical synthesis of intermetallic compounds», *Material Science Engineering*, volume 143, p 75, 1992.
- [28]: T.H. Courtney, *Mater.* « Decomposition of FeSn intermetallic induced by mechanical Milling », *Material Transactions. JIM*, volume 27, p 124, 1995.
- [29]: N. Burgio, A. Iasonna, M. Magini, S. Martelli, F. Padella, « Different Pathways of Phase Transition in a V–Si System Driven by Mechanical Alloying », *NuovoCemento*, volume 12, p 441, 1991.

- [30]: M. Abdellaoui, E. Gaffet, « X-ray diffraction and Mössbauer studies of mechanically alloyed Fe–Ni nanostructured powders », *Acta Metallurgica Materialia*, volume 44, p 1087, 1995.
- [31]: E. Gaffet, « Milling conditions effect on structure and magnetic properties of mechanically alloyed Fe–10% Ni and Fe–20% Ni alloys », *Material Science Engineering* , volume 122 , p181, 1991.
- [32]: E. Gaffet, M. Abdellaoui, N. Malhouroux-Gaffet, « Les nanomatériaux : une caractérisation difficile », *Matériau Transactions. JIM*, volume 26, p 198, 1995.
- [33]: D. Basset, P. Matteazzi, F. Miani, « Mécanosynthèse of Nanophase Powders », *Material Science Engineering*, volume 156, p 53, 1994.
- [34]: M. Magini, A. Iasonna, «Mechanochemical synthesis of complex oxides», *Material Transactions. JIM*, volume 26, p122, 1995.
- [35]: A. Iasonna, M. Magini, « Ball milling sound statistical analysis and its relationship with the mechanical work intensity », *ActaMaterialia*, volume 45, p 1109, 1996.
- [36]: M. Magini, C. Colella, A. Iasonna, F. Padella,« Effects of rotational direction and rotation-to-revolution speed ratio in planetary ball milling », *ActaMaterialia*, volume 46, p 2841 ,1998.
- [37]: R. Watanabe, H. Hashimoto, G.G. Lee, « Size dependent magnetic properties », *Material Science Engineering*, volume 156, p 53, 1994.
- [38]: M.P. Dallimore, P.G. McCormick, « Dry mechanochemical synthesis of hydroxyapatites from DCPD and CaO: influence of instrumental parameters on the reaction kinetics », *Material Transactions. JIM* 27, p 1091, 1996.
- [39]: P. Le Brun, L. Froyen, L. Delaey, «Mechanochemical synthesis of intermetallic compounds», *Material Science Engineering*, vol. 143, p 75, 1992.
- [40]: M. AbdellaouiAnd E. Gaffet, « The Physics of Mechanical Alloying in a Modified Horizontal Rod Mill: Mathematical Treatment », *Acta Mater*, Vol. 44, pp.725-734, 1996

- [41] B. Fultz, C.C. Ahn, E.E. Alp, W. Sturhahn, T.S. Toellner PHONONS IN NANOCRYSTALLINE 57FE: Phys. Rev. Lett. 79, p 937.1997.
- [42] Florin Popa, Elaboration et étude de poudres magnétiques Douces (Ni-Fe, Ni-Fe-X, Ni-Fe-X-Y) à l'état nanocristallin par broyage mécanique de haute énergie, 181 pages, 2008
- [43] K. Akkouche, mémoire de magistère, Université de Boumerdes, 2010 Etude des propriétés structurales et magnétiques des nano-particules
- [44] S. Lamrani, N. Maddache, mémoire d'ingénieur, Université de tiziOuzou, 2008.
- [45] C. Suryanarayana, Progr. Mater.Mechanicalalloying and milling :Sei. 46 .2001.
- [46] S.Galdeano, thèse de doctorat. Paris 7 (2001).
- [47] C .SuryanarayanaProgresse in Materials Sciences 46 .2001
- [48] Maurice D R and Courtney T H « Metallurgical and Materials Transactions, The Physics of Mechanical Alloying, A First Report» Volume 21, p289, 1990.
- [49] I. Manna, PP Chattopadhyay, B. Chatterjee et S. K. Pabi « Codeposition of nanocrystallinealuminides on a coppersubstrate »Volume 36, numéro 6, 2001.
- [50] Burgio N, Iasonna A, Magini M, Martelli S and Padella F Nuova Cimente « Alliage mécanique du système Fe-Zr. Corrélation entre les produits énergétiques et de fin d'entrée ».Volume 13, numéro, p459-476, (1991).
- [51] Magini Met Iasonna. « Le transfert d'énergie en alliage mécanique » JIM, vol. 36, n ° 2
- [52] M. Abdellaoui et E. Gaffet, La physique de mécanique d'alliage dans un broyeur planétaire : traitement mathématique, Acta Metall. Mater. 43, volume 3, p 1087 - 1098,1995.
- [53] G. Le Caër, P. Delcroix, Phys. Rev., B54 (1996) 12775[54] I.Manna, PP Chattopadhyay, B. Chatterjee et S. K. Pabi « Codeposition of nanocrystallinealuminides on a coppersubstrate »Volume 36, numéro 6, 2001.
- [55] A. E. Yermakov, E. E. Yurchikov, V. A. Barinov, Phys. Metall., 52, 50 (1981)
- [56] C. Suryanarayana, Progress in Materials Science 46, 1-184. (2001).
- [57] P. Champion, L. Guillet, Ph. Poupeau, dans ? Diagrammes de phases des Matériaux cristallins? Ed Masson (1981).
- [58], H. Yang, Di LM and H. BakkerIntermetallics, 1. 29
- [59]H. Bakker, G. F. Zhou and H. Yang, Progr. Mat. Sci., 39 (1995) 159.
- [42]R. Bensimon, dans 'Les aciers'' tome II, édition Paris (1971).
- [60] M. Oehring, Z. H. Yan, T. Klassen, R. Bormann, Phys. Stat. Sol., A 131 (1992)

671.

- [61] C. Lemoine, A. Fnidiki, D. Lemarchand and J. Teillet, *J. Mag. Mat.*, 203 (1999) 184.
- [62] G. Le Caër, P. Delcroix, *Phys. Rev.*, B54 (1996) 12775.
- [63] A. Otmani, B. Bouzabata, A. Djekoun and S. Alleg, *Ann. Chim. Sci. Mat.*, 22 (1997) 201.
- [64] CRC Handbook of Chemistry and Physics, 59th ed. (CRC, West Beach, FL, (1979).
- [65] A. Otmani, B. Bouzabata, A. Djekoun and S. Alleg, *Ann. Chim. Sci. Mat.*, 22 (1997) 201.
- [66] C. Suryanarayana, *Progress in Materials Science*, 46 (2001) 1.
- [67] R. D. Mindlin, Compliance of elastic bodies in contact, *J. Appl. Mech.*, 16 (1949), pp. 259–268.
- [68] R. B. Schwarz, *Mater. Sci. Forum*, 269-272 (1998) 665.
- [69] Gavrilov, D., Vinogradov, O., Shaw, W.J.D., 1999. Simulation of grinding in a shaker ballmill. *Powder Technology* 101, 63–72.
- [70] Maurice, D., Courtney, T.H., 1996. Milling dynamics. Part II: dynamics of a one dimensional mill. *Metallurgical Transactions A* 27, 1981.
- [71] Vogel, L., Peukert, W., 2003a. Breakage behaviour of different materials—construction of a master curves for the breakage probability. *Powder Technology* 129, 101–110.
- [72] Vogel, L., Peukert, W., 2003b. Modeling of grinding in an air classifier mill based on a fundamental material function. *KONA Powder Technology* 21, 109–120.
- [73] Broadbent, S.R., Calcott, T.G., 1956. Coal Breakage process: II. A matrix representation of breakage. *Journal of the Institute of Fuel* 9, 528–529.
- [74] Kostoglou, M., Dovas, S., Karabelas, A.J., 1997. On the steady-state size distribution of dispersions in breakage processes. *Chemical Engineering Science* 52, 1285–1299.
- [75] H. Cho, H. Lee, Y. Lee, Some breakage characteristics of ultra-fine wet grinding with a centrifugal mill, *International Journal of Mineral Processing* 78 (2006)
- [78] T. Inoue, K. Okaya, Grinding mechanism of centrifugal mills — a simulation study Based on the Discrete Element Method, *International Journal of Mineral Processing* 44–45 (1996) 425–435.
- [79] P.W. Cleary, D. Hoyer, Centrifugal mills charge motion and power draw: comparison of DEM predictions with experiment, *International Journal of Mineral Processing* 59 (2) (2000)

[80] R.R. Klimpel, L.G. Austin, The back-calculation of specific rates of breakage from continuous mill data, Powder Technology 38 (1984) 77–91.

[81] Caravati, C., Delogu, F., Cocco, G., Rustici, M., 1999. Hyperchaotic leab BLIDA.

[Y1] CNRS-UPR A0423, “Far From Equilibrium Phase Transition Group”, Institut Polytechnique de Stvenans, F-90010 Belfort Cedex, France