

Remerciement

Ce travail a été réalisé au département d'aéronautique de Blida, on tient à remercier très vivement Monsieur Bergheul Saïd qui, avec son expérience, sa disponibilité, et la confiance qu'il nous a accordé, nous ont permis de mener à bien ce travail. On le remercie également pour avoir encadré ce mémoire qu'il l'a fait avec beaucoup d'enthousiasme et y a consacré une partie précieuse de son temps.

On tient à remercier particulièrement notre co-promoteur Monsieur Zidane Djilali qui nous a énormément aidé pour réaliser ce travail, et qui nous a encouragé dans les moments difficiles. On lui souhaite bonne chance pour la préparation de son magistère.

On adresse notre profonde reconnaissance à Monsieur Rezoug Tahar qui a bien voulu nous faire l'honneur de présider le jury de ce mémoire, ainsi que messieurs Chegrani Ahmed et Tahi Ali pour avoir accepté d'être membres du jury.

Nos remerciements vont également à ceux qui ont pris ou de loin contribué à la réalisation de ce travail.



Dédicace

A Mes Chers Parents qui ont payé leurs vie de souffrances le prix de ma façon de penser.

A mes frères et sœurs qui m'ont soutenu le long de mes études, ainsi que toute ma famille.

A mon cher et regretté ami Tayeb Hamida qui nous a quitté à jamais le 12 janvier 2007 suite à un accident de la route.

A mes amis, plus particulièrement, samir, jalil, hacene, omar, mustapha, dziri, djalel et mon binôme Mohamed.

A l'ensemble des enseignants et au personnel de l'école nationale d'aéronautique



Dédicaces

Je dédie ce travail à :

Mes grands-mères, que j'aime énormément...

Mon père, celui qui m'a indiqué la bonne voie en me rappelant que la volonté fait toujours les grands hommes...

Ma chère maman qui, avec son amour, son grand cœur et son sacrifice m'a montré le chemin de la réussite et qui a attendu avec patience les fruits de sa bonne éducation...

Ma Sœur biya et mon cousin-frère chawket qui m'ont soutenu le long de ma carrière...

Mes oncles et tantes ainsi que mes cousins et cousines...

Tout mes amis Spécialement Sid Ali, El Guet Reda, Ilyes, Rafik, Djalel et à mon binôme Yassine...

Mon cher et regretté Tayeb qui a laissé un grand vide ainsi que toute sa famille...

*L'ensemble des enseignants et le service de maintenance
du département d'aéronautique*



Sommaire

Introduction Générale	4
Chapitre I – Nanomatériaux et Mécanosynthèse	
Partie 1- Nanomatériaux.....	6
1. Introduction.....	6
2. Description et définitions.....	7
2.1 Définition des nanomatériaux	7
2.2 Les familles de produits par nano-objets.....	7
3. Classification	9
3.1 0-Dimension : Clusters d’atomes.....	10
3.2 1, 2-Dimension(s) : Films minces et multicouches.....	10
3.3 3-Dimensions : Matériaux nanophasés.....	10
4. Joints de grains.....	11
5. Quelques propriétés des nanomatériaux.....	12
5.1 Propriétés mécaniques.....	12
5.2 Propriétés ferromagnétiques.....	13
6. Intérêts des Nanomatériaux en Aéronautique.....	13
7. Les procédés de fabrication des nanomatériaux.....	14
Partie 2- Mécanosynthèse.....	15
1. Introduction.....	15
2. Historique	15
3. Principaux éléments de la mécanosynthèse.....	16
4. Différents types de broyeurs	16
4.1 L’attriteur	17
4.2 Broyeur vibratoire	18
4.3 Le broyeur planétaire	18
4.4 Broyeur planétaire à billes PM 400.....	19
4.5 Caractéristiques du PM 400.....	20
5. Principe de broyage	21



6. Paramètres influençant la nature du produit obtenu	
par Mécanosynthèse.....	22
6.1 Nature des équipements de broyage	23
6.2 Atmosphère de broyage	23
6.3 Intensité de broyage.....	23
6.4 La contamination.....	24
Chapitre II- Transfert thermique	
1. Introduction.....	25
2. Historique	25
3. Définitions.....	26
3.1 Champ de température.....	26
3.2 Gradient de température.....	26
3.3 Flux de chaleur.....	26
3.4 Quelques types de quantité de chaleur.....	27
4. Le Transfert par Conduction	29
4.1 Transfert de chaleur par conduction en régime permanent.....	29
4.1.1 Transfert unidirectionnel.....	29
4.1.1.1 Mur simple.....	31
4.1.1.2 Mur multicouches.....	32
4.1.1.3 Cylindre creux long	33
4.1.1.4 Cylindre creux multicouches.....	34
4.1.2 Transfert multidirectionnel.....	35
4.2 Conduction unidirectionnelle en régime variable sans changement d'état	
dans des milieux limités	35
4.2.1 Plaque infinie.....	35
4.2.2 Cylindre infini.....	37
4.2.3 Sphère	39
5. Le Transfert par Convection.....	40
6. Le Transfert par Rayonnement	42
7. Combinaison des différents modes de transferts.....	48



Chapitre III- Aspect thermique pour la mécanosynthèse

1. Introduction.....	45
2. Modélisation cinématique.....	45
3. calcul de la vitesse de décollage de la bille.....	48
4. Aspect thermique du processus de broyage.....	50
4.1 Contact bille - poudre.....	51
4.1.1 Flux de chaleur traversant la bille et sa température de contact.....	51
4.1.2 Flux de chaleur traversant la poudre et sa température de contact.....	54
4.2 Contact Bille – Bille.....	56

Chapitre IV- Résultats et discussions

1. Introduction.....	57
2. Condition du broyage.....	57
3. Programme de calcul.....	57
3.1 Organigramme de calcul.....	58
3.2 Variation des paramètres.....	60
3.2.1 Variation du rayon de la bille.....	60
3.2.2 Variation du rayon de la jarre	62
3.2.3 Variation de la distance (R) entre le centre du plateau et le centre de la jarre	63
3.2.4 Variation de la vitesse de rotation du plateau.....	65
3.2.5 Variation du rapport RBP.....	67

Conclusion 69

Références bibliographiques..... 69



Introduction générale

Depuis une trentaine d'années, les matériaux nanostructurés (ou nanomatériaux) connaissent un intérêt grandissant, en raison de leurs propriétés physiques souvent plus intéressantes que celles des matériaux massifs de même composition, et aussi en raison de la taille nanométrique des cristallites et du volume important d'interfaces (jusqu'à 50 %), qui confèrent au matériau des propriétés physico-chimiques particulières et ouvrent des champs d'applications nouvelles.

L'élaboration de ces matériaux à nanograins repose sur des voies d'élaboration extrêmement variées. Parmi ces modes de synthèse, on cite le broyage à haute énergie (ou mécanosynthèse) qui a connu un véritable essor. Cette technique consiste à agiter plus ou moins violemment une poudre et des billes contenues dans une enceinte. Sous l'effet des collisions, les grains de poudre sont alternativement déformés plastiquement, fracturés et recollés les uns aux autres, conduisant à un mélange des différents constituants. Ces trois phénomènes sont à l'origine de l'obtention d'une structure nanocristalline. Le broyage agit par chocs et/ou par frottements des billes sur la poudre. La puissance de ces collisions est directement liée aux paramètres du broyeur utilisés tels que la vitesse de broyage, le rayon des billes ainsi que le rapport masse bille/poudre. On aura par conséquent de différentes valeurs de température qui peuvent influencer la nature du produit final.

Notre travail est basé sur le calcul de ces différentes valeurs de températures en faisant varier les paramètres du broyage.

Le plan de ce mémoire se présente de la façon suivante :

- Le premier chapitre est consacré à l'étude des propriétés des nanomatériaux et leurs modes d'élaboration, plus précisément la mécanosynthèse.



- Dans le deuxième chapitre, on donne un rappel général sur le transfert thermique avec ses différents modes de transfert ainsi que les équations les régissant.
- Nous exposons dans le troisième chapitre l'étude cinématique d'un broyeur planétaire et l'aspect thermique en mécanosynthèse.
- Enfin, dans le dernier chapitre, nous avons développé un programme numérique pour le calcul de la température locale, et discussion des résultats et des graphes obtenus.



CHAPITRE I

Nanomatériaux et Mécanosynthèse



Partie 1 Nanomatériaux

1. Introduction :

Les propriétés des matériaux cristallins, métalliques ou céramiques, varient, très fréquemment selon la taille des grains, ce dont les ingénieurs ont depuis longtemps fait usage lorsqu'il s'est agi par exemple d'améliorer la limite élastique et les propriétés de rupture. Ces variations ont été longtemps limitées par les technologies d'élaboration des matériaux dont les tailles de grain restaient supérieures au micromètre.

Les nanomatériaux et les matériaux nanostructurés sont des solides dans lesquels un paramètre au moins, tel que l'orientation du réseau cristallin, la composition chimique ou la densité atomique varie sur une échelle de l'ordre de quelques nanomètres. Ces matériaux peuvent ainsi se présenter sous diverses formes selon la dimensionnalité du caractère nanostructuré.

On peut distinguer nanoparticules, films minces et multicouches, poudres nanostructurées (particules microniques constituées de grains nanométriques), alliages nanocristallins (nanograins cristallins au sein d'une matrice métallique amorphe), clusters dispersés dans une matrice, De par l'effet de confinement, ces matériaux recèlent une proportion atomique importante comprise dans les surfaces (nanoparticules), les interfaces (multicouches, nanocristallins) et au sein des joints de grains (poudres nanostructurées); ils possèdent des propriétés physiques par conséquent très différentes de celles des matériaux microcristallins ou « massifs » et revêtent un aspect fondamental important et leur application constitue un des challenges technologiques du début du prochain millénaire.



2. Description et définitions

2.1 Définition des nanomatériaux

On retient la définition suivante : un nano-matériau est composé ou constitué de nano-objets (dont la taille est comprise entre 1 et 100 nm) qui présentent des propriétés spécifiques de l'échelle nanométrique.

Les nano-objets peuvent se présenter sous la forme de particules, fibres ou tubes (on parle de charges ou renforts), de couches minces ou de constituants structuraux. Les nano-tubes de carbone, de par leurs propriétés mécanique, électronique, piézoélectrique, etc. Exceptionnelles font partie d'une catégorie d'objets à part tant leur potentiel d'applications est très vaste.

Les nano-objets sont utilisés soit en tant que tels (comme catalyseur, transporter des médicaments, etc.), soit en vue d'élaborer des matériaux. Ces matériaux peuvent être regroupés selon 3 familles de produits :

- les matériaux nano-chargés ou nano-renforcés,
- les matériaux nano-structurés en surface,
- les matériaux nano-structurés en volume.

2.2 Les familles de produits par nano-objets

i) *Les nano-chargés ou les matériaux nano-renforcés*

Les nano-objets sont incorporés ou produits dans une matrice pour apporter une nouvelle fonctionnalité ou modifier des propriétés mécaniques, optiques, magnétiques ou thermiques (dans des produits cosmétiques, dans des vernis, peintures, béton, encre d'imprimerie, etc.). Les composites chargés en nano-tubes de carbone en sont un bon exemple.

Ces nano-objets sont déjà utilisés dans de nombreuses applications industrielles.

Par exemple :

- l'alumine ultra fine destinée au polissage des wafers et disques durs en microélectronique ;
- le noir de carbone utilisé dans les encres d'imprimante et les pneumatiques ;



- les pigments colorés organiques et minéraux pour les peintures et vernis ;
- les nano-particules de dioxyde de titane comme protection au rayonnement ultraviolet dans les crèmes solaires.

Cette catégorie de nanomatériaux inclue également les nano-chargés naturels tels que par exemple l'argile, la cellulose, ou encore le calcaire.

ii) Les matériaux nano-structurés en surface

La réalisation d'un revêtement à partir de nano-couches élémentaires ou de multi nanocouches permet de doter la surface de propriétés préalablement déterminées (résistance à l'érosion, résistance à l'oxydation, revêtements hydrophobes, résistance à l'abrasion, etc.) ou de lui conférer de nouvelles fonctionnalités en termes :

- d'aspect ;
- de dureté ;
- d'adhérence (tribologie) ;
- de résistance à la corrosion ;
- de propriétés optiques et/ou électroniques.

Les procédés de fabrication s'appuient sur des principes de dépôt physique (PVD, faisceau d'électrons, ablation laser...) ou chimique (CVD, épitaxie, sol-gel,...). Ce dernier procédé d'élaboration se prête particulièrement bien à la fabrication de ce type de revêtements.

Actuellement, le développement de cette catégorie de nanomatériaux est en phase d'industrialisation.

De tels revêtements existent déjà, par exemple pour :

- colorer des emballages en verre ;
- apporter une fonction autonettoyante ;
- renforcer la surface des polymères .



iii) Les matériaux nano-structurés en volume

Ce sont des matériaux qui, par leur structure intrinsèque nanométrique (porosité, microstructure) bénéficient de propriétés physiques particulières (céramique plus ductile par exemple, propriétés optiques, diélectriques améliorées) et parfois d'une grande surface d'échange (céramiques mésoporeuses par ex.).

Le raffinement de la microstructure, jusqu'à obtenir une nanostructure, peut être obtenu par forte déformation du matériau. Les deux principaux verrous technologiques qui peuvent limiter aujourd'hui leur développement et leur usage sont la stabilité de la nanostructure à haute température et les procédés de fabrication.

3. Classification

Les nanomatériaux sont regroupés selon leur dimensionnalité proposée par Siegel [1] :

. On distingue ainsi (figure-1) les nanostructures 0-D (clusters d'atomes), 1-D (multicouches monocristallines), 2-D (surcouche polycristalline) et 3-D (matériaux nanophasés).

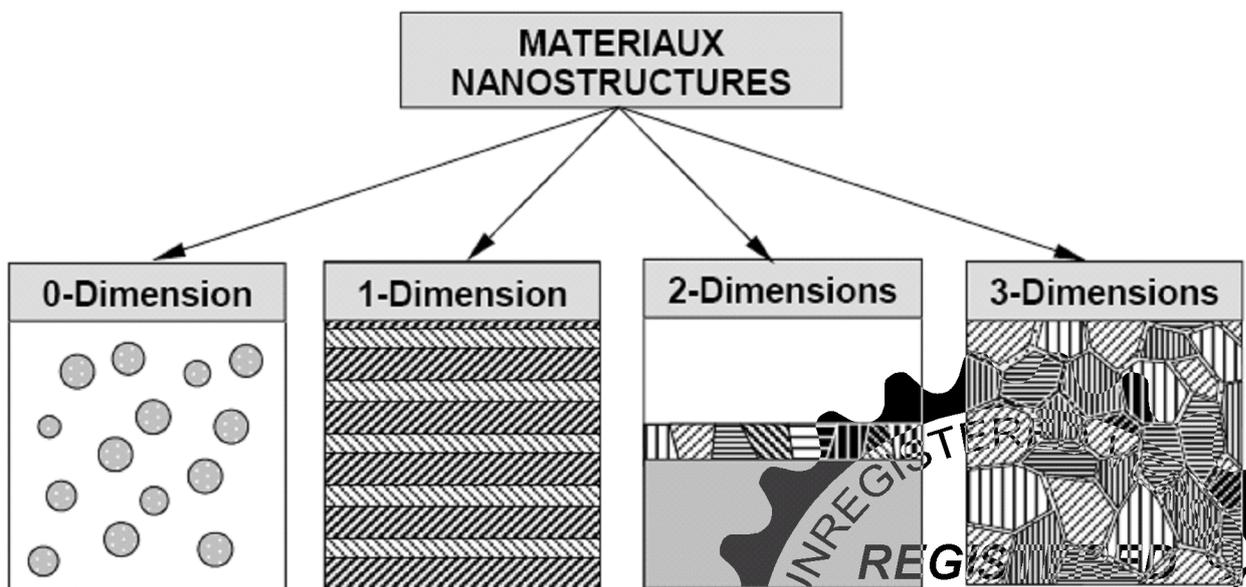


Fig. (I.1) Classification des nanostructures selon leur dimensionnalité

3.1 0-Dimension : Clusters d'atomes

Cette catégorie regroupe les clusters d'atomes ou les nanoparticules généralement obtenus à partir d'une phase vapeur sursaturée. Le terme cluster est généralement réservé aux particules les plus petites contenant moins de 10⁴ atomes ou molécules.

L'étude des propriétés chimiques et physiques des clusters revêt un très grand intérêt scientifique dans le sens où elle permet d'explorer la transition progressive des systèmes atomiques ou moléculaires vers la matière condensée. Les clusters fournissent en effet un système unique pour la compréhension de mécanismes tels que la nucléation, l'adsorption ou les transitions de phases.

3.2 1, 2-Dimension(s) : Films minces et multicouches

Dans cette catégorie sont regroupés les matériaux à nanocouches, dans lesquels la dimension nanométrique caractérise l'épaisseur du revêtement formé d'un composé monocristallin (1 dimension), ou polycristallin (2 dimensions).

Si on fait croître plusieurs films minces monocristallins d'épaisseurs nanométriques, on parle alors de matériaux multicouches. Ils sont produits par les méthodes classiques d'élaboration de films minces (électrodéposition, « molecular beam epitaxy ») modifiées pour permettre la déposition alternée de matériaux différents. Leur caractéristique principale est la haute densité d'interfaces. Les multicouches composées de couches monocristallines possédant la même structure cristalline présentent alors aux interfaces un arrangement atomique parfait et sont appelées superréseaux. En dehors de ce cas idéal, l'épaisseur des interfaces sera d'autant plus large que la solubilité mutuelle entre les matériaux de chacune des couches sera grande. Dans certains cas il est même possible qu'une 3^{ème} phase interfaciale apparaisse.

3.3 3-Dimensions : Matériaux nanophasés

Les matériaux nanophasés sont composés de grains mono ou polyphasés dont la taille caractéristique de l'ordre de 1 à 100 nm et dans lesquels deux familles d'atomes peuvent être définies : les atomes appartenant aux grains cristallisés et les atomes appartenant aux interfaces et présentant des distributions de voisinages.



Selon le matériau et la technique d'élaboration, les joints de grains présentent des épaisseurs variables pouvant aller d'une à plusieurs couches atomiques. Le rapport surface/volume apparaît ainsi d'autant plus important que la taille des grains est petite. Pour des tailles de grains de 100, 10 et 5 nm, la fraction d'atomes localisés aux interfaces est typiquement de 1-2%, 10-15% et 20-30% respectivement.

Notons que quelle que soit la technique d'élaboration, les nanomatériaux obtenus sont caractérisés par la présence de nombreux défauts à toutes les échelles. A l'échelle macroscopique, des inhomogénéités chimiques et structurales, ainsi que des pores et des fissures peuvent apparaître. À l'échelle microscopique, on peut observer des lacunes, à l'échelle atomique, des impuretés générant des variations dans la matrice chimique et des défauts linéaires ou planaires. Il faut donc être conscient que la configuration de grains parfaitement cristallisés séparés par des joints de grains désordonnés n'est qu'une représentation idéale et que la validité des modèles théoriques ne peut être réelle que si elle prend en compte les remarques précédentes.

4. Joints de grains

Les joints de grains comme les représente la figure (I.2) sont des éléments majeurs constitutifs des matériaux cristallins. Ils jouent un rôle important dans les propriétés de ces matériaux d'autant plus que la taille des grains diminue. Lorsque le nombre de dislocations est faible, elles interagissent peu entre elles, la déformation plastique est seulement facilitée. Si le nombre de dislocations augmente, des mouvements vont être bloqués, il y a alors durcissement par écrouissage.

Les joints de grains empêchent les plans de glissement faciles de se prolonger d'un grain à l'autre, ce qui rend le matériau plus résistant à la traction (un polycristal résiste donc mieux à la traction qu'un monocristal)

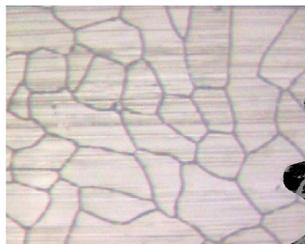


Fig. (I.2) Joints de grains à la surface d'un polycristal



5. Quelques propriétés des Nanomatériaux

Depuis une trentaine d'années, les matériaux nanostructurés (ou nanomatériaux) connaissent un intérêt grandissant, en raison de leurs propriétés physiques souvent plus intéressantes que celles des matériaux massifs de même composition, parmi ces principales propriétés on cite :

5.1 Propriétés mécaniques

➤ Limite élastique

La limite élastique R_e des matériaux cristallins dépend fortement de la taille du grain. Il s'agit là d'un fait d'expérience de tout temps reconnu, qui est quantifié par une loi qui est sans doute celle qui est la plus généralement observée en métallurgie physique, la loi de Hall-Petch[2] :

$$R_e = R_{e_0} + k d^{-1/2} \quad (I.1)$$

Avec R_{e_0} : limite élastique du monocristal ;
 k : coefficient ;
 d : diamètre du grain.

➤ Rupture

Plus un métal est constitué de grains fins plus il est dur, car les forces de liaison entre les grains sont fortes lorsque leur taille est faible.

La contrainte de rupture σ_r d'un matériau en régime élastique linéaire est donnée par la relation:

$$\sigma_r = K_{IC} / E c^{1/2}$$

Avec :

E : module d'Young ;
 K_{IC} : facteur d'intensité de contrainte critique du matériau (ténacité)
 C : taille du défaut critique.



Lorsque d décroît, σ_f croît car C a tendance à varier comme la taille de grain. Ces principes trouvent une application très remarquable dans le domaine des nanocomposites céramiques.

➤ Superplasticité

La réduction de la taille de grain est également de nature à induire un comportement superplastique, c'est-à-dire des déformations sans rupture de l'ordre de 100 %, voire 1 000 %. La superplasticité est en effet un comportement pour lequel le glissement aux joints de grains, accompagné, pour éviter la formation de pores aux points triples entre grains, de diffusion aux joints et à proximité des joints, l'emporte sur la déformation plastique intragranulaire.

5.2 Propriétés ferromagnétiques

Réduire la taille d'une particule jusqu'à l'échelle nanométrique implique des changements dans son comportement magnétique, qu'il s'agisse d'une particule isolée, dispersée dans une matrice magnétique ou non magnétique, ou appartenant à un agrégat de particules.

Le comportement magnétique d'une particule nanométrique apparaît ainsi plus sensible que celui d'une particule massive aux perturbations extérieures (influence magnétique des particules voisines, température, champ extérieur, phénomènes d'adsorption en surface).

6. Intérêts des Nanomatériaux en Aéronautique

Les nanomatériaux ont été largement étudiés au cours de cette dernière décennie en raison des applications potentielles extrêmement variées. Ils intègrent plusieurs domaines, allant du magnétisme à l'optique en passant par la chimie, l'industrie aéronautique et automobile, l'énergie, le textile, ainsi que l'environnement et la santé.

Dans le domaine de l'aéronautique ils sont de plus en plus utilisés, tels que les enjeux visent à améliorer la performance et la légèreté des matériaux de structure, donc on a intérêt à avoir une structure la plus légère possible, réduire le cycle de fabrication en diminuant les opérations d'assemblage, améliorer la durée de vie, la performance et la consommation des moteurs.



D'ailleurs l'un des objectifs majeur est d'augmenter la résistance à la température des pièces, de façon à diminuer voire éliminer (solution idéale) les circuits de refroidissement pour gagner en énergie, rendement et performance.

La recherche visée à moyen terme est d'améliorer des procédés de dépôts de surface réalisés sur pièces mécaniques. Les principaux revêtements intéressants ont un rôle de :

- protection mécanique ;
- protection contre la corrosion ;
- protection contre les agressions chimiques ;
- barrière thermique.

A long terme, la recherche vise les matériaux métalliques ou composites à matrice céramique, métalliques ou polymère à forte valeur ajoutée. Addition de nanotubes de carbone pour améliorer le coefficient de frottement.

L'addition de nanotubes de carbone dans la matrice composite permet d'améliorer la conductivité thermique.

7. Les procédés de fabrication des nanomatériaux

L'élaboration des matériaux nanostructurés repose sur des techniques d'élaboration extrêmement variées. Parmi ces modes de synthèse, on peut citer entre autre la technique sol-gel, la consolidation et densification, ainsi que la mécanosynthèse. Cette dernière est la technique la plus répondeue actuellement Compte tenu de sa simplicité, sa fiabilité ainsi que sa réalisation qui est peu coûteuse comparant aux autres techniques. On s'est alors intéressé sur cette technique qu'on va la détaillé dans la partie qui suit.



Partie 2 Mécanosynthèse

1. Introduction :

Le broyage à haute énergie permet de synthétiser, à température ambiante, des matériaux organisés à l'échelle nanométrique, de l'ordre de 1nm à 100nm difficiles, voir impossibles à obtenir par des méthodes classiques telles que la fusion-solidification.

Deux terminologies sont employées pour définir le broyage à haute énergie : on parle de mécanosynthèse ("mechanical alloying" en anglais), quand les poudres initiales ont une composition différente de celle(s) d'arrivée, et de "mechanical milling", dans le cas contraire.

Outre la synthèse des matériaux, la mécanosynthèse est un moyen d'induire des réactions chimiques, de modifier la réactivité chimique des solides et d'induire des transformations de phases : amorphisation, transformation allotropique, transformation ordre-désordre.

2. Historique :

Contrairement au broyage classique utilisé depuis la Préhistoire pour réduire en poudre des matériaux, la mécanosynthèse est une nouvelle méthode de synthèse qui a été développée par J. Benjamin [3] dans les années 60 afin de disperser de très fines particules d'oxydes (O.D.S. = Oxide Dispersion Strengthening) dans une matrice métallique, dans le but d'améliorer ses propriétés mécaniques et produire des alliages à base de fer pour l'industrie aérospatiale.

Cette technique a montré sa capacité à synthétiser une variété de phases d'alliage en équilibre ou hors équilibre à partir d'alliages parents ou de poudres élémentaires. La phase hors équilibre synthétisée peut être alors décrite par une nanostructure, une solution solide supersaturée, une phase cristalline métastable.

Depuis les années 80, suite aux travaux de Yermakov et al. [4] et de C.C. Koch et al. [5,6] qui ont montré les potentialités de la mécanosynthèse dans le domaine de l'amorphisation à l'état solide, on assiste à une inflation du nombre de publications relatives aux transitions de phases induites par mécanosynthèse.



Le problème de la fabrication de nouveaux matériaux (amorphes, alliages immiscibles, nanomatériaux, phases hautes températures, etc.) à une échelle industrielle tient à leur métastabilité qui impose des techniques de synthèse qui limitent les quantités produites. Par exemple un broyeur de type laboratoire utilise entre 1 et 10 grammes tandis le broyeur de type industriel peut utiliser jusqu'à une tonne. La mécanosynthèse, de mise en oeuvre aisée, devrait permettre un passage de l'échelle du laboratoire à l'échelle industrielle malgré le faible rendement énergétique de cette méthode d'élaboration. Pour ces deux raisons, métastabilité et applications envisageables, la synthèse par voie mécanique fait l'objet de nombreux travaux destinés à caractériser ce procédé et à comprendre les mécanismes selon lesquels des matériaux aussi variés peuvent être produits.

3. Principaux éléments de la mécanosynthèse

Deux éléments sont nécessaires pour élaborer des matériaux par mécanosynthèse :

1. Des poudres élémentaires constituant la poudre à élaborer.
2. Un broyeur constitué de :
 - un moyen de choc : des billes ou des barreaux suivant la technique adoptée.
 - un type de mouvement permettant des chocs successifs : chocs aléatoires par les palettes (cas des attriteurs), ou mouvement de collage –déchollage dans le cas des broyeurs (planétaires, horizontaux et vibratoires).
 - un container dans lequel se fait la mécanosynthèse (des jarres) dans le cas d'un broyeur planétaire, (des cylindres) dans le cas d'un broyeur horizontal, attriteur ou vertical, (des cellules) dans le cas des broyeurs vibratoires.

Si le principe de la Mécanosynthèse est basé sur la succession des chocs mécaniques sur des particules à l'intérieur d'un container, différents moyens de créer ces chocs ont été développés.

4. Différents types de broyeurs :

Le broyage agit par chocs et/ou par frottement des billes sur la poudre, suivant le type de broyeur utilisé, tout d'abord des broyeurs à applications de type industriel.



4.1 L'attriteur

Largement utilisé dans l'industrie pour réduire la taille des particules ou homogénéiser les poudres, ce broyeur permet de traiter de grandes quantités de poudres.

L'attriteur, dans lequel plus de 1000 billes de 0,2 à 1 cm de diamètre sont maintenues avec la poudre dans un caisson vertical et sont agitées par des éléments fixés à l'axe, qui tourne (figure 3). Le broyage agit uniquement par **frottements** des billes sur la poudre. La température moyenne de la jarre peut atteindre 150°C. Kimura [7]. La durée moyenne d'un broyage est de l'ordre de quelques heures.

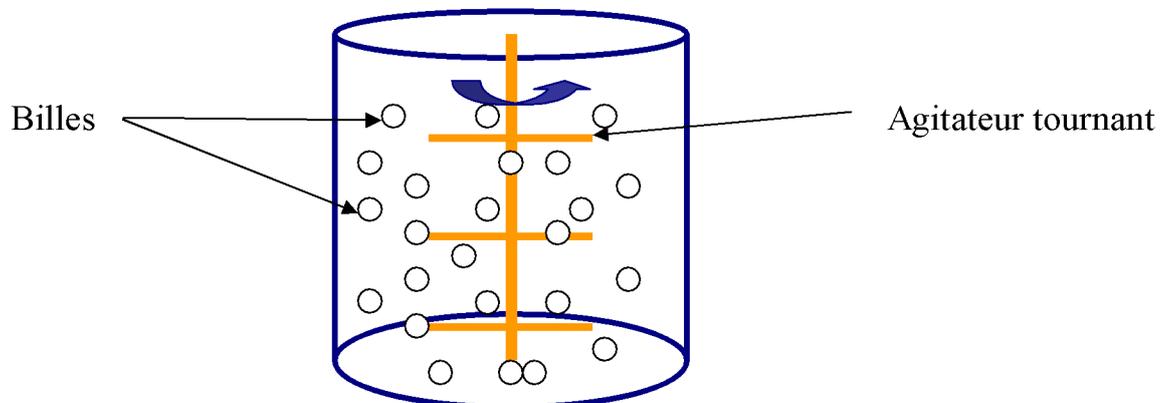


Fig.3 Schéma d'un broyeur à attrition

Cependant, ces broyeurs, bien adaptés à la production industrielle, le sont nettement moins pour les études de Recherches et Développement. Pour ces derniers, des broyeurs planétaires d'une capacité de 10 à 250 cm³ sont largement utilisés (essentiellement en Europe de l'Ouest et aux Etats unis).

Enfin il faut citer des broyeurs à vibrations verticales qui présentent l'avantage d'être relativement simples à analyser du point de vue de la cinématique des chocs, cependant ils sont limités par les performances en termes d'énergie de chocs.

Les broyeurs vibratoires et planétaires sont les broyeurs ayant connu au cours des cinq dernières années les développements les plus importants.



4.2 Broyeur vibratoire

Le principe de ce broyeur est basé sur un mouvement de vibration à haute fréquence et agit uniquement par **choc** des billes sur la poudre, il existe deux types de broyeurs vibratoires :

a) l'agitateur SPEX : dans lequel six billes de 1 cm de diamètre sont agitées avec la poudre dans trois directions perpendiculaires les unes aux autres (Figure 6.a). Hors chauffage extérieur, la température moyenne du creuset est de l'ordre de 60°C. Koch [8]. L'élévation locale de température peut atteindre 200°C. Chen. [9]. La durée moyenne d'un broyage est de l'ordre de 24 h.

b) le broyeur à vibrations verticales : dans lequel une bille de 2 à 7 cm de diamètre vient frapper la poudre verticalement, grâce à l'entretien des oscillations verticales du socle du broyeur par un électroaimant (Figure 6.b). Hors chauffage extérieur, la température moyenne du creuset est de l'ordre de 30°C. L'élévation locale de température ne dépasse pas 100°C. Chen.[9]. La durée moyenne des broyages est de l'ordre d'une semaine.

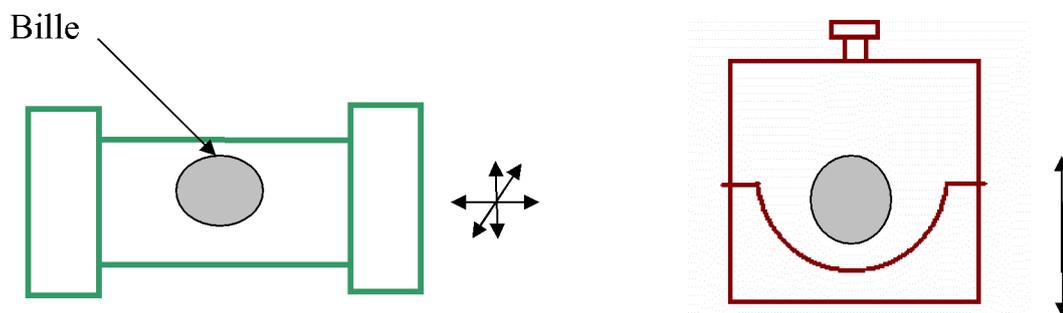


Fig.4.a schéma d'un agitateur SPEX

Fig.4.b schéma d'un broyeur à Vibration verticale

4.3 Le broyeur planétaire

Les broyeurs planétaires sont conçus pour un broyage ultra fin. Les broyeurs planétaires les plus utilisés dans les laboratoires sont de types Fritsch pulvérisette P5, P7. Les deux broyeurs fonctionnent selon le même principe qui réside dans la mise en rotation d'un plateau sur lequel on dispose des jarres tournant elles-mêmes dans le sens opposé (figure.5.a).



La combinaison de ces mouvements crée un effet de frottement des billes de 1 ou 2 cm de diamètre qui restent collées contre la paroi avant d'être renvoyées violemment par la force centrifuge contre la paroi diamétralement opposée (fig.5.b). Les poudres sont ainsi soumises à des effets de **frottement et de choc**.

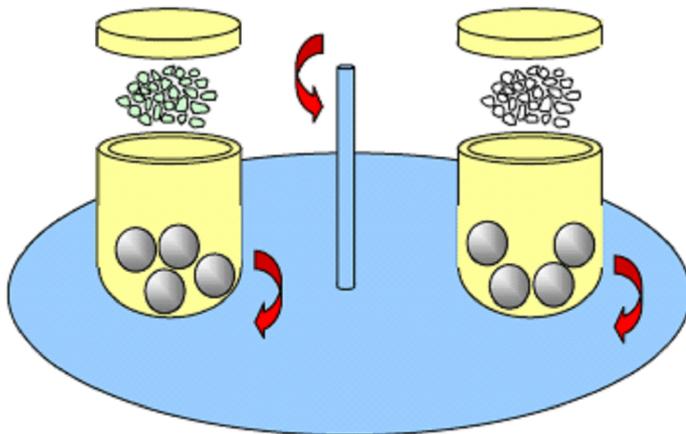


Fig.5.a broyeur planétaire

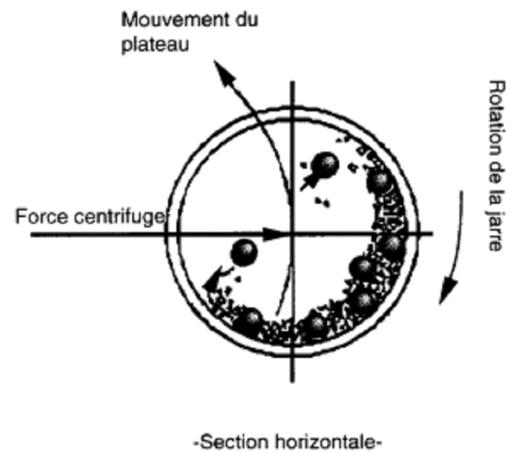


Fig.5.b Mouvement des billes à l'intérieur des jarres

La température moyenne de la jarre est comprise entre 50°C et 120°C, suivant la vitesse des billes ; l'élévation locale de température est comprise entre 60 et 300°C Eckert. [10]

Pour éviter que l'échauffement soit trop important, le broyage est en général réalisé en plusieurs cycles interrompus par des périodes de repos. L'état stationnaire est stabilisé après 24 h à 100 h de broyage, suivant les matériaux broyés.

Pour l'expérience décrite dans le chapitre suivant, nous utiliserons un broyeur planétaire de type PM 400. Nous en décrirons le principe et les caractéristiques de ce broyeur.

4.4 Broyeur planétaire à billes PM 400

Le broyeur planétaire à billes PM 400 (fig.6) pulvérise et mélange des matériaux mous, mi-durs et extrêmement durs, cassants et fibreux tels que les minerais, les alliages, les produits chimiques, le verre, la céramique, les morceaux de plantes, les terres, les boues de curage, les déchets ménagers et industriels ainsi que de nombreuses autres substances. Il permet le broyage à sec et à l'état humide.



La vitesse librement sélectionnable de 30 à 400 tr/min associée au diamètre de 300 mm de la grande roue solaire garantit un apport énergétique important et une excellente finesse d'analyse en un minimum de temps.

Le PM 400 est un appareil au sol robuste, compact, avec 4 stations de broyage. Capable de broyer jusqu'à 8 échantillons à la fois, il se distingue par son haut débit.

Dans sa version spéciale PM 400 MA, le broyeur se prête aussi à la mise en alliage mécanique.



Fig.6 Broyeur planétaire PM400

4.5 Caractéristiques du PM 400

Le tableau 1 ci-dessous présente les principales caractéristiques du broyeur planétaire à bille PM400 :

Matériaux	mou, dur, cassant, fibreux – sec ou humide
Taille d'alimentation*	< 10 mm
Finesse finale*	<1 μ m
Nombre de stations de broyage	4 ou 2
Rapport de vit. de rotation	1 : -2
Vitesse de rotation maxi de la roue solaire	30 - 400 min ⁻¹
Diamètre efficace de la roue solaire	300 mm
Puissance d'entraînement	1500 W (env. 2100 W (VA))

Tableau.1 caractéristiques du PM 400



5. Principe de broyage :

Le comportement d'un matériau sous broyage dépend de ses propriétés mécaniques. Celles-ci peuvent évoluer au cours du broyage, et entraîner alors un changement des conditions de broyage pouvant induire de nouvelles transformations de phases cycliques.

Lorsqu'un matériau est fragile, les grains se fracturent facilement et la poudre devient fine.

S'il est ductile, les grains s'aplatissent pour adopter une structure lamellaire qui s'affine au cours du temps, mais la poudre reste grossière. Dans les deux cas, la structure finale de la poudre est similaire : elle est constituée d'agglomérats de sous-grains nanométriques fortement désorientés les uns par rapport aux autres.

Le broyage à haute énergie consiste à agiter plus ou moins violemment une poudre et des billes contenues dans une enceinte étanche. Sous l'effet des collisions entre les billes ou entre les billes et les parois des jarres, les grains de poudre sont alternativement déformés plastiquement, fracturés et recollés les uns aux autres, conduisant à un mélange des différents constituants. C'est le rapport des fréquences de fracture et de collage qui fixe la taille finale des agrégats de poudre. Ces trois phénomènes sont à l'origine de l'obtention d'une structure nanocristalline (Figure.9)

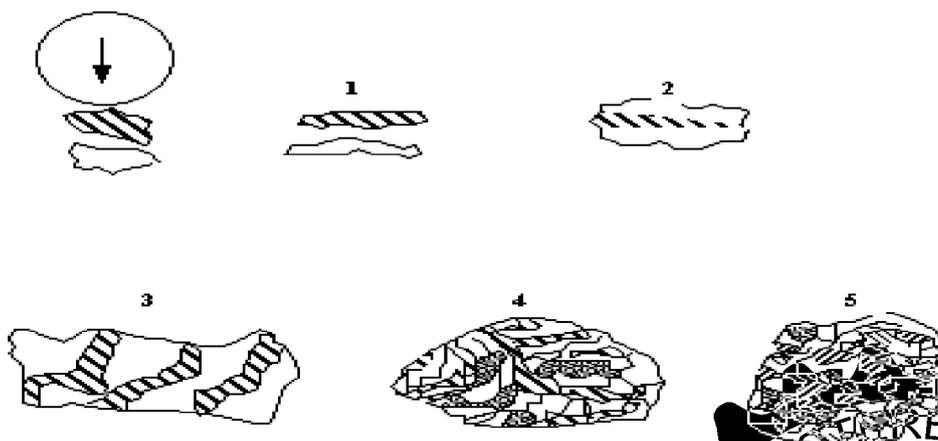


Fig. 9 Schéma de principe du broyage à haute énergie alternance de déformations plastiques, fractures.



La poudre subit donc, au cours du broyage, de sévères déformations plastiques qui engendrent la formation de nombreux défauts tels que des lacunes et des dislocations.

Les dislocations se réorganisent en parois afin de former des sous-joints, et donc des sous-grains Fecht [11], la taille des sous-grains diminue au cours du temps de broyage.

Or, la contrainte minimale σ_p nécessaire pour déformer plastiquement un matériau peut s'écrire Hall-Petch [2] :

$$\sigma_p = \sigma_0 + k\sqrt{d} \quad (\text{loi de Hall-Petch}) \quad (I.3)$$

Où : σ_0 et k sont des constantes dépendant du matériau ;

d : la taille des grains.

Sous broyage, le taux de déformation plastique augmente énormément Del Bianco [12], ce qui entraîne, d'une part, une augmentation considérable de la dureté du matériau avec le temps de broyage, d'autre part, un stockage important d'énergie. Lorsque la taille limite de grains est atteinte, le taux de déformations diminue légèrement du fait des recombinaisons des dislocations lors de la phase de désorientation des grains les uns par rapport aux autres, puis se stabilise. Après un certain temps de broyage, le matériau atteint un état dit "stationnaire", caractérisé par des propriétés structurales (taille de grains, paramètre d'ordre à courte ou longue distance, taux de matériau amorphisé...) qui ne varient plus. Celles-ci, ainsi que le temps nécessaire pour atteindre l'état stationnaire, dépendent de la composition chimique du matériau et des conditions expérimentales du broyage. L'état stationnaire semble ne pas dépendre de l'état initial du composé broyé.

6. Paramètres influençant la nature du produit obtenu par Mécanosynthèse :

Le broyage à haute énergie est un processus complexe et implique une optimisation du nombre de variables pour obtenir le produit final. Certains de ces paramètres ont un impact sur la nature du produit final.



En général les principaux paramètres sont :

6.1 nature des équipements de broyage : matériau constituant les jarres et les billes

- **la dureté**, cela va implicitement affecter la puissance de chocs par un facteur d'efficacité. Il faut toutefois noter qu'un matériau très dur est efficace en terme de critère d'efficacité de transfert de chocs, mais s'abrase très rapidement. Ce phénomène peut entraîner une contamination très importante
- **du rapport (masse billes/masse poudre)**, ce rapport est un paramètre explicitement relié à la puissance de choc, en effet plus le rapport est grand plus la puissance augmente, donc il s'avère néfaste pour le processus du broyage, car cela induit une augmentation locale de température
- **masse de billes**, paramètre influençant la puissance de chocs.
- Pour ce qui est de la nature de la poudre : la dureté relative de la poudre par rapport à celle des billes et des parois du container va affecter la taille finale des cristallites.

6.2 atmosphère de broyage

L'atmosphère sur laquelle se fait le broyage a un effet non négligeable sur la nature de la poudre finale. En effet, la haute réactivité des surfaces fraîchement créés lors du broyage rend la poudre très sensible à la contamination par l'oxygène ou l'azote, il a été montré que lors du broyage sous atmosphère d'azote(n_2), une grande quantité d'azote est absorbée par la poudre. Ainsi, et afin de limiter la contamination due au gaz, les jarres sont généralement scellées sous atmosphère d'argon dans une boîte à gant.

6.3 intensité de broyage

L'intensité de broyage est un paramètre critique en mécanosynthèse, car elle mesure l'énergie de broyage qui est directement liée à la puissance générée durant le broyage.



6.4 la contamination

L'un des problèmes cruciaux en mécanosynthèse est la contamination, car les propriétés chimiques, physiques ou mécaniques des poudres peuvent être modifiées par la contamination, cette dernière peut être liée à deux paramètres :

❖ la contamination provenant des outils de broyage suite aux chocs répétés des billes, peut entraîner un changement de composition du produit final.

Ceci est d'autant plus important que la vitesse de rotation est grande (broyage intense), la pollution estimée à partir de la perte de masse des billes est d'autant plus grande que la masse de poudre à broyer est faible, car les chocs ne sont pas amortis par la poudre.

Pour minimiser cette contamination différents matériaux peuvent être utilisés comme outil selon la nature de la poudre à étudier. Les outils de broyage les plus fréquents sont de nature d'acier, de carbure de tungstène, le zirconium, la céramique.

❖ il faut enfin noter un effet non négligeable de la nature des gaz sur la nature du produit final et ce même pour des gaz de compositions très proches ou réputés neutres par rapport au matériau broyé.



CHAPITRE II

Transfert Thermique



1. Introduction

Lorsque deux systèmes sont à des températures différentes, le système le plus chaud cède de la chaleur au plus froid. Il y a échange thermique ou encore transfert thermique entre ces deux systèmes. Cette situation se rencontre dans de nombreuses situations industrielles (moteurs thermiques ou même électriques, centrales électriques au fuel au gaz, etc.) ou domestique (chauffage de l'habitat). Un transfert d'énergie donne lieu à un flux de chaleur qui correspond à un déplacement de l'énergie du plus chaud vers le plus froid.

2. Historique

La confusion a été levée de façon explicite pour la première fois vers 1760 par le physicien britannique Black [13], il nommait alors « intensity of heat » la température et « quantity of heat » le transfert thermique.

Vers 1805 Fourier [14], reprenant des travaux antérieurs, décida de faire complètement abstraction de la nature de la chaleur, pour se concentrer sur l'étude de sa transmission. Fourier supposa que la chaleur se transmet des zones chaudes vers les zones froides perpendiculairement aux surfaces isothermes et proportionnellement aux écarts de température existants.

Fourier aboutit ainsi à la première étude quantitative d'un mode de transfert thermique, la conduction. La résolution de l'équation aux dérivées partielles obtenue amena Fourier à développer les notions de séries et transformées (intégrales) de Fourier.

L'étude des transferts thermiques par rayonnement débute seulement à la fin du XIX^e siècle, avec notamment les travaux du physicien autrichien Stefan [15] en 1879 il montre ainsi que l'intensité du rayonnement thermique du corps chauffé à la température T est proportionnelle à T^4 . En 1884, son élève Boltzmann [16], établit pour la première fois les bases théoriques de cette propriété.

Ce n'est enfin qu'en 1900 que l'allemand Planck [17] établit une loi générale expliquant notamment les lois de Stefan-Boltzmann [15,16] et de Wien, fondée sur l'étude statistique des particules quantiques que sont les photons, constituants du rayonnement électromagnétique. Les travaux de Planck ont trouvé leur réinterprétation en mécanique quantique générale dans le cadre de la théorie statistique de Bose et Einstein [18].



3. Définitions

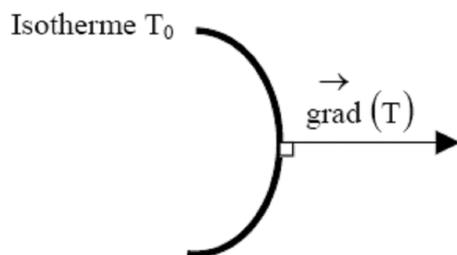
3.1 Champ de température

Les transferts d'énergie sont déterminés à partir de l'évolution dans l'espace et dans le temps de la température : $T = f(x, y, z, t)$. La valeur instantanée de la température en tout point de l'espace est un scalaire appelé champ de température. Nous distinguerons deux cas :

- Champ de température indépendant du temps : le régime est dit permanent ou stationnaire.
- Evolution du champ de température avec le temps : le régime est dit variable ou instationnaire [19].

3.2 Gradient de température

Si l'on réunit tous les points de l'espace qui ont la même température, on obtient une surface dite surface isotherme. La variation de température par unité de longueur est maximale le long de la normale à la surface isotherme. Cette variation est caractérisée par le gradient de température [18] :



$$\vec{\text{grad}}(T) = n \frac{\partial T}{\partial n} \quad (\text{II.1})$$

Avec : \vec{n} vecteur unitaire de la normale

$\frac{\partial T}{\partial n}$ dérivée de la température le long de la normale.

3.3 Flux de chaleur

La chaleur s'écoule sous l'influence d'un gradient de température par conduction des hautes vers les basses températures. La quantité de chaleur transmise par unité de temps et par unité d'aire de la surface isotherme est appelée densité de flux de chaleur [19].



$$\phi = \frac{1}{S} \frac{dQ}{dt} \quad (\text{W m}^{-2}) \quad (\text{II.2})$$

Avec :

ϕ : densité de flux de chaleur (W m^{-2}) ;

S : surface (m^2).

On appelle flux de chaleur la quantité de chaleur transmise sur la surface S par unité de temps:

$$\varphi = \frac{dQ}{dt} \quad (\text{W}) \quad (\text{II.3})$$

Avec :

φ : flux de chaleur (W) ;

Q : quantité de chaleur (W s);

t : temps (s).

3.4 Quelques types de quantité de chaleur

Lorsqu'un corps reçoit, ou perd, de l'énergie sous forme de chaleur, on constate expérimentalement que sa température augmente, ou baisse. L'énergie calorifique correspond:

- pour les gaz et les liquides, à l'agitation moléculaire quand T augmente, $E_c = 3/2.kT$ augmente aussi,

- pour les solides, à l'agitation de vibration autour d'une position quand T augmente, l'amplitude de vibration augmente aussi.

Pour une même quantité d'énergie, la masse à échauffer intervient en ce sens que cette chaleur plus la masse est importante, plus le $\Delta\theta$ diminue (plus de molécules à mettre en mouvement avec la même énergie).

Enfin, la qualité de la matière intervient, sous la forme d'un coefficient constant : la capacité calorifique.



L'équation fondamentale régissant la quantité de chaleur en fonction des variables citées est:

$$\Delta Q = m \cdot C \cdot \Delta T \quad (\text{J}) \quad (\text{II.4})$$

Avec :

- Q** : Quantité de chaleur (J);
- m** : masse (Kg) ;
- C** : chaleur massique ($\text{Kg}^{-1} \text{J } ^\circ\text{C}^{-1}$) ;
- ΔT** : température ($^\circ\text{C}$).

Cette équation s'applique pour un état fixé de la matière. Or la matière peut se trouver sous 3 états différents (solide, liquide ou vapeur) qui correspondent à des états de désorganisation (entropie) croissante. Lorsqu'il y a changement d'état (de phase), la température ne varie pas tant qu'il reste deux phases en présence : par exemple, l'eau à 100°C que le gaz soit fort ou moyen, il y a seulement plus ou moins d'eau qui s'évapore. A chaque unité de masse évaporée, il a fallu apporter une certaine quantité d'énergie, c'est la chaleur latente de vaporisation (L).

Tel que L : quantité de chaleur nécessaire pour évaporer un gramme de liquide.

Donc, pour évaporer une masse m de liquide, il faut une quantité de chaleur $\Delta Q = m.L$

Les quantités de chaleur que nous venons de définir peuvent s'échanger de 3 façons au sein d'un même état de la matière [19] :

- conduction
- convection (pas dans les solides)
- rayonnement

Dans notre étude on se base sur l'effet de la conduction entre bille-poudre et bille-bille donc on s'intéresse au phénomène de la conduction. On va alors détailler cette partie par rapport à la convection et le rayonnement qui vont être définis brièvement.



4. Le Transfert par Conduction

C'est le transfert de chaleur au sein d'un milieu opaque, sans déplacement de matière, sous l'influence d'une différence de température. La propagation de la chaleur par conduction à l'intérieur d'un corps s'effectue selon deux mécanismes distincts : une transmission par les vibrations des atomes ou molécules et une transmission par les électrons libres.

La théorie de la conduction repose sur l'hypothèse de Fourier [14] : la densité de flux est proportionnelle au gradient de température [20] :

$$\vec{\varphi} = -\lambda \vec{\text{grad}}(T) \quad (\text{II.5})$$

Ou sous forme algébrique :

$$\varphi = -\lambda S \frac{\partial T}{\partial x} \quad (\text{W}) \quad (\text{II.6})$$

Avec :

- φ : flux de chaleur transmis par conduction (W) ;
- λ : conductivité thermique du milieu ($\text{W m}^{-1} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$) ;
- x : variable d'espace dans la direction du flux (m) ;
- S : aire de la section de passage du flux de chaleur (m^2).

4.1 Transfert de chaleur par conduction en régime permanent

En régime permanent la conduction est indépendante du temps, il existe deux types de transferts [20]:

4.1.1 Transfert unidirectionnel

Ce type de transfert s'effectue dans une seule direction, en général l'équation de la chaleur en :



- coordonnées cartésiennes :

$$\frac{\partial}{\partial x} \left(\lambda_x \frac{\partial T}{\partial x} \right) + \frac{\partial}{\partial y} \left(\lambda_y \frac{\partial T}{\partial y} \right) + \frac{\partial}{\partial z} \left(\lambda_z \frac{\partial T}{\partial z} \right) + \dot{q} = \rho c \frac{\partial T}{\partial t} \quad (\text{II.7})$$

Avec :

T : température ($^{\circ}\text{C}$) ;

ρ : masse volumique (kg m^{-3}) ;

c : chaleur massique ($\text{J kg}^{-1} \text{ } ^{\circ}\text{C}^{-1}$) ;

\dot{q} : densité volumique d'énergie (W m^{-3}) ;

$\lambda_x, \lambda_y, \lambda_z$: conductivité thermique, longueur d'onde selon la direction ($\text{W m}^{-1} \text{ } ^{\circ}\text{C}^{-1}$) ;

x, y, z : variables d'espace .

- coordonnées cylindriques :

$$\frac{\partial^2 T}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial T}{\partial r} + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2 T}{\partial \theta^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} + \frac{\dot{q}}{\lambda} = \frac{1}{a} \frac{\partial T}{\partial t} \quad (\text{II.8})$$

Avec :

a : diffusivité thermique ($\text{m}^2 \text{ s}$) ;

θ : angle (rd) ;

r : rayon (m).

-coordonnées sphériques :

$$\frac{1}{r} \frac{\partial^2 (r T)}{\partial r^2} + \frac{1}{r^2 \sin \theta} \frac{\partial}{\partial \theta} \left(\sin \theta \frac{\partial T}{\partial \theta} \right) + \frac{1}{r^2 \sin^2 \theta} \frac{\partial^2 T}{\partial \varphi^2} + \frac{\dot{q}}{\lambda} = \frac{1}{a} \frac{\partial T}{\partial t} \quad (\text{II.9})$$



4.1.1.1 Mur simple

On se placera dans le cas où l'écoulement est unidirectionnel et où il n'y a pas de génération ni de stockage d'énergie. On considère un mur d'épaisseur e , de conductivité thermique λ , et de grandes dimensions transversales dont les faces extrêmes sont à des températures T_1 et T_2 [20] :

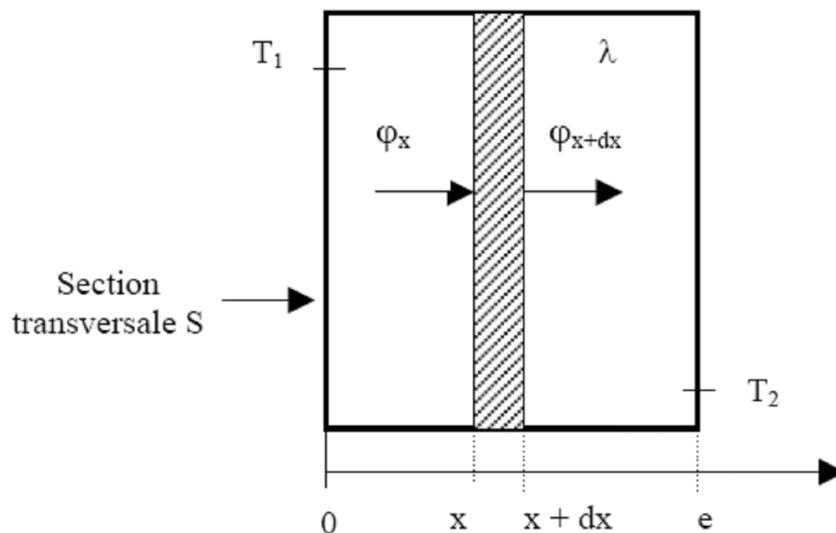


Fig.(II.1) Ecoulement unidirectionnel à travers un mur simple

Le profil de température est donc linéaire. La densité de flux de chaleur traversant le mur s'en déduit par la relation : $\phi = -\lambda \frac{dT}{dx}$, d'où :

$$\phi = \frac{\lambda (T_1 - T_2)}{e}$$

Avec :

- T_1 : température d'entrée (°C) ;
- T_2 : température de sortie (°C) ;
- e : épaisseur du mur.



4.1.1.2 Mur multicouches

C'est le cas des murs réels constitués de plusieurs couches de matériaux différents et où l'on ne connaît que les températures T_{f1} et T_{f2} des fluides en contact avec les deux faces du mur de surface latérale S [20]:

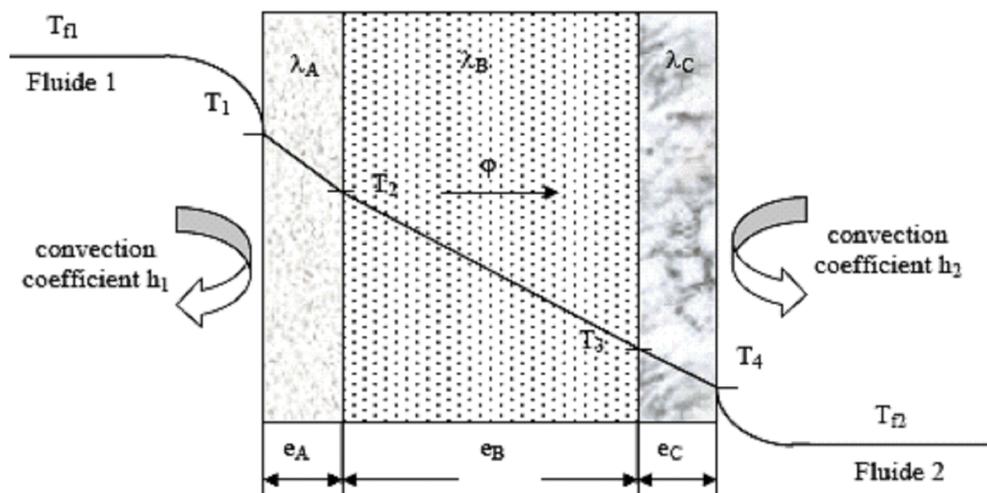


Fig.(II.2) Ecoulement unidirectionnel à travers un mur multicouches.

En régime permanent, le flux de chaleur se conserve lors de la traversée du mur et s'écrit :

$$\varphi = h_1 S (T_{f1} - T_1) = \frac{\lambda_A S (T_1 - T_2)}{e_A} = \frac{\lambda_B S (T_2 - T_3)}{e_B} = \frac{\lambda_C S (T_3 - T_4)}{e_C} = h_2 S (T_4 - T_{f2})$$

d'où :

$$\varphi = \frac{T_{f1} - T_{f2}}{\frac{1}{h_1 S} + \frac{e_A}{\lambda_A S} + \frac{e_B}{\lambda_B S} + \frac{e_C}{\lambda_C S} + \frac{1}{h_2 S}} \quad (\text{W m}^{-2})$$

Avec :

- φ : flux traversant le mur (W m^{-2}) ;
- T_{f1} : température du fluide d'entrée ($^{\circ}\text{C}$) ;
- T_{f2} : température du fluide de sortie ($^{\circ}\text{C}$) ;
- $\lambda_A, \lambda_B, \lambda_C$: conductivité thermique de chaque couche du mur ($\text{W m}^{-1} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$) ;
- e_A, e_B, e_C : épaisseur de chaque couche du mur (m) ;
- h_1 : coefficient de convection avant la traversée du mur ($\text{W m}^{-2} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$) ;
- h_2 : coefficient de convection après la traversée du mur ($\text{W m}^{-2} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$) ;
- S : surface total du mur (m^2).

4.1.1.3 Cylindre creux long (tube)

On considère un cylindre creux de conductivité thermique λ , de rayon intérieur r_1 , de rayon extérieur r_2 , de longueur L , les températures des faces internes et externes étant respectivement T_1 et T_2 . On suppose que le gradient longitudinal de température est négligeable devant le gradient radial [20].

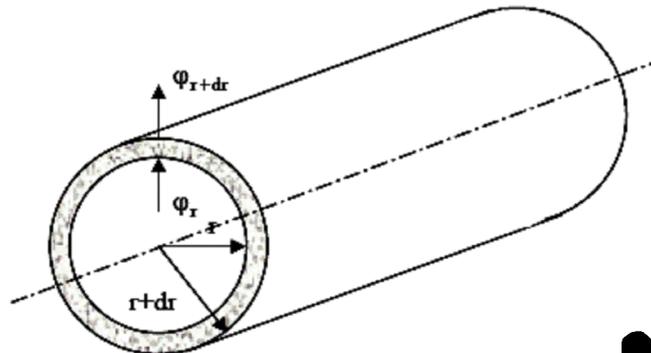


Fig. (II.3) Ecoulement unidirectionnel à travers un cylindre creux

Avec les conditions aux limites : $T(r_1) = T_1$ et $T(r_2) = T_2$

$$T(r) = \frac{T_2 \ln\left(\frac{r}{r_1}\right) + T_1 \ln\left(\frac{r_2}{r}\right)}{\ln\left(\frac{r_2}{r_1}\right)}$$



Avec :

T_1 : température de la paroi intérieure du cylindre ($^{\circ}\text{C}$) ;

T_2 : température de la paroi extérieure du cylindre ($^{\circ}\text{C}$) ;

r_1 : rayon interne du cylindre (m) ;

r_2 : rayon externe du cylindre (m).

Et par application de la relation $\varphi = -\lambda \, 2\pi \, r \, \frac{dT}{dr}$, on obtient :

$$\varphi = \frac{2\pi \lambda L (T_1 - T_2)}{\ln\left(\frac{r_2}{r_1}\right)} \quad (\text{W}) \quad (\text{II.13})$$

4.1.1.4 Cylindre creux multicouches

C'est le cas pratique d'un tube recouvert d'une ou plusieurs couches de matériaux différents et où l'on ne connaît que les températures T_{f1} et T_{f2} des fluides en contact avec les faces interne et externe du cylindre, h_1 et h_2 sont les coefficients de transfert de chaleur par convection entre les fluides et les faces internes et externes [20].

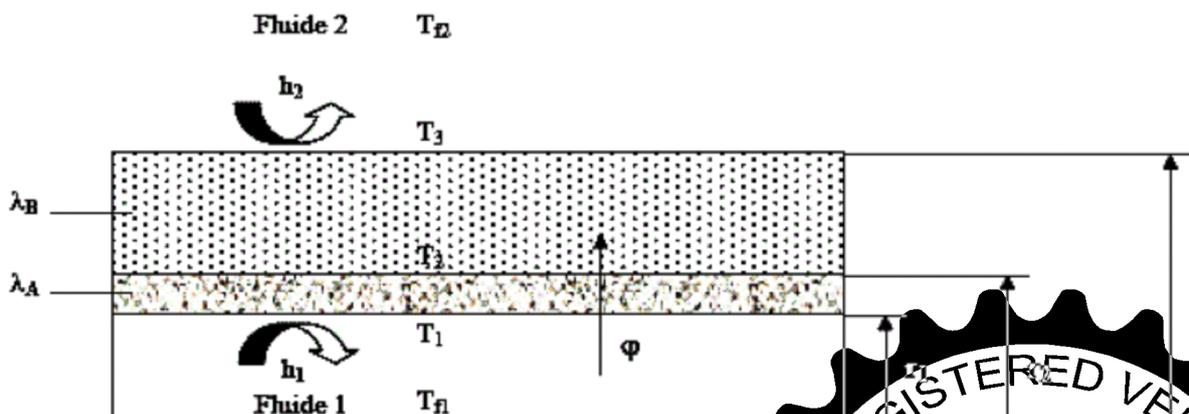


Fig. (II.4) Ecoulement unidirectionnel à travers un cylindre creux multicouches

En régime permanent, le flux de chaleur φ se conserve lors de la traversée des différentes couches [20] d'où :

$$\varphi = \frac{T_{f1} - T_{f2}}{\frac{1}{h_1 2\pi r_1 L} + \frac{\ln\left(\frac{r_2}{r_1}\right)}{2\pi \lambda_A L} + \frac{\ln\left(\frac{r_3}{r_2}\right)}{2\pi \lambda_B L} + \frac{1}{h_2 2\pi r_3 L}} \quad (\text{W m}^{-1}) \quad (\text{II.14})$$

Avec :

- φ : flux de chaleur traversant les couches du cylindre
- T_{f1} : température du fluide à l'intérieur du cylindre ($^{\circ}\text{C}$) ;
- T_{f2} : température du fluide à l'extérieur du cylindre ($^{\circ}\text{C}$) ;
- λ_A, λ_B : conductivité thermique de chaque couche du cylindre ($\text{W m}^{-1} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$) ;
- r_1, r_2, r_3 : rayon de chaque couche du cylindre par rapport à son axe (m) ;
- h_1 : coefficient de convection à l'intérieur du cylindre ($\text{W m}^{-2} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$) ;
- h_2 : coefficient de convection à l'extérieur du cylindre ($\text{W m}^{-2} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$) ;

4.1.2 Transfert multidirectionnel

Dans le cas où la propagation de la chaleur ne s'effectue pas selon une direction unique, deux méthodes de résolution peuvent être appliquées, la méthode du coefficient de forme la méthode numérique

Les deux méthodes sont appliquées dans le cas multidirectionnel et donne des résultats plus ou moins précis [21].

4.2 Conduction unidirectionnelle en régime variable sans changement d'état dans des milieux limités

En régime variable sans changement d'état la conduction s'effectue selon trois cas de figures :

4.2.1 Plaque infinie

Nous allons traiter dans ce qui suit le cas d'une plaque d'épaisseur $2L$ et de dimensions latérales suffisamment grandes pour que l'on puisse considérer que le transfert de chaleur est unidirectionnel[21].



Il y a trois cas qui représentent l'étude des plaques infinie monodimensionnelle en régime variable où l'équation de chaleur s'écrit [21] :

$$\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} = \frac{1}{a} \frac{\partial T}{\partial t} \tag{II.15}$$

1er cas : Plaque avec température constante imposée en surface

La transformation inverse de Laplace terme à terme (propriété de linéarité) [20] conduit à :

$$T = T_i + (T_0 - T_i) \sum_{n=0}^{\infty} (-1)^n \operatorname{erfc} \left[\frac{(2n+1)L - x}{2\sqrt{at}} \right] + (T_0 - T_i) \sum_{n=0}^{\infty} (-1)^n \operatorname{erfc} \left[\frac{(2n+1)L + x}{2\sqrt{at}} \right] \tag{II.16}$$

- Avec :
- T_0 : Température initial (°C);
 - L : Largeur de la plaque (m);
 - erfc : Fonction d'erreur .

2ème cas : Plaque avec flux imposé

Avec les mêmes transformations de Laplace [20] on arrive aux résultats suivants :

$$T = T_i + \frac{2\phi_0 \sqrt{at}}{\lambda} \sum_{n=0}^{\infty} \left[\operatorname{ierfc} \left(\frac{(2n+1)L - x}{2\sqrt{at}} \right) + \operatorname{ierfc} \left(\frac{(2n+1)L + x}{2\sqrt{at}} \right) \right] \tag{II.17}$$

- Avec :
- ϕ_0 : Densité du flux imposé ;
 - ierfc : Inverse de la fonction d'erreur .

3ème cas : Plaque avec coefficient de transfert imposé

Dans le cas où la température initiale T_i est uniforme (indépendante de x) la solution s'écrit :

$$T(x, t) = T_0 + 2(T_i - T_0) \sum_{n=1}^{\infty} \exp(-a\omega_n^2 t) \frac{\cos(\omega_n x)}{\left(\omega_n^2 + \frac{h^2}{\lambda^2} \right) L + \frac{h}{\lambda}} \tag{II.18}$$

- où :
- ω_n ($n = 1, 2, \dots$) sont les solutions de l'équation : $\omega_n \tan(\omega_n L) = \frac{h}{\lambda}$



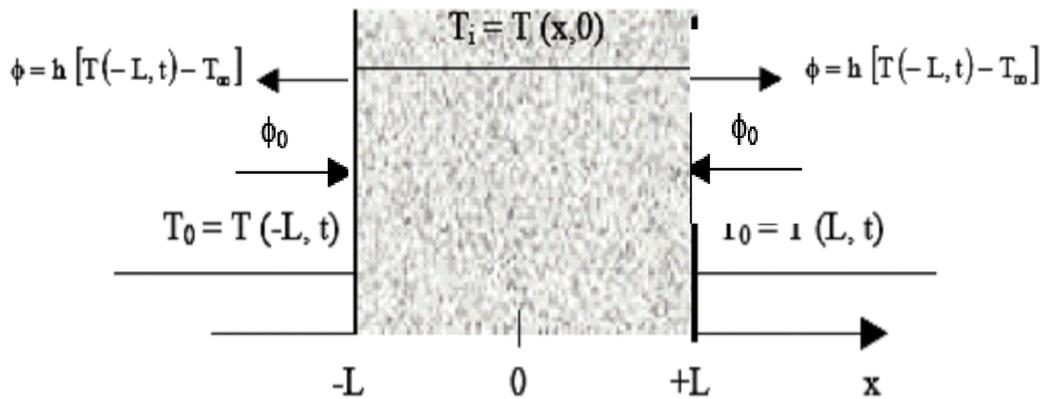


Fig. (II.5) Représentation des 3 cas sur une plaque infinie

4.2.2 Cylindre infini

On considère dans ce paragraphe un cylindre infini (longueur très grande par rapport au diamètre) de diamètre R, on peut faire l’hypothèse dans ce cas que le transfert de chaleur est uniquement radial. Pour les trois cas l’équation de chaleur s’écrit [21]:

$$\frac{\partial^2 T}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial T}{\partial r} = \frac{1}{a} \frac{\partial T}{\partial t} \tag{II.19}$$

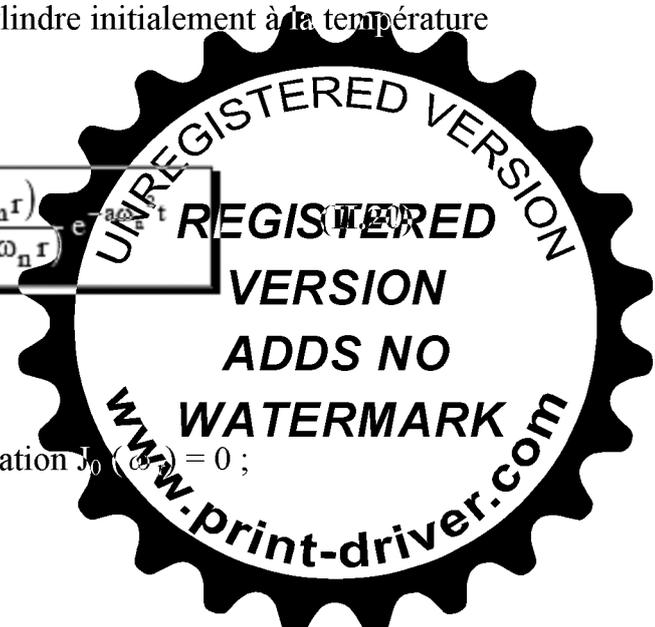
1er cas : Cylindre infini avec température de surface imposée

On considère une température T_0 , à la surface du cylindre initialement à la température uniforme T_i [20].

$$T(r, t) = T_0 + \frac{2(T_i - T_0)}{R} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{J_0(\omega_n r)}{\omega_n J_1(\omega_n R)} e^{-\alpha \omega_n^2 t} \tag{II.20}$$

Où :

- J_0 : est la fonction de Bessel d’ordre 0 ;
- J_1 : est la fonction de Bessel d’ordre 1 ;
- ω_n : ($n = 1, 2, 3 \dots$) sont les racines de l’équation $J_0(\omega_n R) = 0$;
- R : rayon du cylindre.



2ème cas : flux de chaleur imposé

On pose une densité de flux ϕ_0 à la surface du cylindre initialement à la température uniforme T_i [20].

$$T(r, t) = T_i + \frac{2\phi_0 at}{\lambda R} + \frac{\phi_0 R}{\lambda} \left[\frac{r^2}{2R^2} - \frac{1}{4} - 2 \sum_{n=1}^{\infty} e^{-a\omega_n^2 t} \frac{J_0\left(\frac{\omega_n r}{R}\right)}{\omega_n^2 J_0[\omega_n R]} \right] \quad (II.21)$$

3ème cas : coefficient de transfert imposé

On considère un échange de chaleur par convection avec un coefficient de transfert h à la surface du cylindre initialement à la température uniforme T_i [20].

$$T(r, t) = T_0 + \frac{2 \frac{h}{\lambda} (T_i - T_0)}{R} \sum_{n=1}^{\infty} e^{-a\omega_n^2 t} \frac{J_0(\omega_n r)}{\left(\frac{h^2}{\lambda^2} + \omega_n^2\right) J_0(\omega_n R)} \quad (II.22)$$

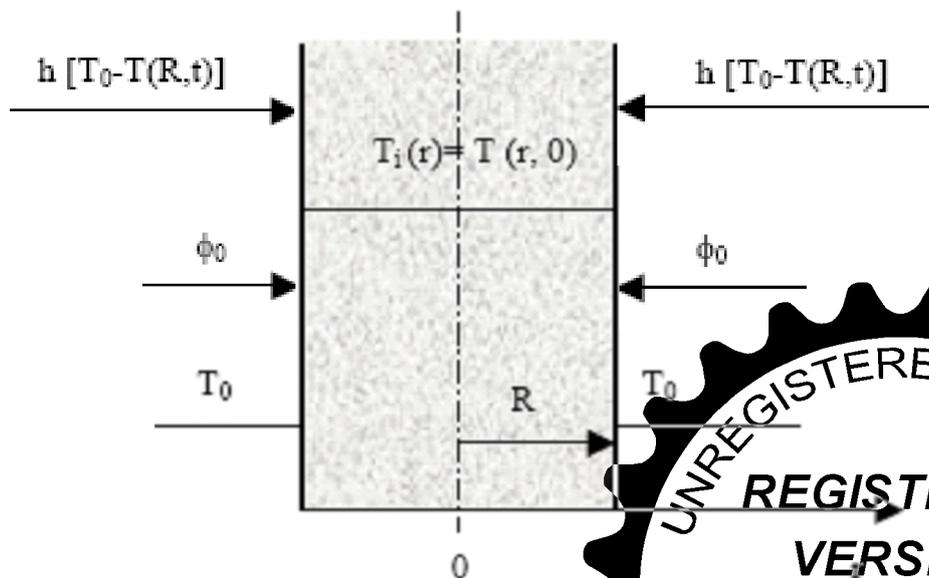


Fig. (II.6) Représentation des 3 cas sur un cylindre infini.



4.2.3 Sphère

On considère dans ce paragraphe une sphère de diamètre R, et dans les trois cas l'équation de la chaleur s'écrit [21] :

$$\boxed{\frac{1}{r} \frac{\partial^2 \bar{T}}{\partial r^2} = \frac{1}{a} \frac{\partial \bar{T}}{\partial t}} \quad \text{où} \quad \bar{T} = T - T_0 \quad (\text{II.23})$$

1er cas : Température de surface imposée

Nous considérons ici une sphère de rayon R à la température initiale uniforme T_i à laquelle on suppose une température de surface T_0 [21].

$$\boxed{T(r, t) = T_0 + \frac{2R(T_0 - T_i)}{\pi R} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{(-1)^n}{n} \sin\left(\frac{n\pi r}{R}\right) \exp\left(-\frac{an^2\pi^2 t}{R^2}\right)} \quad (\text{II.24})$$

2ème cas : Flux imposé

Nous considérons ici une sphère de rayon R à la température initiale uniforme T_i à laquelle on impose brutalement une température de surface T_0 [20].

$$\boxed{T(r, t) = \frac{3\phi_0 t}{\rho c R} + \frac{\phi_0 (5r^2 - 3R^2)}{10\lambda R} - \frac{2\phi_0 R^2}{\lambda r} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{\sin\left(\frac{\omega_n r}{R}\right)}{\omega_n^2 \sin(\omega_n)} \exp\left(-\frac{\lambda \omega_n^2 t}{R^2}\right)} \quad (\text{II.25})$$

3ème cas : Coefficient de transfert par convection imposé

Nous considérons ici une sphère de rayon R à la température initiale uniforme T_i à laquelle on suppose un échange convectif (avec un coefficient h) avec le milieu ambiant à la température T_0 [20].

$$\boxed{T(r, t) = T_0 + \frac{2h(T_i - T_0)}{\lambda R} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{R^2 \omega_n^2 + \left(\frac{hR}{\lambda} - 1\right)^2}{\omega_n^2 \left[R^2 \omega_n^2 + \frac{hR}{\lambda} \left(\frac{hR}{\lambda} - 1\right) \right]} \sin(\omega_n R) \sin(\omega_n r)} \quad (\text{II.26})$$

Où :

ω_n : ($n = 1, 2, \dots$) sont les racines de l'équation $\omega R \tan(\omega R) = \frac{hR}{\lambda} - 1$

R : rayon de la sphère (m).



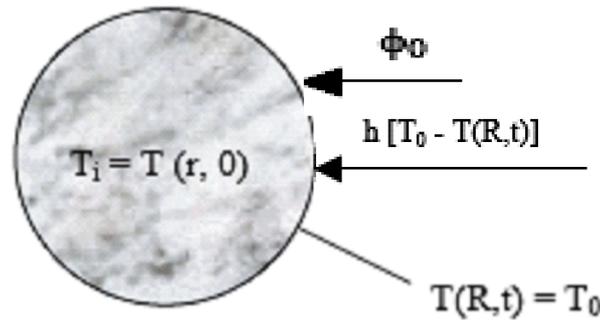


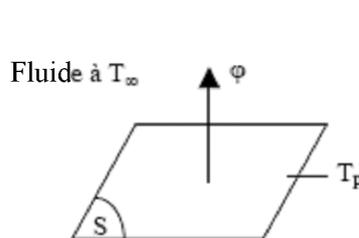
Fig.(II.7) Représentation des 3 cas sur la sphère

On se contente d'étudier la partie de conduction en régime variable sans changement d'état car celui avec changement d'état est une étude à part qui ne rentre pas dans notre cadre de travail.

5. Le Transfert par Convection

C'est le transfert de chaleur entre un solide et un fluide, l'énergie étant transmise d'un point à un autre par un élément de masse. La convection s'applique donc aux fluides ou aux interfaces solide-fluide.

Ces brassages sont très efficaces pour les échanges thermiques et sont dus, au moins, aux variations de masse volumique en fonction de la température : l'air chaud monte et cède la place à un fluide plus dense, donc plus froid, c'est la convection naturelle. On peut accélérer les échanges en ajoutant un mouvement d'ensemble : le fluide, au contact de la source de chaleur est renouvelé plus vite que dans le cas précédent c'est la convection forcée [21].



- T_p : Température de la plaque ;
- T : Température du fluide chaud ;
- T_a : Température du fluide froid.

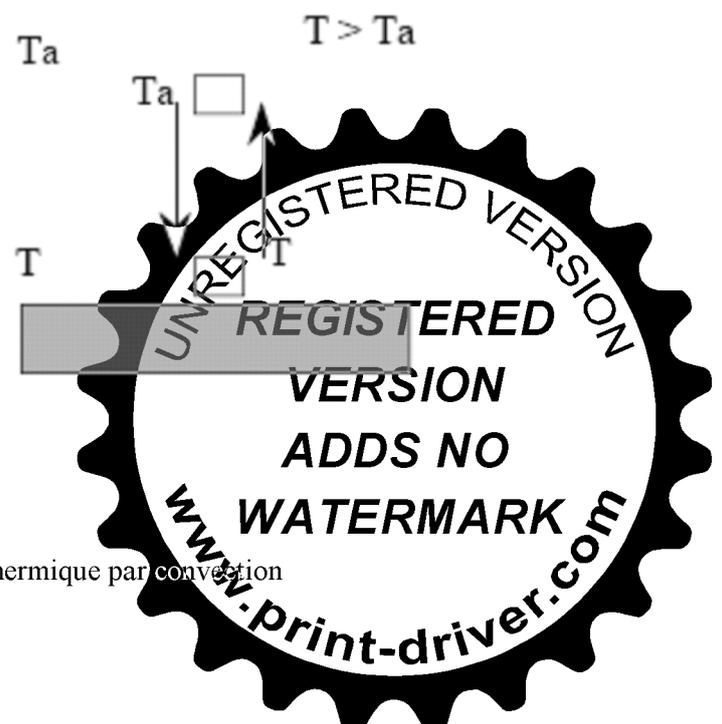


Fig.(II.8) Echanges thermique par convection

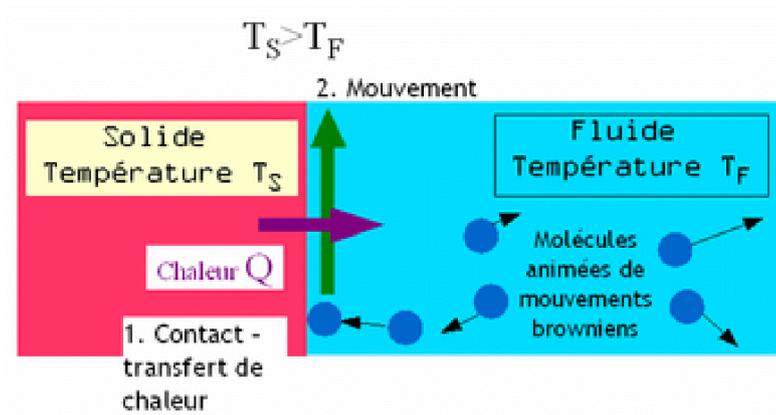


Fig.(II.9) Représentation schématique de la convection naturelle

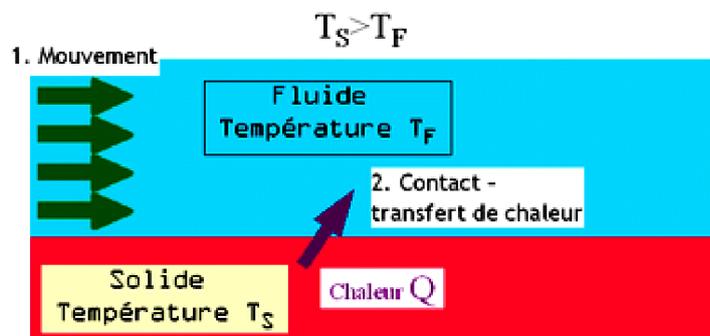


Fig.(II.10) Représentation schématique de la convection forcée

Ce mécanisme de transfert est régi par la loi de Newton [22]:

$$\phi = hS (T_p - T_\infty) \quad (W) \quad (II.27)$$

Avec :

ϕ : Flux de chaleur transmis par convection (W);

h : Coefficient de transfert de chaleur par convection ($W m^{-2} \cdot ^\circ C^{-1}$);

T_p : Température de surface du solide ($^\circ C$);

T_∞ : Température du fluide loin de la surface du solide ($^\circ C$);

S : Aire de la surface de contact solide/fluide (m^2).

Remarque : La valeur du coefficient de transfert de chaleur par convection h est fonction de la nature du fluide, de sa température, de sa vitesse et des caractéristiques géométriques de la surface de contact solide/fluide [21].



6. Le Transfert par Rayonnement

Le rayonnement est un mode de transfert particulièrement important dans de nombreuses situations industrielles à hautes températures (fours par exemple) mais aussi géophysiques (refroidissement nocturne de la Terre). Le rayonnement est à la base de nombreuses méthodes de mesures de température (caméra infra-rouge, pyromètre à filament) qui sont non-intrusives et permettent d'opérer à distance, d'où l'importance d'étudier soigneusement le rayonnement.

Le rayonnement thermique est de nature électromagnétique en raison de l'agitation de la matière sous l'effet de la température. Une onde électromagnétique consiste en un champ électrique \vec{E} , un champ magnétique \vec{B} et un vecteur d'onde \vec{k} , tous trois perpendiculaires. L'onde se propage dans la direction du vecteur d'onde avec une vitesse c qui varie selon le milieu qu'elle traverse. Cette vitesse vaut $c = \frac{c_0}{n}$ où c_0 est la vitesse de la lumière dans le vide et n l'indice du milieu. La fréquence d'une onde électromagnétique ne varie pas avec le milieu qu'elle traverse [23].

Elle est liée à c par la relation :

$$\lambda = \frac{c}{\nu} = cT \quad (\text{II.28})$$

Avec :

- λ : longueur d'onde (m) ;
- ν : fréquence de l'onde électromagnétique (Hz) ;
- c : vitesse (m/s) ;
- T : période (s)

Donc le rayonnement c'est un transfert d'énergie électromagnétique entre deux surfaces (même dans le vide) géré par la relation suivante [23] :

$$\phi = \sigma \varepsilon_p S (T_p^4 - T_\infty^4)$$



Avec :

φ : Flux de chaleur transmis par rayonnement (W) ;

σ : Constante de Stephan ($5,67 \cdot 10^{-8} \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-4}$) ;

T_p : Température de la surface (K) ;

T_∞ : Température du milieu environnant la surface (K) ;

S : Aire de la surface (m^2) ;

ε_p : Facteur d'émission de la surface .

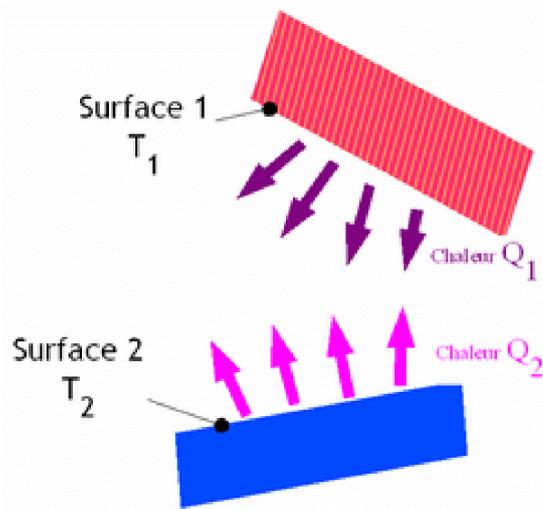


Fig. (II.11) Représentation schématique du transfert de chaleur par radiation

7. Combinaison des différents modes de transferts

Dans beaucoup de situations, il y a coexistence de 2 ou même 3 modes de transferts thermiques décrits précédemment. Fort heureusement, il est fréquent qu'un mode soit prépondérant et simplifie l'analyse. Signalons que certains échanges de chaleur s'accompagnent d'un changement d'état (vaporisation, condensation, fusion, congélation). Ces phénomènes se comportent alors comme une source (ex. de la condensation) ou un puits de chaleur (ex. de la vaporisation) [22].



Dans ce chapitre nous avons cité les différents modes de transfert thermique et les principales équations qui interviennent lors d'un échange de chaleur.

Par suite dans notre prochain chapitre, nous allons introduire ces équations, plus précisément celles de conduction de chaleur, car notre étude se base sur la détermination de la température locale, au moment des chocs et des frottements entre les billes et la poudre, ou entre bille et bille lors du processus de broyage à haut énergie.



CHAPITRE III

Aspect Thermique

pour la Mécanosynthèse



1. Introduction

La Mécanosynthèse a été bien développée à l'échelle industrielle pour élaborer une large variation de matériaux. Malgré ce progrès, de grands efforts de recherches sont encore menés jusqu'à ce jour afin de mieux comprendre les mécanismes fondamentaux durant le processus de la Mécanosynthèse, la dissipation de la chaleur durant le broyage étant l'un des mécanismes primordiaux.

Le broyage agit par chocs et/ou par frottement des billes sur la poudre, suivant le type de broyeur utilisé. Lors du contact des billes avec la poudre, la majeure partie de l'énergie cinétique des billes transférée à la poudre se transforme aussitôt en chaleur. On assiste donc à une élévation locale de température à l'endroit des cisaillements entretenus lorsque le broyage agit par frottement, ponctuelle lorsque le broyage agit par chocs. Il est très probable que l'augmentation de la température de la poudre au moment de l'impact va entraîner des modifications importantes dans la composition et la structure même de la poudre à la fin du broyage.

Les interactions billes/jarres sont également à l'origine d'une élévation de température de ces derniers. Elles dépendent du mode d'action du broyeur, du nombre de billes présentes dans la jarre, ainsi que "l'intensité de broyage".

2. Modélisation cinématique

La première étape dans notre travail se base sur l'étude cinématique des billes au cours du broyage, qui va permettre de calculer la vitesse de décollage ou de choc de la bille. Pour étudier le mouvement des billes au cours du broyage, afin de faciliter les calculs, on suppose que la bille est considérée comme étant un point "M", qui se trouve sur la surface intérieure de la jarre à un instant "t" [24].



La figure (III.1) représente la position d'une bille à un instant "t" matérialisé par un point "M" d'un broyeur planétaire de type « Fritsh Pulvérisette P5 ».

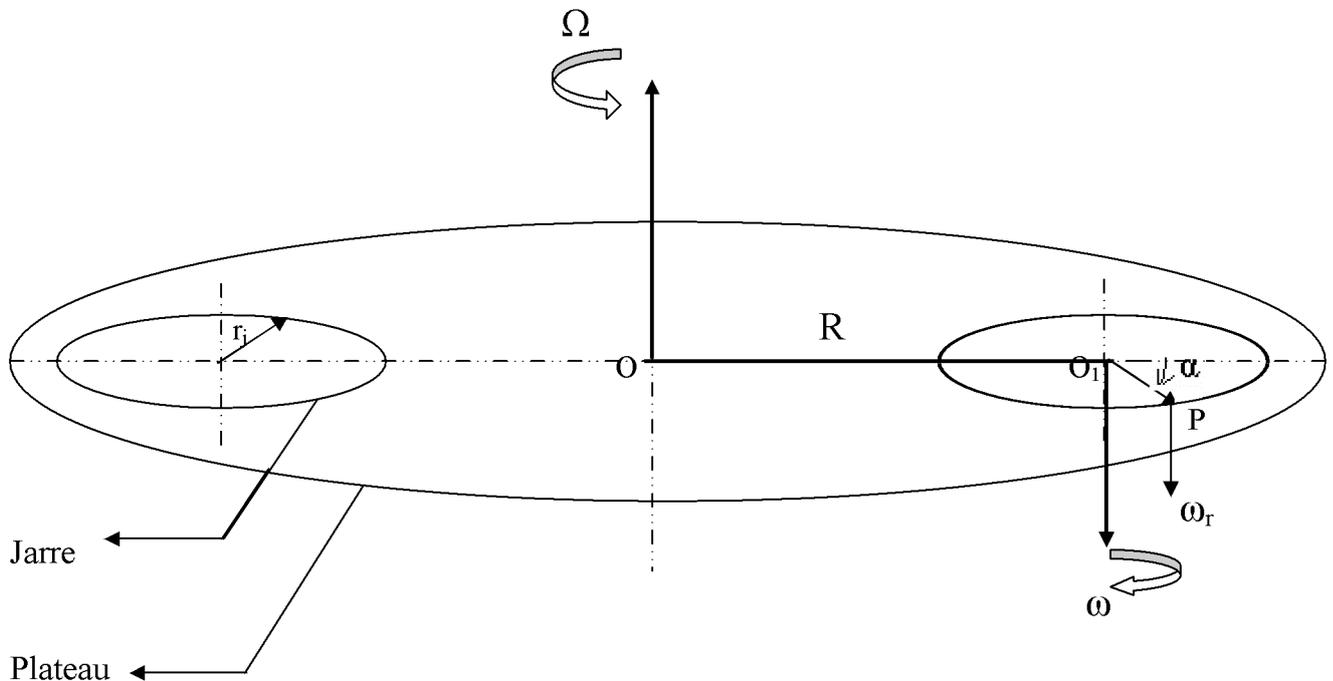


Fig.(III.1) modélisation d'un broyeur planétaire de type « Fritsh Pulvérisette P5 ».

Comme on a expliqué le mode de fonctionnement du broyeur planétaire auparavant, le sens de rotation du plateau est opposé à celui des jarres.

Avec :

R : distance vectorielle entre le centre du plateau et le centre de la jarre (m) ;

r_j : distance vectorielle entre le centre de la jarre et un point P de la surface intérieure de la jarre (m) ;

α : angle entre le rayon de la jarre r_j passant par le point "M" et le vecteur unitaire \vec{I} (rad) ;

Ω : la vitesse angulaire de rotation du plateau (tr/min) ;

ω : la vitesse angulaire de rotation de la jarre avec ($\omega = -1.25 \Omega$) (tr/min) ;

ω_r : la vitesse angulaire de la bille, tel que ($\omega_r = \omega - \Omega$) (tr/min)



Après avoir matérialisé la bille dans la jarre à un instant "t", et afin de pouvoir calculer la vitesse de décollage de la bille, on doit montrer tous les angles qui rentrent dans ce calcul, La figure (III.2) montre la décomposition vectorielle de la position du point "M" [24] :

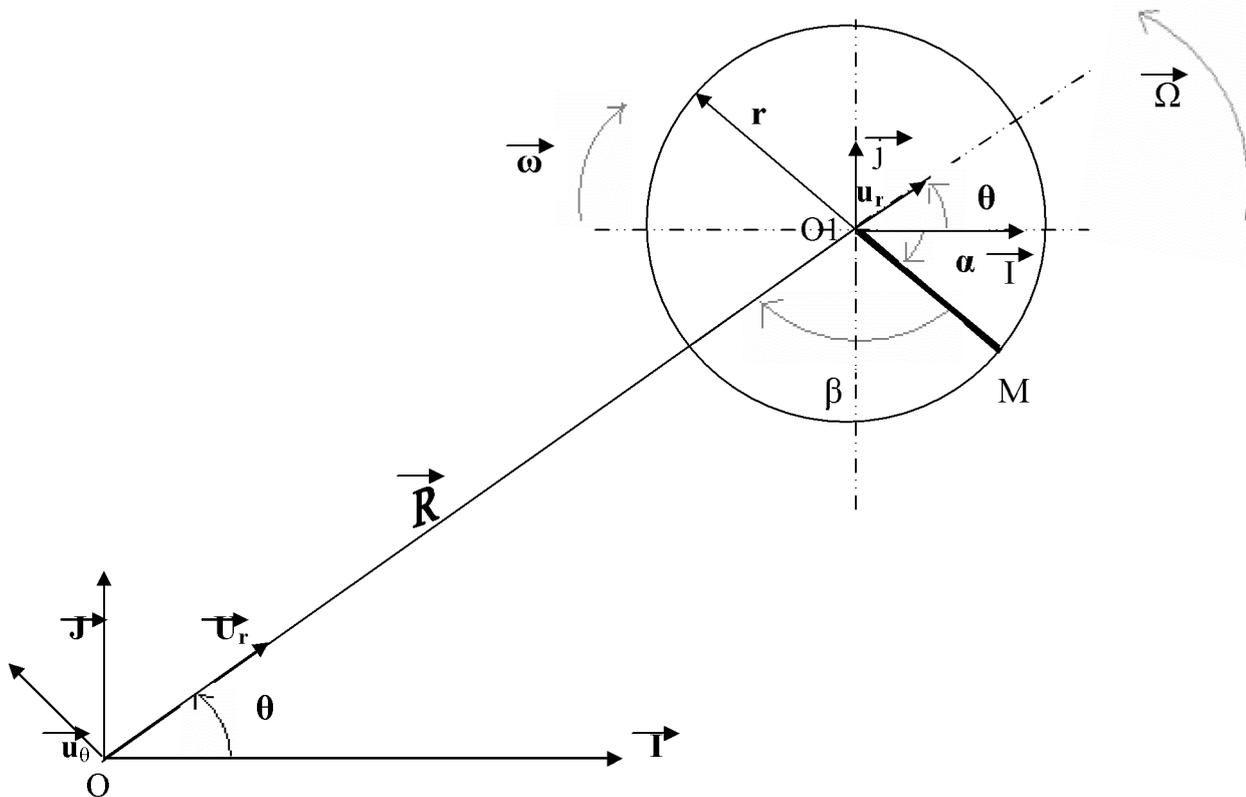


Fig.(III.2) représentation schématique de la position d'une bille à un instant "t"

En tenant compte du fait que :

- L'angle θ est l'angle de rotation du plateau, avec $\theta = \Omega t$ où Ω est la vitesse angulaire de rotation du plateau ;
- L'angle α est l'angle de rotation de la jarre, avec $\alpha = \omega t$ où ω la vitesse angulaire de rotation de la jarre ;
- $\mathbf{U}_r // \mathbf{R}$ et $\mathbf{U}_\theta \perp \mathbf{U}_r$;
- $\mathbf{u}_r // \mathbf{r}_j$ et $\mathbf{u}_\alpha \perp \mathbf{u}_r$;



Les référentiels $(O, \vec{I}, \vec{J}, \vec{K})$ et $(O_1, \vec{I}_1, \vec{J}_1, \vec{K}_1)$ sont adoptés pour la suite de notre traitement mathématique, comme des référentiels cartésiens :

Avec :

- “ O “ comme centre du plateau ;
- “ O₁ “ centre de la jarre ;
- R Le rayon du plateau, pris comme étant la distance entre le centre du plateau et le centre de la jarre tel que $R = OO_1$. La vitesse de rotation des jarres est opposée à celle du plateau.

3. Calcul de la vitesse de décollage de la bille

Après la modélisation de la bille et après avoir montré tous les angles permettant la détermination de la position de la bille, on va maintenant passer à l'étape de calcul de la vitesse de décollage de la bille[24].

Pour la détermination de cette vitesse il faut d'abord connaître la position vectorielle de la bille à un instant “t“, d'après la figure (III.2), la bille se situe à la surface intérieure de la jarre, donc sa position par rapport au repère du plateau (O, I, J, K) est la somme de « la distance entre le centre du plateau “o“ et le centre de la jarre “ O₁ “ » et « la distance entre le centre de la jarre “ O₁ “ et sa surface intérieure». Cette sommation nous mène à la formule suivante :

$$\vec{OM} = \vec{OO}_1 + \vec{O}_1M = [R \cos(\theta) + r \cos(\alpha)] \vec{I} + [R \sin(\theta) + r \sin(\alpha)] \vec{J} \quad (\text{III.1})$$

La relation (III.1) nous a permis de déterminer la position vectorielle du point “M“, par la suite on pourra donc calculer sa vitesse absolue, qui est la dérivée par rapport au temps du vecteur \vec{OM} , cette vitesse est donnée en fonction des vecteurs unitaires \vec{U}_r et \vec{u}_r et des distances R et r par la relation suivante [24] :

$$V_a = (dR/dt) \vec{U}_r + R (d\vec{U}_r/dt) + (dr/dt) \vec{u}_r + r (d\vec{u}_r/dt) \quad (\text{III.2})$$



Ainsi, comme les deux rayons R et r_j , respectivement du plateau et des jarres, sont constants dans le temps, l'expression de la vitesse absolue de la bille est simplifiée et devient :

$$\mathbf{V}_a = R \left(\frac{d\vec{U}_r}{dt} \right) + r_j \left(\frac{d\vec{u}_r}{dt} \right) \quad (\text{III.3})$$

Où :

$$\begin{cases} \vec{U}_r = \cos(\theta) \vec{I} + \sin(\theta) \vec{J} ; \\ \vec{u}_r = \cos(\alpha) \vec{I} + \sin(\alpha) \vec{J} ; \end{cases}$$

et

$$\begin{cases} d\theta/dt = \Omega ; \\ d\alpha/dt = -\omega. \end{cases}$$

L'expression finale de la vitesse de choc de la bille \mathbf{V}_c dans le repère cartésien $(O, \vec{I}, \vec{J}, \vec{K})$ est donnée en fonction des rayons R, r^* et des vitesses Ω, ω et elle est formulée comme suit :

$$\|\mathbf{V}\| = \left((R \Omega)^2 + (r^* \omega)^2 + 2 R r^* \Omega \omega \cos(\alpha + \theta) \right)^{1/2} \quad (\text{III.4})$$

Avec :

- $\cos \alpha = (-r^* \omega^2) / (R \Omega^2)$;
- $r^* = r_j - r_b$;
- r_b rayon de la bille.

Pour donner à cette vitesse une forme plus algébrique on a pris l'angle de rotation du plateau $\theta = 0^0$ ou 360^0 .

Par suite, la formule (III.4) devient :

$$\mathbf{V}_c = \left((R \Omega)^2 + (r^* \omega)^2 [1 - 2\omega / \Omega] \right)^{1/2} \quad (\text{III.5})$$



En remplaçant r^* par sa valeur dans la formule (III.5) on obtient :

$$V_c = [(R \Omega)^2 + \omega^2 (r_j - r_b)^2 [1 - 2\omega / \Omega]]^{1/2} \quad (III.6)$$

Sachant que r_b est le rayon de la bille.

La relation (III.6) étant l'expression la plus simplifiée de la vitesse V_c , c'est cette dernière qui sera utilisée pour le calcul dans notre programme ultérieur .

4. Aspect thermique du processus de broyage

En se basant particulièrement sur l'article de Battacharya et E. arzt [25], comme le montre la figure (III.3), on modélise la poudre piégée entre les deux billes comme étant un disque de diamètre d_0 et d'une épaisseur t_0 .

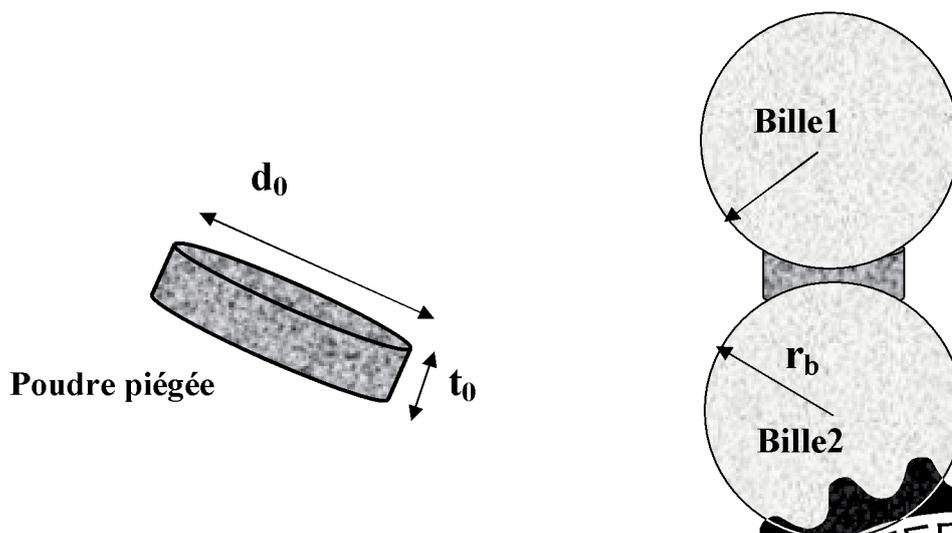


Fig.(III.3) Représentation de l'impact bille-poudre



4.1 Contact bille - poudre

Le contact entre les billes et la poudre agit par choc et/ou par friction, c'est le principe du broyeur planétaire « Fritsh Pulvérisette P5 », ce contact crée un flux de chaleur traversant la bille et la poudre, donc on aura un flux rentrant à la bille et un autre rentrant à la poudre.

4.1.1 Flux de chaleur traversant la bille et sa température de contact

Le transfert de chaleur au contact de la bille se fait à travers une petite surface de rayon r_0 comme le montre la figure (III.4) :

Avec :

Z la direction du flux ;

T_C température de contact ;

q_1 flux de chaleur rentrant dans la bille.

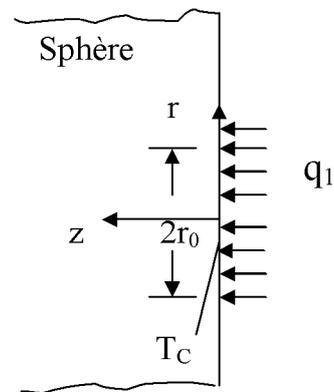


Fig.(III.4) schéma du flux de chaleur transféré à la bille

Ce flux de chaleur est représenté par la formule ci-dessous :

$$q_1 = \frac{(1-\delta) Q}{\Pi r_0^2 \Delta\tau}$$

Avec :

Q : quantité de chaleur (J) ;

r_0 : le rayon de la poudre compacte (m) ;

$\Delta\tau$: la durée d'impact (s) ;

δ : fraction de chaleur partagée.



Afin de pouvoir calculer le flux de chaleur q_1 , il faut calculer d'abord les paramètres de la formule (III.7), comme la quantité de chaleur Q , et le rayon de la poudre r_0 , la durée d'impact $\Delta\tau$, il reste le calcul de la fraction de chaleur partagée δ qui ne peut être calculée qu'après évolution des formules nécessaires pour le flux traversant la poudre, qu'on va étudier ultérieurement.

➤ Quantité de chaleur

Elle est exprimée en fonction de la déformation plastique, et elle est donnée par la relation suivante :

$$Q = \beta E_c \quad (III.8)$$

Où E_c représente l'énergie d'impact des billes lors du broyage, cette énergie dépend de quelques paramètres qui ont été cités dans la partie de l'étude cinématique, comme la vitesse de rotation des jarres et du plateau.

Il faut noter que parmi ces paramètres, la vitesse du disque exerce la plus significative influence sur la force radiale qui accentue la déformation.

Alors l'énergie cinétique de la bille va être donnée par la formule suivante :

$$E_c = \frac{1}{2} m V_c^2 \quad (III.9)$$

Avec :

m : masse de la bille (kg) ;

V_c : vitesse de choc de la bille (m/s) ;

β : coefficient de déformation plastique du matériau de la bille.



➤ **Rayon de la poudre piégée**

D'après Battacharya et E. arzt [25], le rayon de la poudre compactée est donné en fonction du module de Young matériau de la bille, sa masse volumique, et sa vitesse de choc. Ce rayon doit être calculé, car il permet de connaître la surface traversée par le flux rentrant à la bille.

Le rayon de la poudre est exprimé par la relation suivante :

$$r_0 = 0.9731 V_c^{0.4} \left(\frac{\rho_s}{E}\right)^{0.2} r_b \quad (III.10)$$

Où :

V_c : vitesse de choc (m/s) ;

ρ_s : masse volumique de la bille (kg/m^3) ;

E : module de Young (Mpa) ;

r_b : rayon de la bille (m).

➤ **Durée d'impact**

En se basant toujours sur l'article de Battacharya et E. arzt [25], la durée d'impact entre la bille et la poudre est donnée par les mêmes paramètres que ceux du rayon, son expression est :

$$\Delta\tau = 2.787 V_c^{-0.2} \left(\frac{\rho_s}{E}\right)^{0.4} r_b \quad (III.11)$$

Après avoir donné les principales expressions qui rentrent dans le calcul du flux de chaleur transmise à la bille, on va établir la formule de la température de contact au côté de la bille, qui est en fonction du flux exprimé auparavant et des propriétés essentielles de la bille telles que, la conductivité et la diffusivité thermique. Cette température est donnée par la relation suivante [25] :

$$T_{c1} = T_0 + \frac{2q_1 \sqrt{\alpha_s \Delta\tau}}{k_s} \left[\frac{1}{\pi} - \text{ierfc} \left(\frac{r_0}{2\sqrt{k_s \Delta\tau}} \right) \right] \quad (III.12)$$



Avec :

T_{c1} : température de contact bille-poudre ($^{\circ}\text{C}$) ;

T_0 : température ambiante ($^{\circ}\text{C}$) ;

α_s : diffusivité thermique de la bille (m^2/s) ;

k_s : conductivité thermique de la bille ($\text{W}/^{\circ}\text{K m}$) ;

ierfc : fonction d'erreur .

4.1.2 Flux de chaleur traversant la poudre et sa température de contact

la figure (III.5) représente le flux de chaleur traversant la poudre piégée par ses deux côtés au contact des deux billes, la poudre compactée peut être modélisée par un disque d'épaisseur t_0 qui est porté sur la direction X.

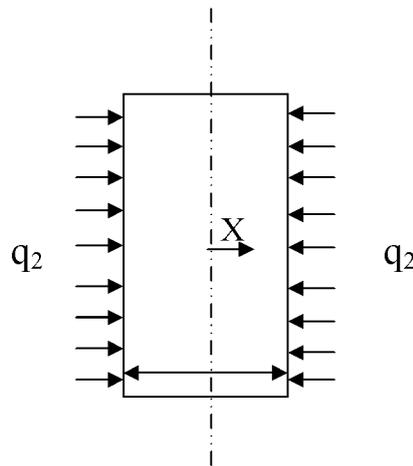


Fig.(III.5) Flux transmis à la poudre

Les paramètres utilisés lors du calcul de q_1 , seront introduits dans la formule du flux de chaleur transmis à la poudre, car la surface traversée par les deux flux est la même .On pourra donc l'exprimé par la relation suivante:

$$q_2 = \frac{\delta Q}{\Pi r_0^2 \Delta \tau}$$



Avant de passer au calcul de la température de contact il faut déterminer l'épaisseur de la poudre piégée qui est donnée selon M.Abdellaoui et E.Gaffet [24], par la formule suivante :

$$t_0 = \frac{k}{\sqrt{2T_0}} \quad (\text{III.14})$$

Où

k : est une constante arithmétique déterminée expérimentalement, $k = 2.3 \cdot 10^{-6}$

A la fin de l'impact [25], la distribution de la température est exprimée en fonction de sa chaleur massique, sa masse volumique, son flux de chaleur, son épaisseur, sa conductivité et sa diffusivité thermique. Cette distribution est formulée comme suit (III.15):

$$T(x) = T_0 + \frac{2q_2 \Delta\tau}{\rho_c c_{pc} t_0} + \frac{q_2 t_0}{2k_c} \left[\frac{12x^2 - t_0^2}{6t_0^2} - \frac{2}{\pi^2} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{(-1)^n}{n^2} \exp\left(\frac{-4n^2 \pi^2 \alpha_c \Delta\tau}{t_0^2}\right) \cos\left(\frac{2n\pi x}{t_0}\right) \right]$$

Ainsi la température à $x=t_0/2$ c'est-à-dire au contact bille-poudre est exprimée par la relation ci-dessous (III.16) :

$$T_{c2} = T_0 + \frac{2q_2 \Delta\tau}{\rho_c c_{pc} t_0} + \frac{q_2 t_0}{2k_c} \left[\frac{1}{3} - \frac{2}{\pi^2} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{(-1)^n}{n^2} \exp\left(\frac{-4n^2 \pi^2 \alpha_c \Delta\tau}{t_0^2}\right) \cos(n\pi) \right]$$

Avec :

ρ_c : masse volumique de la poudre (kg/m^3) ;

α_c : diffusivité thermique de la poudre (m^2/s) ;

c_{pc} : chaleur massique de la poudre ($\text{kg}/^\circ\text{K}$) ;

k_c : conductivité thermique de la poudre ($\text{W}/^\circ\text{K m}$) ;

t_0 : épaisseur de la poudre compactée (m).



On a pu déterminer les équations des deux températures T_{c1} , T_{c2} , respectivement du côté de la bille et la poudre. Pour le calcul final de ces deux températures il faut déterminer la fraction de chaleur partagée de la bille et de la poudre cela en égalisant les équations (III.12) et (III.16). On obtient alors l'inégalité (III.17) suivante [25] :

$$2q_1 \frac{\sqrt{\alpha_s \Delta\tau}}{k_s} \left[\frac{1}{\pi} - \text{ierfc} \left(\frac{I_0}{2\sqrt{\alpha_s \Delta\tau}} \right) \right] = \frac{2q_2 \Delta\tau}{\rho_c c_{pc} t_0} + \frac{q_2 t_0}{2k_c} \left[\frac{1}{3} - \frac{2}{\pi^2} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{(-1)^n}{n^2} \exp \left(-\frac{4n^2 \pi^2 \alpha_c \Delta\tau}{t_0^2} \right) \cos(n\pi) \right]$$

4.2. Contact Bille – Bille

Lors du processus du broyage, il y a également des chocs entre bille-bille, sans poudre piégée comme le montre la figure ci-dessous :

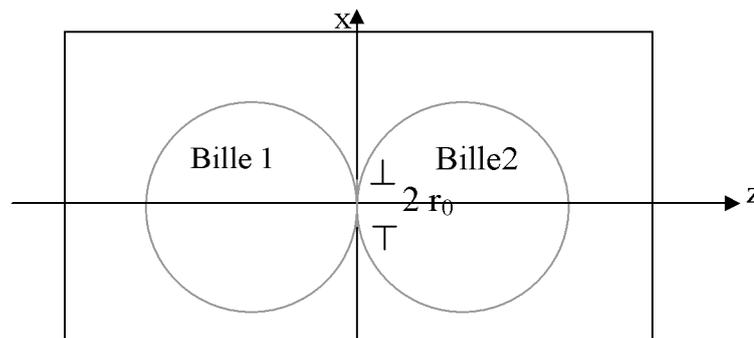


Fig. (III.6) Représentation de l'impact bille-bille

Ce contact est aussi responsable d'une augmentation considérable de la température, cette dernière est exprimée par la formule ci-dessous [25] :

$$T_c = \frac{Q}{2\pi r_0^2 \rho_s c_{ps} \sqrt{\pi \alpha_s \Delta\tau}} \left[1 - \exp \left(-\frac{I_0^2}{4\alpha_s \Delta\tau} \right) \right] \quad (\text{III.18})$$

Avec :

- ρ_s : masse volumique de la bille (kg/m^3) ;
- α_s : diffusivité thermique de la bille (m^2/s) ;
- c_{ps} : chaleur massique de la bille ($\text{kg}/^\circ\text{K}$) ;
- k_s : conductivité thermique de la bille ($\text{W}/^\circ\text{K m}$).



CHAPITRE IV

Résultats et Discussions



1. Introduction

Notre travail consiste à élaborer un programme qui permettra de calculer la température de contact entre bille-poudre et bille-bille durant le broyage, en utilisant toutes les équations développées dans le chapitre précédent, et cela en faisant varier les paramètres suivants :

- Le rayon de la bille ;
- Le rayon de la jarre ;
- La vitesse de rotation du plateau ;
- La distance entre le centre du plateau et le centre de la jarre ;
- Le rapport masse bille / masse poudre.

2. Condition du broyage

Concernant la poudre à broyer, on a choisi le niobium, qui est un matériau ductile.

Ses caractéristiques utilisées pour le calcul sont les suivantes :

- Conductivité thermique = 57.00 (W/m.°K) ;
- Chaleur Massique = 275.00 (J/Kg.°K) ;
- Masse volumique = 8570.00 (Kg/m³).

Les billes utilisées sont en acier inoxydable et se caractérisent par :

- Conductivité thermique = 16.20 (W/m.°K) ;
- Chaleur Massique = 50.00 (J/Kg.°K) ;
- Masse volumique = 8000.00 (Kg/m³).

3. Programme de calcul

En utilisant le langage Fortran, un programme de calcul a été élaboré, ce dernier est basé sur la variation des différents paramètres ayant une influence sur la température du broyage.

Ce programme est régi par plusieurs étapes à savoir :

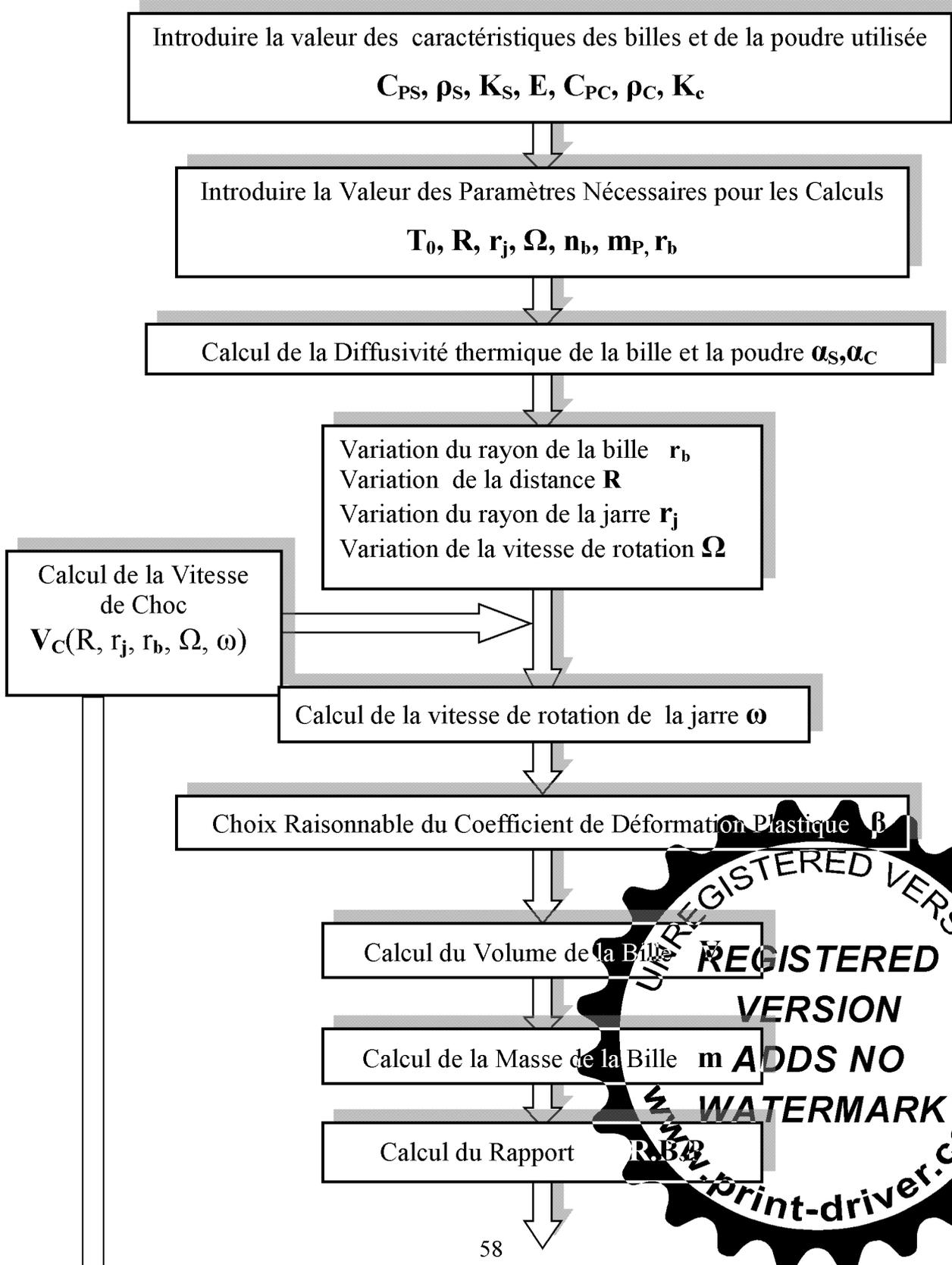
- introduction des données constantes ;
- une boucle de variation des différents paramètres cités auparavant ;
- calcul des paramètres qui rentrent dans le calcul de la vitesse de choc ;



- calcul de la vitesse de choc ;
- calcul des températures de contact bille-poudre et bille-bille ;
- affichage des résultats.

3.1 Organigramme de calcul

Le programme élaboré peut être schématisé par l'organigramme ci-dessous :



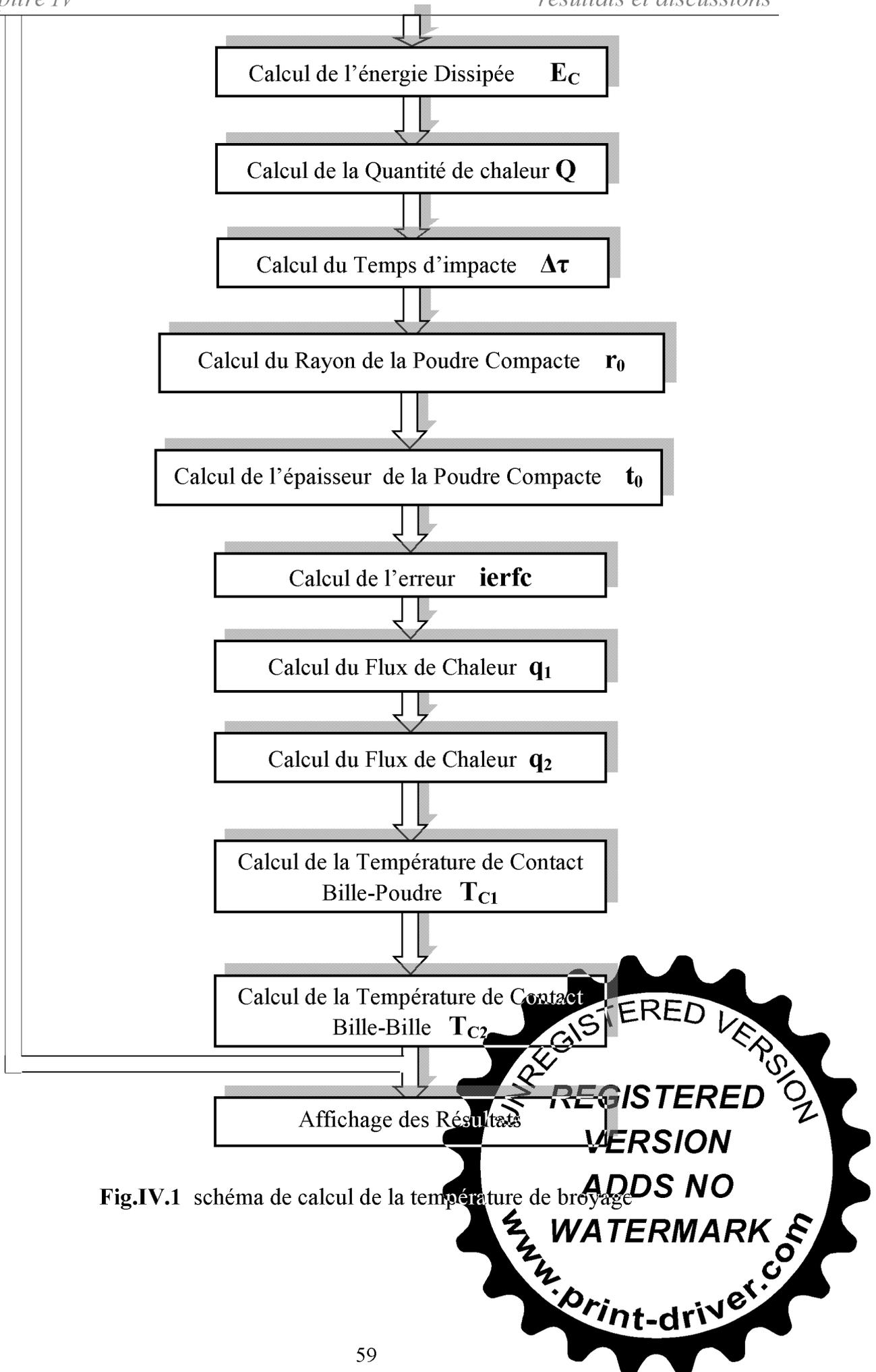


Fig.IV.1 schéma de calcul de la température de broyage

3.2 Variation des paramètres

3.2.1 Variation du rayon de la bille

Le tableau (IV.1) représente les résultats obtenus après exécution du programme, en faisant varier le rayon de la bille qui est compris entre 0.5 et 2 (cm) pour les broyeurs planétaires afin d'obtenir les températures de contact bille-bille et bille-poudre ainsi que la vitesse de choc appropriée à chaque rayon. En tenant compte que :

- la température ambiante $T_0 = 293$ (°K) ;
- la distance entre la centre de la jarre et celui du plateau $R = 7.5$ (cm) ;
- la vitesse de rotation du plateau $\Omega = 380$ (tr / mn);
- le nombre des billes $n_b = 10$;
- la masse de la poudre $m_p = 60$ (g).

rayon de la bille en (cm)	température de contact bille-poudre en (°c)	température de contact bille-bille en (°c)	vitesse de choc en (m/s)
0.50	190,8423542	264,3311778	3,913339687
0.60	202,0740078	280,3863656	3,85380202
0.70	211,6667527	293,3286154	3,795612239
0.80	220,1891637	303,811598	3,738833278
0.90	228,3318013	312,312755	3,683530378
1.00	236,5662103	319,1978161	3,629771009
1,10	245,1112642	324,7573158	3,577624751
1,20	254,0090771	329,2287941	3,527163151
1,30	263,2129499	332,8111153	3,478459528
1,40	272,6493296	335,673885	3,431588733
1,50	282,2504927	337,9641411	3,386626867
1,60	291,966999	339,8110326	3,343650938
1,70	301,7700877	341,6294606	3,302736673
1,80	311,6499373	342,622526	3,263967062
1,90	321,6130312	343,7835937	3,227413873
2.00	331,6796795	344,8979055	3,192155084

Tableau (IV.1) : résultats par variation du rayon de la bille

Ces résultats sont traduits par les courbes suivantes :

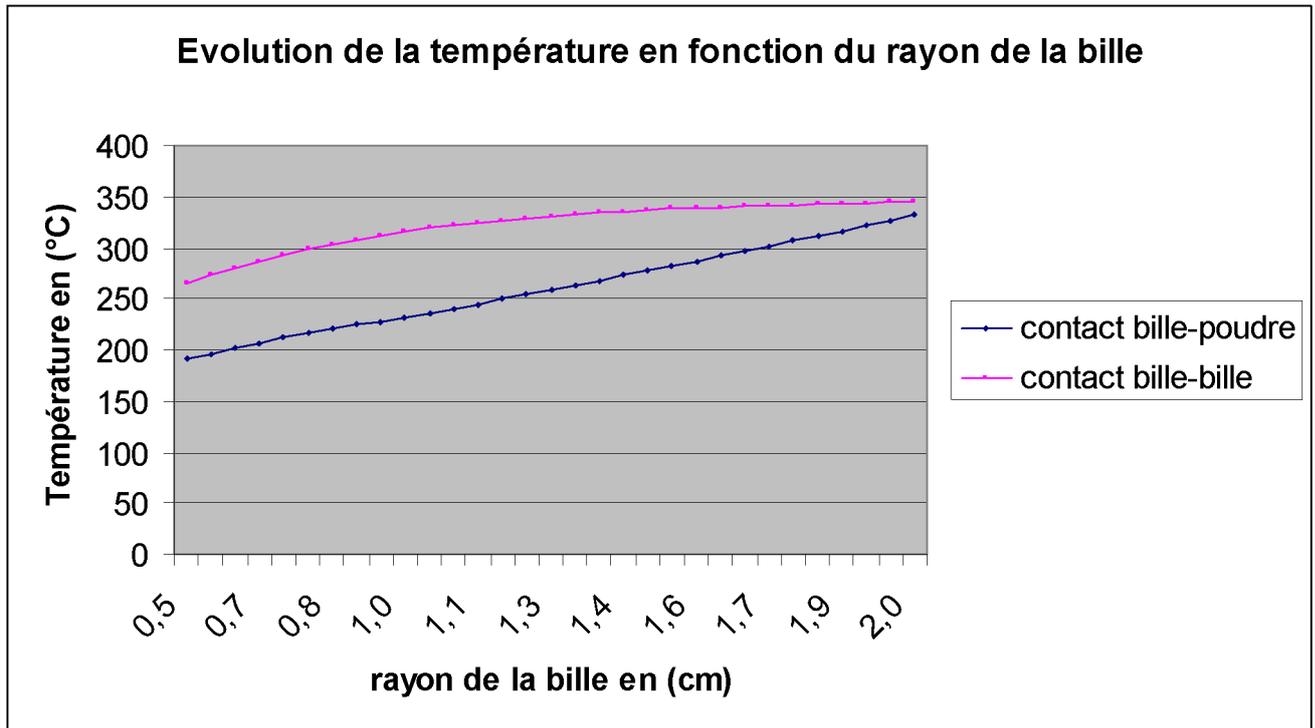


Fig.IV.2 Evolution de la température en fonction du rayon de la bille

❖ Discussion des résultats

D'après le graphe obtenu, nous remarquons que la température varie de 190°C jusqu'à 330 °C correspondant à des valeurs de rayon comprise entre 0.5 cm et 2 cm pour le contact bille-poudre, par ailleurs, pour le contact bille-bille, cette même température varie de 260°C pour un rayon de 0.5 cm jusqu'à atteindre 340°C à un rayon de 2cm. On conclue que plus le rayon de la bille augmente, plus les deux températures augmentent. Ceci est dû à l'accroissement de la surface de contact qui engendre un flux de chaleur plus important et par conséquent une augmentation de la température. De même nous observons aussi que les températures ont tendance à être stables. Ceci est dû à la vitesse de choc qui devient stable en augmentant le rayon des billes, car le volume de la jarre devient insuffisant pour le déplacement des billes.

3.2.2 Variation du rayon de la jarre

Le tableau (IV.2) représente les résultats obtenus après variation du rayon de la jarre qui est compris entre 4 et 7 (cm) pour les broyeurs planétaires, avec :

- la température ambiante $T_0 = 293$ (°K) ;
- le rayon de la bille $r_b = 0.5$ (cm) ;
- la distance entre le centre de la jarre et celui du plateau $R = 7.5$ (cm) ;
- la vitesse de rotation du plateau $\Omega = 380$ (tr / mn) ;
- le nombre des billes $n_b = 10$;
- la masse de la poudre $m_p = 60$ (g).

rayon de la jarre en (cm)	température de contact bille-poudre en (°C)	température de contact bille-bille en (°C)	vitesse de choc en (m/s)
4,00	246,2372674	340,9579142	4,417652471
4,50	289,488951	400,7667478	4,771069854
5,00	338,8949099	469,066468	5,142329788
5,50	394,5370892	545,9649412	5,527838423
6,00	456,4911622	631,5614236	5,924815061
6,50	524,8272203	725,9475041	6,331102848
7,00	599,6101275	829,2075663	6,745019417

Tableau (IV.2) résultats par variation du rayon de la jarre

Ces résultats sont traduits par les courbes ci-dessous :

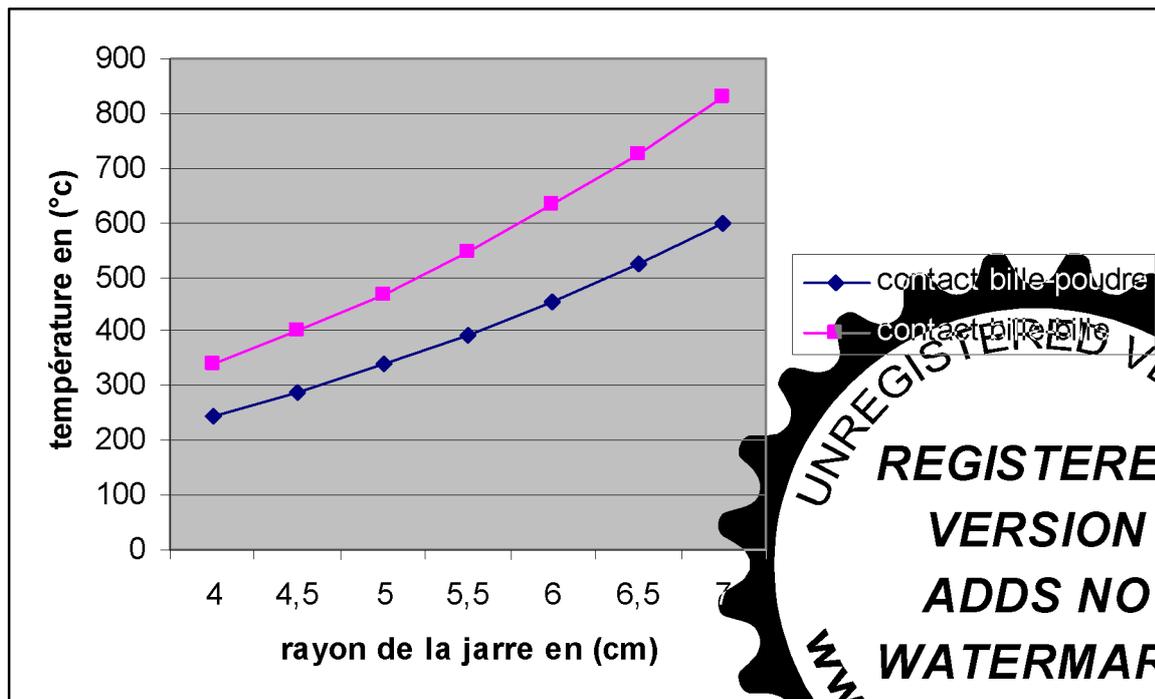


Fig.(IV.3) Evolution de la température en fonction du rayon de la jarre

❖ Discussion :

D'après le graphe obtenu, la température de broyage varie de 250°C pour un rayon de 4 cm, pour atteindre une température de 600°C correspondant un rayon de 7 cm pour le contact bille-poudre. Par ailleurs, cette même température pour le contact bille-bille varie de 340°C jusqu'à atteindre 830°C pour les mêmes valeurs du rayon de la jarre que précédemment. Finalement on conclue que plus le rayon de la jarre augmente, plus les deux températures augmentent. Cela peut s'expliquer par l'augmentation de la vitesse des billes, car l'espace de la jarre est devenu plus important en augmentant son rayon. Cette augmentation de vitesse s'accompagne d'une élévation de puissance de choc, et par conséquent la température croit.

3.2.3 Variation de la distance (R) entre le centre du plateau et le centre de la jarre

Le tableau (IV.3) représente les résultats obtenus après variation de la distance (R) entre le centre de la jarre et celui du plateau qui est comprise entre 7.5 et 12 (cm) pour les broyeurs planétaires, où :

- la température ambiante $T_0 = 293$ (°K) ;
- le rayon de la bille $r_b = 0.5$ (cm) ;
- le rayon de la jarre $r_j = 4$ (cm) ;
- la vitesse de rotation du plateau $\Omega = 380$ (tr / mn) ;
- le nombre des billes $n_b = 10$;
- la masse de la poudre $m_p = 60$ (g).

distance entre le centre du plateau et celui de la jarre (cm)	température de contact bille-poudre (c°)	température de contact bille-bille(c°)	vitesse de choc(m/s)
7,50	190,8423521	264,3311766	3,913339694
8,00	206,9503489	286,6165331	4,067118877
8,50	224,1655255	310,4352173	4,224672814
9,00	242,4953547	335,7327346	4,385594697
9,50	261,946982	362,6834027	4,549527154
10,00	282,527389	391,1413491	4,716156256
10,50	304,2431748	421,1653283	4,885206072
11,00	327,1007146	452,7637086	5,056433815
11,50	351,1061972	485,9246219	5,229625551
12,00	376,2655228	520,7157867	5,404592503

Tableau (IV.3) résultats par variation de la distance R

Les courbes ci-dessous reflètent les résultats obtenus dans le tableau précédent:

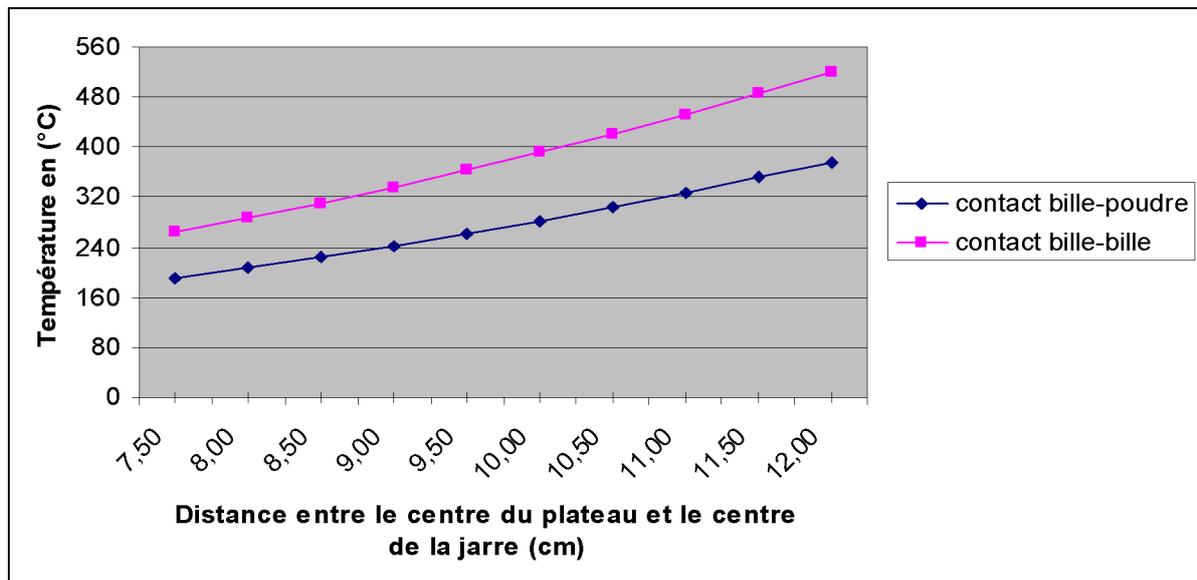


Fig.(IV.4) Evolution de la température en fonction de la distance R

❖ Discussion :

D'après le graphe ci-dessus, concernant le contact bille-poudre, et pour une distance (R) de 7.5 cm, la température correspondante est de 190°C, et lorsque la distance (R) atteint sa valeur maximale 12 cm, la température devient 370°C. Par ailleurs, la température de contact bille-bille varie de 260°C pour jusqu'à atteindre 520°C pour les mêmes valeurs de la distance (R) que précédemment. Ce qui signifie qu'en augmentant la distance entre le centre de la jarre et celui du plateau, la température augmente, cela peut se traduire par le fait que le moment crée lors de la rotation du plateau devient plus important en augmentant son bras (qui représente la distance R), ce phénomène est régi par la relation suivante : $M = F * R$ voir figure (IV.5), donc la puissance de choc qui est directement liée à ce moment devient très importante, on aura par conséquent une élévation de la température.



Fig.(IV.5) représentation du moment et son bras de levier

3.2.4 Variation de la vitesse de rotation du plateau

La vitesse de broyage est un paramètre primordial pour la mécanosynthèse, le processus de cette dernière est régi par la variation de cette vitesse. C'est pour cette raison que l'on s'est intéressé à l'effet de la vitesse sur la température du broyage.

Le tableau (IV.4) représente les différentes valeurs obtenues, après variation de la vitesse de rotation du plateau entre 140 et 400 (tr/mn) et en tenant compte des données suivantes:

- la température ambiante $T_0 = 293$ (°K) ;
- le rayon de la bille $r_b = 0.5$ (cm) ;
- le rayon de la jarre $r_j = 4$ (cm) ;
- la distance entre le centre de la jarre et celui du plateau $R = 7.5$ (cm) ;
- le nombre des billes $n_b = 10$;
- la masse de la poudre $m_p = 60$ (g).

vitesse de rotation du plateau en tr/mn	température de contact bille-poudre(°C)	température de contact bille-bille(°C)	vitesse de choc(m/s)
180	39,6887016	55,03958083	1,853687266
200	49,52344745	68,66981034	2,059652518
220	60,50471673	83,88618949	2,26561777
240	72,64391721	100,7039405	2,471583021
260	85,95155107	119,1370587	2,677548273
280	100,4374085	139,1985537	2,883513525
300	116,1106469	160,9005403	3,089478777
320	132,9798454	184,2543762	3,295444029
340	151,0531397	209,270779	3,50140928
360	170,3382022	235,9595485	3,707374932
380	190,8423636	264,3311933	3,913339784
400	212,572565	294,3939216	4,119305036

Tableau (IV.4) résultats par variation de la vitesse de rotation du plateau



On représente ses valeurs par graphe suivant :

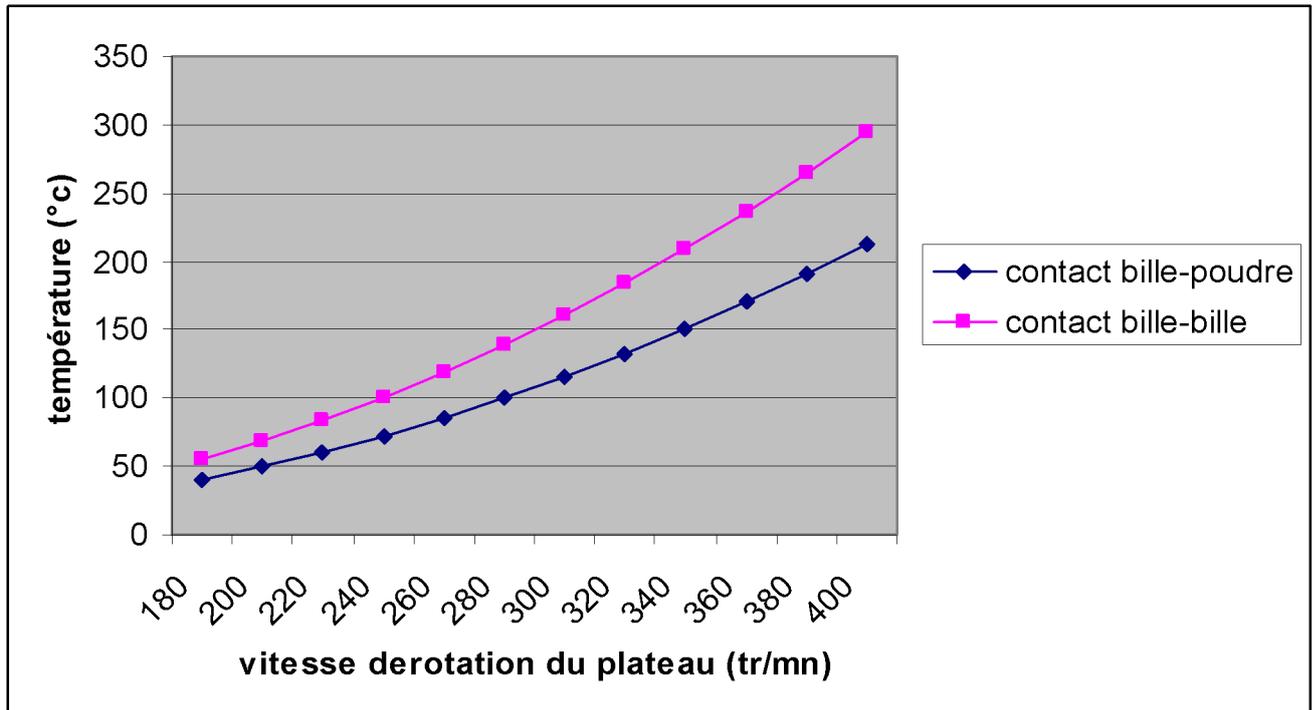


Fig.(IV.6) Evolution de la température de broyage en fonction de la vitesse de rotation du plateau

❖ Discussion :

D'après le graphe obtenu, la température varie de 39°C pour une vitesse de rotation de 180 tr / mn, jusqu'à 212°C pour une vitesse de 400 tr /mn pour le contact bille-poudre, par ailleurs, pour le contact bille-bille, elle varie de 55°C jusqu'à atteindre 300°C pour des vitesses de rotation correspondantes comprises entre 180 tr/mn, et 400 tr / mn.

Une augmentation considérable de la température est observée en variant la vitesse de rotation du plateau, car cette dernière induit une augmentation de la vitesse de choc qui par conséquent s'accompagne d'une élévation de température.

La vitesse de rotation est fixée selon le type du matériau broyé. En effet, s'il s'agit d'un matériau fragile, il faut une vitesse de rotation importante, à l'inverse, pour les matériaux ductiles, ils doivent être broyés avec une vitesse modérée.

Afin d'illustrer ces résultats nous présentons des matériaux ductiles et fragiles ainsi que leurs plages de vitesse recommandées :

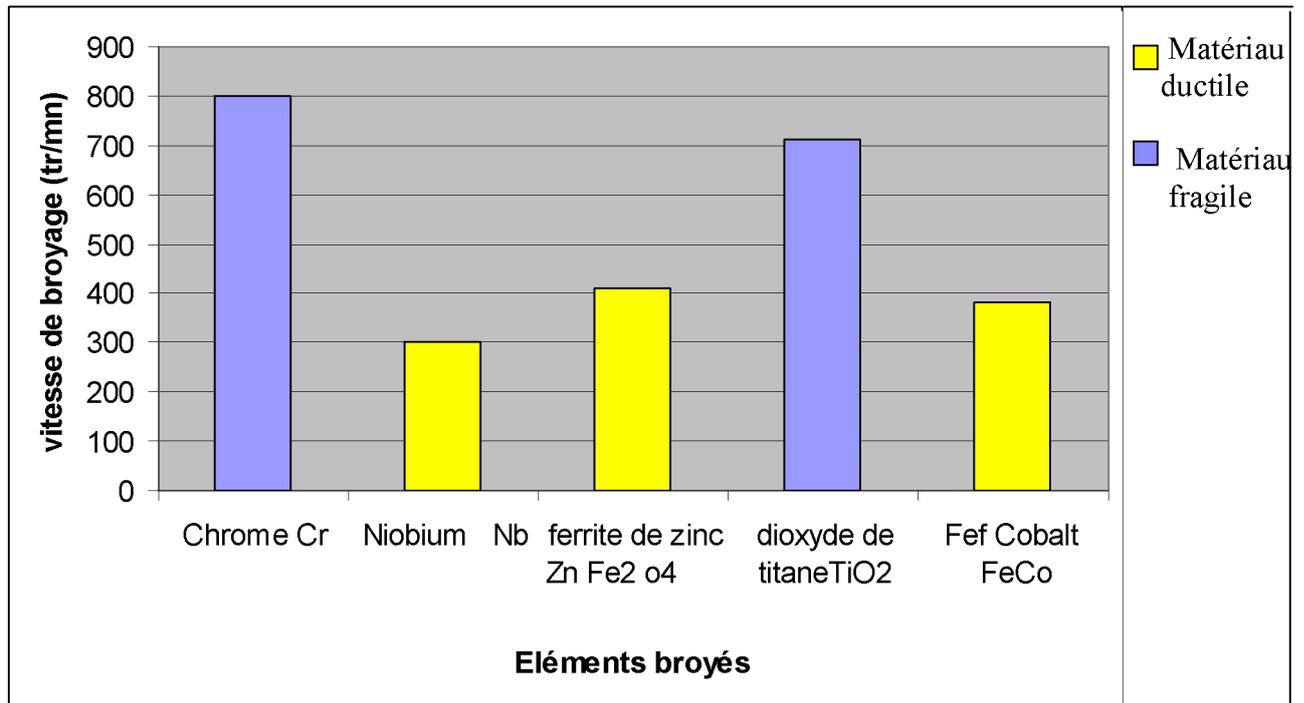


Fig.(IV.7) Matériaux et leurs plages de vitesse de rotations

3.2.5 Variation du rapport RBP

Le rapport masse billes/masse poudre est un paramètre très important dans le broyage à haute énergie, il représente la puissance de choc du broyage. On adopte pour ce dernier calcul les rapport RBP suivants : 10/1, 20/1, 30/1, 40/1, 50/1. Après exécution, les résultats obtenus sont donnés dans le tableau suivant :

Rapport R,B,P	température de contact bille-poudre(°C)	température de contact bille-bille(°C)
10	255,3076943	329,791133
20	285,1469002	338,557533
30	306,8304583	342,0150772
40	324,3772827	344,0920686
50	339,4614393	345,7668366

Tableau (IV.5) résultats par variation du rapport R.B.P



Les résultats obtenus sont traduits par le graphe qui suit :

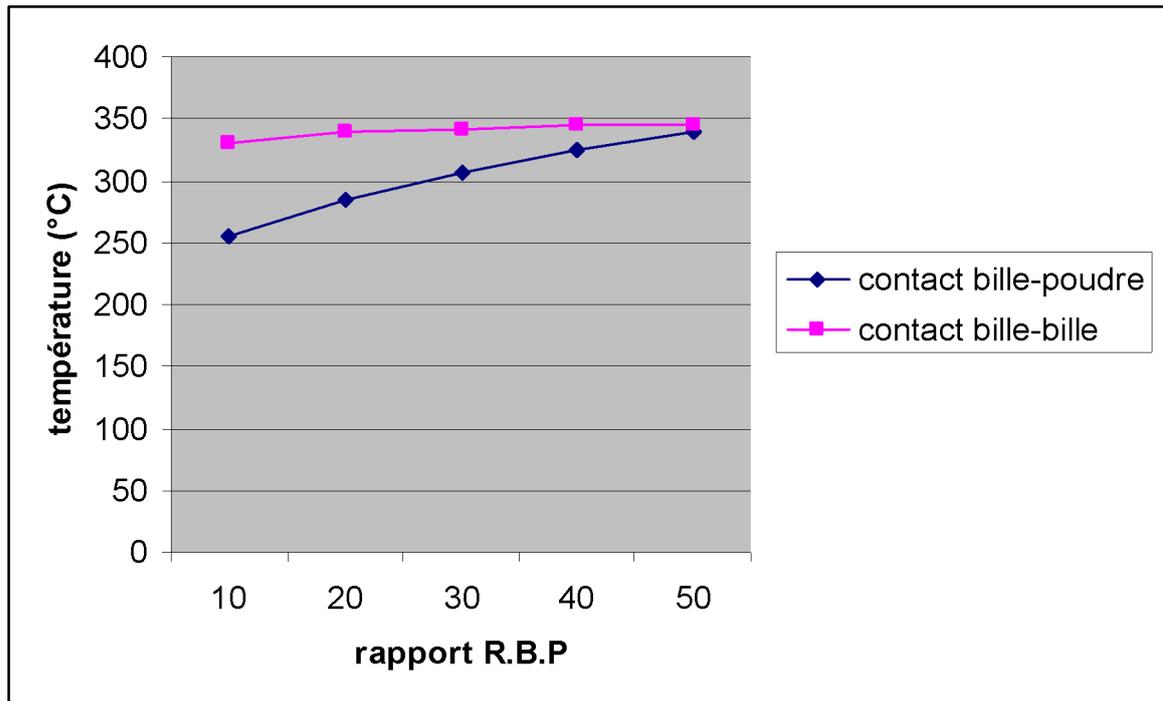


Fig.(IV.8) Evolution de la température en fonction du rapport R.B.P

❖ **Discussion :**

Concernant le contact bille-poudre, nous remarquons que la température est de 255°C pour un rapport de 10, et en augmentant ce rapport jusqu'à atteindre 50, elle devient 340°C. Et pour le contact bille-bille cette même température varie entre 330°C et 345°C pour des rapports compris entre 10 et 50. Nous remarquons également qu'après une certaine valeur du rapport, la température a tendance à se stabiliser. L'élévation de cette température s'explique par l'augmentation du rapport RBP, car ce dernier est directement lié à la puissance de choc, autrement dit, plus la masse des billes augmente plus la puissance de choc va être importante, et pour cette même raison (augmentation de la masse des billes), on aura un espace insuffisant pour le déplacement des billes dans la jarre qui engendre une stabilité de la température.

Remarque : après l'analyse des graphes obtenus, nous remarquons que la température du contact bille-bille est toujours supérieure à celle du contact bille-poudre, car les billes ne sont pas amorties par la poudre ce qui va engendrer un choc plus important et ça résulte une élévation considérable de température.

Conclusion

Ce travail a été consacré à l'étude de l'effet des paramètres du broyage sur la température. Car l'augmentation de cette dernière pourrait faire fondre les matériaux à broyer, on se retrouve alors dans les méthodes classiques d'élaboration tel que la fusion-solidification, ce qui ne correspond pas à l'aspect de la mécanosynthèse.

En effet, cette étude consiste à faire varier quelques paramètres influençant sur la température tels que le rayon des billes et celui des jarres, la vitesse de rotation du plateau, la distance entre le centre de la jarre et celui du plateau, ainsi que le rapport masse bille /masse poudre.

Du fait qu'il existe des matériaux ductiles et fragiles, un choix judicieux de la température de broyage est nécessaire en mécanosynthèse. A ce titre, et à l'aide de nos calculs élaborés à partir des travaux de A.K Bhattacharya et E. Arzt. Nous sommes arrivés à des résultats par lesquels on pourrait recommander des plages de valeurs de ces variables afin d'obtenir un intervalle de température adéquat.



Références bibliographiques

- [1] R W Siegel, Nanostructured. Materials, 3, 1 (1993).
- [2] GX Liang, E Wang, ZM Li, ZC Li - Journal of Materials Science & Technology 11: 6 (1995), 398-402.
- [3] J. S. Benjamin, Metall. Trans. 1, 2943 (1970).
- [4] C.C. Koch, Mechanical Milling and Alloying in Materials Science and Technology, ed R.W Cahn, P Haasen, E J Kramer, p 193 (1991) .
- [6] N. T. Rochman, K. Kawamoto, H. Sueyoshi, Y. Nakamura and T. Nishida, J. Mater.
- [5] C.C. Koch, Mechanical Milling and Alloying in Materials Science and Technology, ed R W Cahn, P Haasen, E J Kramer, p 193 (1991).
- [7] H. Kimura, "Process design for solid state amorphization in high-energy ball milling", Sol. State Phen. 8-9 (1989), 47-60.
- [8] C.C. Koch, "Materials synthesis by mechanical alloying", Annu. Rev. Mater. Sci. 19 (1989), 121-143.
- [9] Y. Chen, "Contribution à la physique du procédé de mécanosynthèse", Thèse de l'Université d'Orsay : rapport CEA R-5620 (1992).
- [10] J. Eckert, L. Schultz and K. Urban, "Formation of quasicrystals by mechanical alloying", Appl. Phys. Lett. 55 (1988), 117-119.
- [11] H.J. Fecht, "Synthesis and properties of nanocrystalline metals and alloys prepared by mechanical attrition", Nanostruct. Mat. 1 (1992), 125-130.
- [12] L. Del Bianco, A. Hernando, E. Bonetti and E. Navarro, "Grain-boundary structure and magnetic behaviour in nanocrystalline ball-milled iron", Phys. Rev. B 56 (14) (1997), 8894-8901.
- [13] J.-P. Maury, Une histoire de la physique sans les équations, Vuibert, Paris, 2000 (p. 231).



- [14] FOURIER « Mémoire sur la propagation de la Chaleur dans les corps solides »; p. 112-116 in : Nouveau Bulletin des sciences par la Société philomathique de Paris, N°. 6, Paris, (Bernard), Mars 1808.
- [15] Pruitt, W. O., Morgan, D. L., and Lourence, F. J. 1973. “Momentum and mass“ transfers in the surface boundary layer”. Quart. J. Roy. Meteorol. Soc. 99: 370-386.
- [16] L. Boltzmann, “Lectures on Gas Theory” (traduit par S.G. Brush), (University California Press, Berkeley, 1964).
- [17] Max plank « Theory of Heat Radiation » (Théorie du rayonnement de la haleur),1901
- [18] P. GRUTER, D. CEPERLEY and F. LALOE, “Critical Temperature of Bose-instein condensation of hard sphere gases”, Phys. Rev. Lett. 79, 3549 (1997).
- [19] Sacadura J.-F., « Initiation aux transferts thermiques », Technique et documentation, Lavoisier, 1989.
- [20] Chevrier J.-C., « Transfert de chaleur par conduction », Ecole des Mines, Nancy, 1979.
- [21] Taine J., Petit J.-P., « Transferts thermiques, cours et données de base », Dunod,
- [22] J.W. Glen, The creep of polycrystalline ice, Proc. R. Soc. Lond. 228 (1955) 519–538.
- [23] Chevrier J.-C., « Transfert de chaleur par rayonnement », Ecole des Mines, Nancy, 1979.
- [24] M.Abdellaoui et E.Gaffet, “International Symposium on Metastable, Mechanically Alloyed and nanocrystalline Matériaux-European Meeting on disordering and Amorphization“ Grenoble-France,27 juin-1 juillet 1994.
- [25] A.K Bhattacharya and E. Arzt “TEMPERATURE RISE DURING MECHANICAL ALLOYING“scripta Metallurgica et Materialia,vol.27,pp.749-754,1992 printed in USA.

