

UNIVERSITE DE SAAD DAHLEB DE BLIDA

Faculté des Sciences de l'Ingénieur
Département d'Aéronautique

MEMOIRE DE MAGISTER

Spécialité : Aéronautique

ETUDE DE LA VARIATION DE LA TEMPERATURE EN MECANOSYNTHESE

Par

Djilali ZIDANE

Devant le jury composé de :

S. BOUKRAA	Professeur, U. de Blida	Président
S. BERGHEUL	Maître de Conférences, U. de Blida	Rapporteur
T. REZOUG	Maître de Conférences, U. de Blida	Co-rapporteur
M. AZZAZ	Professeur, U.S.T.H.B, Alger	Examineur
A. BENKHEDDA	Chargé de cours, U. de Blida	Examineur

Blida, Mai 2008

RESUME

La mécanosynthèse ou le broyage à haute énergie, est un procédé permettant d'agiter plus ou moins violemment une poudre et des billes contenues dans une enceinte étanche. Sous l'effet des collisions, les grains de poudre subissent alternativement des déformations plastiques, fractures et soudages les uns aux autres conduisant à la formation des matériaux nanométriques dans un état métastable.

Nous présentons dans cette étude, l'influence des paramètres de broyage sur la synthèse des matériaux dans un broyeur planétaire. La géométrie et le rapport des vitesses angulaires entre les jarres et le plateau jouent un rôle crucial d'une part, sur l'efficacité du broyage, d'autre part, sur l'aspect thermique.

Ce travail a pour objectif de compléter des études expérimentales par des études théoriques, notamment le calcul de la température de contact au point d'impact des billes, en présentant deux modèles mathématiques.

ABSTRACT

Mechanical alloying or high-energy ball milling is a process it enables to agitate more or less violently a powder and balls inside a pot in which a powder is colliding. Powder particles are alternatively subjected to plastics deformations, fragmentations, and cold welding resulting nanometric novel materials with a metastable state.

We present in this study, the influence of milling parameters on the synthesis of materials in the planetary mill whose geometry and ratio of the angular velocities of the planetary and the system wheel play on the one hand, a crucial role in the milling performance and on the other hand, in the heating aspect.

The objective of this work is to complete experimental studies by the theoretical ones, especially the calculation of the contact temperature of balls impact by showing two mathematical models.

ملخص

إن التركيب الميكانيكي أو السحق بطاقة عالية هي عملية تسمح بتحريك بدرجة أكثر أو أقل عنف بودة وكريات موضوعة في نطاق مسدود. و تحت تأثير الصدم، تتعرض حبيبات المسحوق بتناوب إلى تحولات بلاستيكية، ثم إلى كسور و ألتاملها ببعضها البعض، يؤدي إلى تكوين مواد دقيقة جدا في حدود النانومتر وهي في حالة شبه مستقرة. نحن بصدد تقديم في هذه الدراسة مدى تأثير عوامل السحق على تركيبة المواد في السحق الكوكبي التي تلعب فيه الهندسة و نسبة السرعة الدائرية بين الجرات و القاعدة من جهة دورا كبيرا في فعالية السحق، والحالة الحرارية من جهة أخرى.

هذا العمل يهدف إلى تكميل الدراسات التجريبية بالدراسات النظرية و خصوصا في حساب حرارة التلامس في نقطة تصادم الكريات و ذلك بتقديمنا نموذجين رياضيين.

REMERCIEMENTS

Je tiens à remercier très vivement Monsieur S.BERGHEUL, Maître de conférences au département d'aéronautique de l'université de Blida, pour sa disponibilité et ses conseils. Je souhaite également le remercier pour m'avoir laissé une grande liberté dans mon travail tout en me faisant bénéficier de ses connaissances dans le domaine de la mécanosynthèse.

Je tiens aussi à exprimer mes vifs remerciements à Monsieur T.REZOUG, Maître de conférences au département d'aéronautique de l'université de Blida, pour ses conseils et perspectives concernant mon travail.

J'adresse également mes sincères remerciements:

À Monsieur S. BOUKRAA, Professeur au département d'Aéronautique de l'Université de Blida, pour avoir accepté d'être président du jury.

À Monsieur M. AZZAZ, professeur à l'USTHB, Alger pour l'honneur qu'il m'a fait en acceptant de participer à ce jury.

À Mademoiselle A. BENKHEDDA, chargé de cours au département d'Aéronautique de l'Université de Blida, qui a bien voulu accepter, de participer au jury.

Je me dois aussi de remercier tous les enseignants ainsi que tout le personnel du département d'aéronautique.

A tous ceux qui ont contribué d'une manière directe ou indirecte, de près ou de loin, à la concrétisation de ce travail.

Djilali ZIDANE

LISTE DES ILLUSTRATIONS, GRAHIQUES ET TABLEAUX

Figure 1.1: Représentation des quatre types de matériaux à nanostructure.....	17
Figure 1.2: Schéma de principe du broyage à haute énergie : alternance de déformations plastiques, fractures, collages.....	22
Figure 1.3: Taille des grains de poudre d'aluminium, de nickel et de palladium purs en fonction du temps de broyage	23
Figure 1.4: Taille limite des grains de poudre de Al, Cu, Ni, Pd, Rh et Ir en fonction de la température de fusion	24
Figure 1.5: Evolution en fonction du temps de broyage, de la dureté Vickers du fer pur broyé dans un broyeur planétaire.....	25
Figure 1.6: Evolution en fonction de la dureté Vickers, de la taille des grains de poudre et du taux de déformations du fer pur broyé dans un broyeur planétaire	26
Figure 1.7: Vu d'ensemble du broyeur planétaire type « PM 400 » et mouvements de billes à l'intérieur de la jarre	28
Figure 1.8: Principe du broyeur planétaire avec son champ d'accélération	33
Figure 1.9: Puissance de broyage normalisée en fonction du rapport de fréquence ω/Ω , avec r/R comme paramètre.....	34
Figure 1.10: Température de la bille en fonction du temps de broyage dans le cas d'absence de poudre dans la jarre, pour 0.1 MPa d'argon et une charge de billes de 200 g/jarre.....	36
Figure 1.11: Comparaison de tracé de températures, enregistrées au cours de la mécanosynthèse de $Al_{70}Mg_{30}$ et la ligne de fond du sable à la place de la poudre.....	37
Figure 1.12: Courbes obtenues par la calorimétrie de scanner différentiel au taux de chaleur 20 K/mn pour différent temps de broyage.....	39
Figure.2.1: Modélisation cinématique d'un broyeur planétaire type « Fritsch pulverisette P5 »	45
Figure.2.2 : Géométrie du plateau et de la jarre	47
Figure 2.3: Décomposition de l'accélération absolue $\vec{\gamma}_a$ de la bille avant	

l'instant de décollage dans la base $(\vec{U}_\rho, \vec{u}_\rho)$	51
Figure 2.4 : Mouvement de la bille entre le point de décollage (supposée à $\theta = \frac{\pi}{2}$) et le point de collage	55
Figure 2.5 : Position de la bille pour avoir le second décollage	64
Figure 3.1: Variation de l'énergie d'activation suivant la direction X	71
Figure 3.2 : Diffusion de la surface, du joint de grain et du réseau cristallin en fonction de l'inverse de la température.....	73
Figure 3.3 : Diffusivité en fonction de la taille cristallite	74
Figure 3.4 : Variation de la concentration d'atome pour, (a) diffusion stable, et (b) diffusion après fracture des particules de poudre	75
Figure 3.5 : Schéma de la dynamique, fragmentation et de ressoudage des poudres lors du broyage	77
Figure 3.6 : Poudre entre deux billes durant le processus de mécanosynthèse	77
Figure 3.7 : Représentation schématique de la poudre compacte prise entre deux billes pendant la collision	78
Figure 3.8 : Représentation schématique de la poudre compacte.....	79
Figure 3.9 : Modèle du mur semi-infini	80
Figure 3.10 : Température d'un corps semi-infini en fonction de la distance spatiale.....	84
Figure 3.11 : Représentation des 3 cas sur une sphère infinie	86
Figure 3.12 : Assimilation de la bille à un corps semi-infini	87
Figure 3.13 : Assimilation de la poudre compacte à une plaque Plane à une dimension	88
Figure 3.14 : Assimilation du système à une source plane instantanée	90
Figure 4.1 : Broyeur planétaire type PM 400	92
Figure 4.2 : Mouvement de la bille à l'intérieur de la jarre	93
Figure 4.3 : Schéma de calcul de la température de broyage	96
Figure 4.4 : Température de contact bille-bille en fonction de sa vitesse de choc pour un tour de rotation du plateau du broyeur planétaire et pour des diamètres de billes :10 mm et 30 mm.....	98

Figure 4.5 : Températures de contacts bille-poudre Al et bille-poudre Ti en fonction de la vitesse de choc de la bille pour un tour de rotation du plateau du broyeur planétaire et pour diamètres de billes : d=10 mm et d=30 mm.....	99
Figure 4.6 : Températures de contacts bille-poudre Al et bille-poudre Ti en fonction de l'angle de rotation du plateau dans le broyeur planétaire et pour diamètres de billes : d=10 mm et d=30 mm.....	100
Figure 4.7: Température de contact de la bille en acier inoxydable en fonction de l'angle de rotation du plateau dans le broyeur planétaire pour les diamètres de billes : d=10 mm et d=30 mm.....	101
Figure 4.8: Températures de contacts des billes avec les poudres d'aluminium et de titane en fonction du rapport de rotation $\omega/\Omega = \pm 1.25$, pour un \varnothing bille 10 mm.....	102
Figure 4.9: Températures de contacts des billes avec les poudres d'aluminium et de titane et la vitesse de choc des billes, en fonction de la distance entre le centre du plateau et le centre de la jarre pour un rapport de vitesses de rotation, $\omega/\Omega=-1.25$ et un diamètre de billes, d = 10 mm.....	104
Figure 4.10: Températures de contacts des billes avec les poudres d'aluminium et de titane et la vitesse de choc des billes, en fonction de la distance entre le centre du plateau et le centre de la jarre pour un rapport de vitesses de rotation, $\omega/\Omega=+1.25$ et un diamètre de billes, d = 10 mm.....	105
Figure 4.11 : Vue d'ensemble des broyeurs planétaires à billes PM 100 et PM 200	106
Figure 4.12 : Températures de contacts des billes avec les poudres d'aluminium et de titane, et la vitesse de choc des billes, en fonction du rayon de la jarre pour un rapport de vitesses de rotation, $\omega/\Omega=-1.25$ et un diamètre de billes, d = 10 mm.....	107
Figure 4.13 : Températures de contacts des billes avec les poudres d'aluminium et de titane, et la vitesse de choc des billes, en fonction du rayon de la jarre pour un rapport de vitesses de rotation, $\omega/\Omega=+1.25$ et un diamètre de billes, d = 10 mm.....	108
Figure 4.14 : Température de contact en fonction du demi-épaisseur de la poudre compacte d'aluminium dans le broyeur pour diamètres de billes : d=10 mm, d=15 mm, d=20 mm et d=30 mm.....	110

Figure 4.15 : Température de contact en fonction du demi-épaisseur de la poudre compacte de titane dans le broyeur pour diamètres de billes : d=10 mm, d=15 mm, d=20 mm et d=30 mm.....	111
Tableau 1.1 : Caractéristiques de quatre types de broyeurs utilisés en mécanosynthèse	27
Tableau 4.1 : Propriétés thermophysiques des billes et des poudres.....	94
Tableau 4.2 : Les caractéristiques de performance des broyeurs planétaires à billes PM 100, PM 200 et PM 400.....	106

TABLES DES MATIERES

RESUME

REMERCIEMENTS

TABLE DES MATIÈRES

Liste des illustrations, figures et tableaux

INTRODUCTION	12
1. ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE	14
1.1 Introduction sur les nanomatériaux.....	14
1.2 Définition des nanomatériaux.....	14
1.3 Types de nanomatériaux.....	15
1.4 Classifications des nanomatériaux nanostructurés	17
1.5 Technique d'élaboration des nanomatériaux	19
1.6 Mécanosynthèse ou le broyage à haute énergie	21
1.7 L'effet thermique de la Mécanosynthèse	32
2. ANALYSE MATHÉMATIQUE DE LA MECANOSYNTHESE DANS LE BROYEUR PLANÉTAIRE.....	41
2.1 Introduction.....	41
2.2 Modélisation du broyeur planétaire	44
2.3 Vitesse absolue de la bille avant son décollage	47
2.4 Accélération absolue de la bille avant son décollage.....	49
2.5 Condition de décollage de la bille	49
2.6 Condition de non décollage	58
2.7 Évènement de décollage de la bille	58
2.8 Énergie cinétique de choc.....	60
2.9 Fréquence de choc	62

2.10 Puissance injectée de choc	64
2.11 Forces de collisions de la bille	65
3. DEVELOPPEMENT DE L'ASPECT THERMIQUE DU PROCESSUS DE MECANOSYNTHESE.....	67
3.1. Introduction.....	67
3.2. Diffusion dans la mécanosynthèse	68
3.3 Modèle et analyse	76
3.4 Température de contact pendant l'impact	78
3.5. Modélisation du processus thermique	80
3.5.1 Premier modèle (Bille assimilée à un corps semi infini).....	80
3.5.2 Deuxième modèle (la bille est un corps infini).....	84
3.6. Modélisation thermique en mécanosynthèse	86
3.6.1 Première approche (cas semi infini)	86
3.6.2 Deuxième approche (cas plaque plane).....	88
3.6.3 Troisième approche (cas source plane instantanée)	89
4. RESULTATS ET DISCUSSIONS	91
4.1 Introduction.....	91
4.2 Conditions de broyage	92
4.3 Programme de calcul	94
4.4 Influence de la position angulaire du plateau	97
4.5. Cas particulier $\theta = (0^\circ, 360^\circ)$	102
CONCLUSION	112
APPENDICE A.....	115
APPENDICE B.....	119
REFERENCES.....	120

INTRODUCTION

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, en raison de la taille nanométrique des cristallites et du volume important d'interface (jusqu'à 50 %), qui confèrent au matériau des propriétés physico-chimiques particulières et ouvrent des champs d'application nouvelles.

L'avènement des nanomatériaux constitue une innovation technologique. En aéronautique par exemple, les équipements de génie électrique et magnétique à base de nanomatériaux, en plus de leurs grandes performances, possèdent un volume et un poids très réduits. C'est un facteur déterminant dans le choix des équipements embarqués.

De nombreuses méthodes d'élaboration de ces matériaux se sont développées et parmi celle-ci la mécanosynthèse ou le broyage à haute énergie. Elle permet d'envisager une production à l'échelle industrielle en raison de son faible coût de mise en œuvre et la facilité avec laquelle on peut élaborer de grandes quantités de matériaux. Cette technique d'élaboration constitue aujourd'hui un des modes d'élaboration d'alliage amorphe de composés intermétalliques ainsi que certains systèmes difficiles à aboutir par des méthodes classiques telle que la fusion-solidification.

Notre étude est basée sur le calcul des différentes valeurs de températures des paramètres de broyage en tenant compte des propriétés thermophysiques des billes en acier dur inoxydable et de la poudre utilisée, on peut citer : la masse volumique, la conductivité thermique et la chaleur spécifique. La poudre utilisée pour le calcul de ces températures est l'aluminium et le titane utilisés en aéronautique.

Le chapitre 1 présente une revue bibliographique des connaissances actuelles sur les nanomatériaux, leurs propriétés et leurs modes d'élaboration, plus précisément la

mécanosynthèse. La seconde partie du chapitre 1 porte sur l'évolution des connaissances de la température de broyage à l'intérieur de la jarre par utilisation de moyens électroniques de détection et d'enregistrement.

Le chapitre 2 est consacré au traitement mathématique dans le broyeur planétaire, en particulier l'étude cinématique du mouvement de la bille à l'intérieur de la jarre. Les paramètres de broyage jouent un rôle important dans la détermination des conditions de décollage et d'impact de la bille. Le même chapitre présente aussi, le rôle des composantes de la vitesse de la bille à l'instant d'impact sur la paroi de la jarre là où il y'a création d'une force tangentielle conduisant à un transfert effectif de l'énergie d'impact vers la charge de poudre synthétisée.

Dans le chapitre 3, nous étudions le phénomène de diffusion dans le processus de mécanosynthèse et qui admet en général deux facteurs importants, qui sont l'énergie d'activation liée à la formation des défauts de particules de poudre en broyage et la taille nanocristalline. La seconde partie du chapitre 3 porte sur l'intérêt des aspects thermiques rencontrés dans le processus de mécanosynthèse, ceci est modélisé en utilisant deux modèles mathématiques permettant de décrire le phénomène de l'augmentation de la température ainsi que le calcul de la température de contact au point d'impact des billes.

Le chapitre 4 traite les résultats obtenus et des courbes tracées avec commentaires.

Une conclusion générale résume les résultats obtenus.

CHAPITRE 1

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

1. Nanomatériaux

1.1 Introduction

Les propriétés des matériaux cristallins métalliques ou céramiques, varient très fréquemment selon la taille des grains. Ces variations ont été longtemps limitées par les technologies d'élaboration des matériaux dont les tailles de grains 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 les nanoparticules, films minces et multicouches, poudres nanostructurées (particules microniques constituées de grains nanométriques), clusters dispersés dans une matrice, etc.....

1.2 Définition des nanomatériaux

Les nanomatériaux sont des matériaux composés en tout ou partie de nano-objet, c'est-à-dire de particules ou structures dont la taille se mesure en nanomètres qui améliorent leurs performances et/ou leurs confèrent des propriétés et fonction nouvelles.

En diminuant la taille de ces grains à une centaine de nanomètres, on obtient des matériaux qui sont plus légers et qui ont de meilleures propriétés (mécanique, optique, électrique et magnétique) ou différentes de celles des matériaux classiques à grains micrométriques. Les nano-grains sont plus résistants, car ils n'ont pas de défauts présents

dans les grains des matériaux traditionnels ; ils sont en outre plus malléables : en effet, quand on déforme le métal, les nano-grains glissent plus facilement les uns par rapport aux autres.

Ces propriétés nouvelles des nanomatériaux apparaissent grâce à trois effets principaux :

Le premier est l'effet de confinement lié à la faible taille des « briques » élémentaires. La modification de la structure électronique des matériaux et semi-conducteurs est l'exemple le plus connu, mais des effets classiques peuvent aussi se manifester.

Le second est la multiplication des surfaces et interfaces et des propriétés qui leur sont liées, comme une grande mobilité atomique, par exemple.

Le troisième est l'intensification des interactions entre composants lorsque l'échelle du mélange devient plus intime.

Les nano-objets peuvent se présenter sous forme de particules, fibres ou tubes (on parle de charges ou renforts), de couches minces ou de constituants structuraux.

1.3 Types de nanomatériaux

Les nanomatériaux peuvent être regroupés selon 3 familles de produit :

1.3.1 Les nano-charges et 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 à l'exemple des produits cosmétiques, 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 :

- Les fumées de silice dans le béton, pour améliorer sa fluidité et ses propriétés mécaniques ;
- 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.

1.3.2 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 de:

- Aspect ;
- Dureté ;
- Adhérence (tribologie) ;
- 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.

1.3.3 Les matériaux nanostructurés 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.).

1.4 Classifications des nanomatériaux nanostructurés

Les matériaux nanostructurés peuvent être classés selon différents critères : la dimensionnalité apparaît dans la littérature comme le critère le plus pertinent. Ainsi, la figure 1.1 représente une classification des nanomatériaux proposée par Siegel [1] :

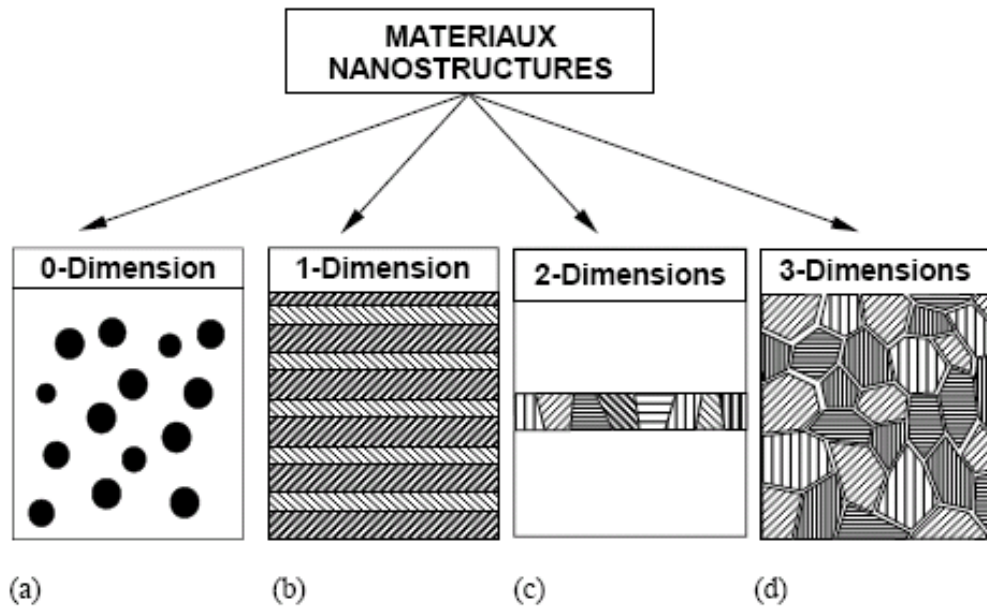


Figure 1.1 : Représentation des quatre types de matériaux à nanostructure, d'après R.W. Siegel [1].

- (a) nanoparticules ou amas d'atomes ($\sim 10^6$ atomes).
- (b) multicouches constituées de couche d'épaisseur nanométrique.
- (c) couches simples nanostructurées.
- (d) matériaux nanocristallins ou nanostructurés à 3D

1.4.1 Amas d'atomes ou nanoparticules de dimensionnalité nulle

Les amas ou clusters d'atomes sont de petites particules isolées contenant moins de 104 atomes ou molécules diluées dans une matrice solide ou en suspension dans un liquide (ferrofluides). L'un des intérêts de ces clusters est l'importance scientifique de leurs propriétés physiques et chimiques mais également dans la réalisation de matériaux selon le concept de « Bottom-up ». Leur étude permet ainsi d'explorer la transition progressive des systèmes atomiques ou moléculaires vers la matière condensée. En effet, les clusters sont stables

thermodynamiquement et fournissent un système unique pour la compréhension des mécanismes tels que la nucléation, l'adsorption ou les transitions de phases.

Par ailleurs, les nanoparticules de dimensionnalité nulle sont des systèmes plus importants, composés d'environ 106 atomes. Comme pour les amas, les nano-particules sont généralement synthétisées à partir de la phase vapeur par un nombre important de techniques physiques à l'instar, de la méthode de condensation de gaz inerte.

1.4.2 Les couches multiples et les couches simples nanostructurées de une ou deux dimensions

Un matériau nanostructuré à 1D est constitué d'empilements de couches monocristallines ou d'alliages homogènes d'épaisseur nanométrique tandis qu'une nanostructure à 2D est constituée d'une monocouche polycristalline d'épaisseur nanométrique. Il est important de noter qu'une couche nanométrique aura un comportement quasi bidimensionnel et ses propriétés seront étroitement liées à la nature du substrat et à l'interface (phénomène de mismatch). Pour des matériaux multicouches composés de couches successives présentant aux interfaces un arrangement parfait de couches successives, on parle de super-réseaux. Généralement les multicouches possèdent des interfaces dont la structure et la composition chimique peuvent différer de celles des couches individuelles. De plus, la faible distance entre deux interfaces successives entraîne une perturbation de la majorité des propriétés physiques. Ce type de matériaux présente une grande densité d'interface (1025 m^{-3} pour des grains de 10 nm de diamètre).

Les principales méthodologies utilisées pour la préparation des couches sont extrêmement nombreuses et bien connues et requièrent des conditions d'ultra vide. En pratique, on peut distinguer deux grandes familles de méthodes, d'abord celles qui font appel à un gaz porteur pour déplacer le matériau à déposer d'un récipient au substrat. Elles s'apparentent aux techniques de diffusion utilisées dans la fabrication des composants actifs.

1.4.3 Les matériaux nanostructurés ou nanocristallins tridimensionnels

Les matériaux nanostructurés sont constitués de grains mono ou polyphasés dont la taille est inférieure à $\sim 50 \text{ nm}$. Ces matériaux sont composés essentiellement de deux grandes parties, une phase cristallisée et une phase interfaciale avec un arrangement désordonné communément appelé joint de grain. A cause de la taille des grains une large fraction d'atomes

dans ces matériaux est localisée à l'interface. Cette fraction volumique d'atome est donnée par la formule [2]:

$$V_g = 3e / d \quad (1.1)$$

Où :

e : épaisseur effective moyenne de la zone d'influence du joint de grain

d : taille moyenne des grains.

Pour une épaisseur moyenne du joint de grain $e \approx 1$ nm, ainsi que pour une taille du grain égale à 10 nm, la fraction volumique V_g sera d'environ 30%. On distingue généralement une épaisseur de zone intergranulaire variable. Le matériau présente alors une amélioration simultanée des propriétés physiques et mécaniques, par comparaison à celles du matériau massif.

1.5 Technique d'élaboration des nanomatériaux

L'élaboration de ces matériaux à nanograins repose sur des voies d'élaboration extrêmement variées. Parmi ces modes de synthèse, nous pouvons citer la méthode de chimie douce (sol-gel, précipitation), de consolidation des clusters d'atomes ou le traitement thermique d'une phase métastable, la dévitrification partielle d'une phase métallique amorphe, la mécanosynthèse utilisée sur des alliages intermétalliques.

1.5.1 Technique d'élaboration par voie physique

L'élaboration des nano-particules (amas) peut être réalisée à partir d'une phase vapeur. Cette phase est extraite d'un matériau source par chauffage (fusion en creuset ou sans creuset), par bombardement (faisceau d'électrons, pyrolyse laser). Dans la plupart des cas, la vapeur du solide que l'on souhaite former est refroidie par collisions avec un gaz neutre et devient donc fortement sursaturante (condensation en gaz inerte). Le matériau est collecté le plus rapidement possible sur une paroi froide, de façon à éviter la croissance ou la coalescence des amas. Souvent, l'appareil d'élaboration dispose d'un sas réunissant la chambre de collecte des poudres et le dispositif de compaction afin d'éviter toute pollution atmosphérique. Les poudres nanométriques sont en effet très réactives ; elles peuvent même dans certains cas être pyrophoriques.

Une autre voie d'obtention de nano-poudres consiste à utiliser l'action de micro-ondes sur des poudres de taille millimétrique. Cette technique a comme avantages d'être non polluante et adaptée à une production en continu de poudres de toute nature.

1.5.2 Technique d'élaboration par voie chimique

Sont listées ci-dessous quelques techniques de fabrication par voie chimique couramment utilisées.

➤ **Les réactions en phase vapeur**

Les matériaux précurseurs vaporisés sont introduits dans un réacteur CVD (Chemical Vapor Deposition) dans lequel les molécules de précurseurs sont adsorbées à la surface d'un substrat maintenu à une température adaptée. Les molécules adsorbées sont soit décomposées thermiquement, soit elles réagissent avec d'autres gaz ou vapeurs pour former un film solide sur le substrat.

➤ **Les réactions en milieu liquide**

La synthèse en milieu liquide est le plus souvent effectuée à partir d'une solution aqueuse ou organique contenant les réactants. La précipitation des nanoparticules est obtenue par une modification des conditions de l'équilibre physico-chimique. Sont distinguées :

- La co-précipitation chimique, technique facile à mettre en oeuvre et la plus utilisée pour des productions industrielles à fort volume de matériaux de base bon marché,
- L'hydrolyse permettant de produire des particules fines, sphériques avec une pureté chimique améliorée, une meilleure homogénéité chimique et un contrôle de la taille des particules.

➤ **Les techniques sol-gel**

Les techniques sol-gel permettent de produire des nanomatériaux à partir de solutions d'alkoxydes ou de solutions colloïdales. Elles sont basées sur des réactions de polymérisation inorganiques.

L'intérêt du procédé sol-gel réside dans la possibilité de contrôler l'homogénéité et la nanostructure au cours des premières étapes de fabrication.

Cette technique permet la production de pièces massives mais aussi de dépôts superficiels sur des plaques ou des fibres. Elle est également utilisée pour la production de composites fibreux.

1.6 Mécanosynthèse ou le broyage à haute énergie

1.6.1 Introduction

Contrairement au broyage classique utilisé depuis la préhistoire pour réduire en poudre les matériaux, le broyage à haute énergie permet de synthétiser, à température ambiante, des matériaux organisés à l'échelle nanométrique, difficiles, voire impossibles à obtenir par des méthodes classiques telles que la fusion-solidification. Cette nouvelle méthode de synthèse a été développée par J. Benjamin 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 [3]. A partir des années 80, le broyage à haute énergie connaît un véritable essor. On découvre en effet qu'il permet de synthétiser toutes sortes de matériaux : des alliages amorphes [4,5], des solutions solides sursaturées à partir d'éléments immiscibles à l'équilibre thermodynamique, des composés quasicristallins [6,7], des alliages métalliques désordonnés [8].

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

1.6.2 Principe

La mécanosynthèse ou 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, 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 (figure 1.2). Ces trois phénomènes sont à l'origine de l'obtention d'une structure nanocristalline.

Cette technique, découverte au début des années 1970, a permis par des chocs successifs créés à l'intérieur des broyeurs du type « Planétaire », « Attriteur » ou « Horizontal » d'obtenir des poudres constituées des matériaux composites souhaités.

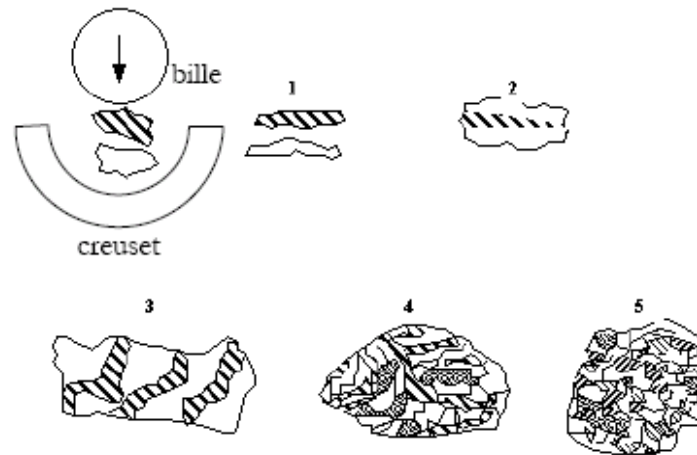


Figure 1.2 : Schéma de principe du broyage à haute énergie : alternance de déformations plastiques, fractures, collages [9].

Il est admis, qu'en mécanosynthèse quatre éléments sont nécessaires pour l'élaboration des nanomatériaux, à savoir :

- Des poudres élémentaires ou pré-alliées constituant le produit à élaborer ;
- Un moyen de choc : des billes ou des barreaux suivant la technique adoptée ;
- Un type de mouvement permettant des chocs successifs : chocs aléatoires par des palettes (cas des « Attriteur ») ou mouvement de collage-décollage (cas des broyeurs planétaires, broyeurs horizontaux et vibratoires) ;
- Un conteneur, dans lequel se fait la mécanosynthèse, est constitué de :
 - a) Jarres dans le cas des broyeurs planétaires ;
 - b) Cylindres dans le cas des broyeurs horizontaux ;
 - c) Cellules dans le cas des broyeurs vibratoires 1D type « spex ».

La poudre subit donc, au cours du broyage, de sévères déformations plastiques qui engendrent la formation de nombreux défauts ponctuels (lacunes, interstitiels...), ainsi que des bandes de cisaillement constituées de réseaux de dislocations. Les dislocations se réorganisent en parois par annihilation et recombinaison pour former des sous-joints, et des sous-grains

[10,11]. On parle alors de polygonisation des grains. Comme le montre la figure 1.3, on remarque qu'au fur et à mesure de l'augmentation du temps de broyage, la taille des grains a tendance à diminuer.

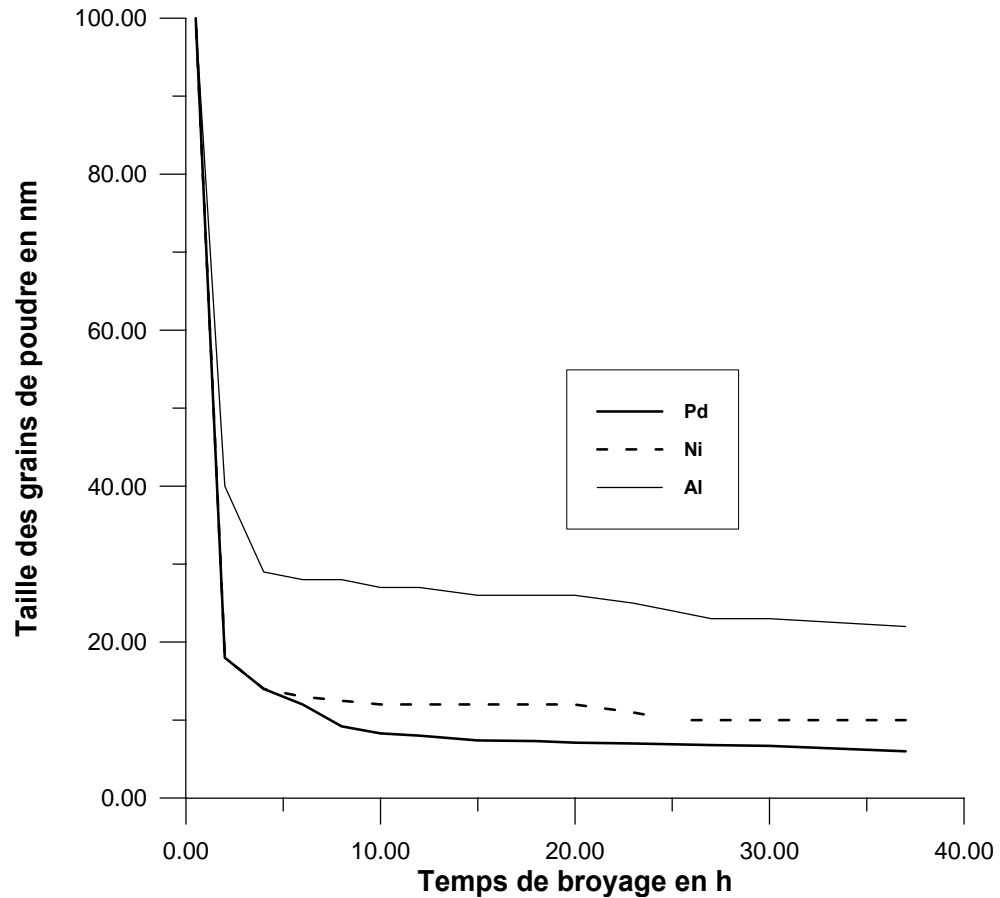


Figure 1.3 : Taille des grains de poudre d'aluminium, de nickel et de palladium purs en fonction du temps de broyage [12].

De même en mécanosynthèse, la contrainte minimale σ_p nécessaire pour déformer plastiquement un matériau peut s'écrire selon la loi de Hall-Petch [13] :

$$\sigma_p = \sigma_0 + \frac{k_0}{\sqrt{d}} \quad (1.2)$$

Où :

σ_0 : Limite d'élasticité du monocristal, N/m^2 ;

k_0 : Coefficient qui dépend du matériau;

d : Diamètre du grain, nm.

Lors du broyage, la contrainte de déformation plastique σ_p augmente au fur et à mesure de la diminution de la taille du grain d . Lorsque σ_p devient supérieure à la contrainte appliquée lors des chocs, cette dernière est alors insuffisante pour plastifier le matériau : la taille des sous-grains atteint alors une valeur limite, comprise usuellement entre 6 et 30 nm (figure 1.3). Cette valeur limite dépend aussi de la nature du matériau broyé [14].

Une autre particularité de la mécanosynthèse, pour les métaux purs, on observe que la taille des grains est une fonction monotone de la température de fusion (figure 1.4) [12].

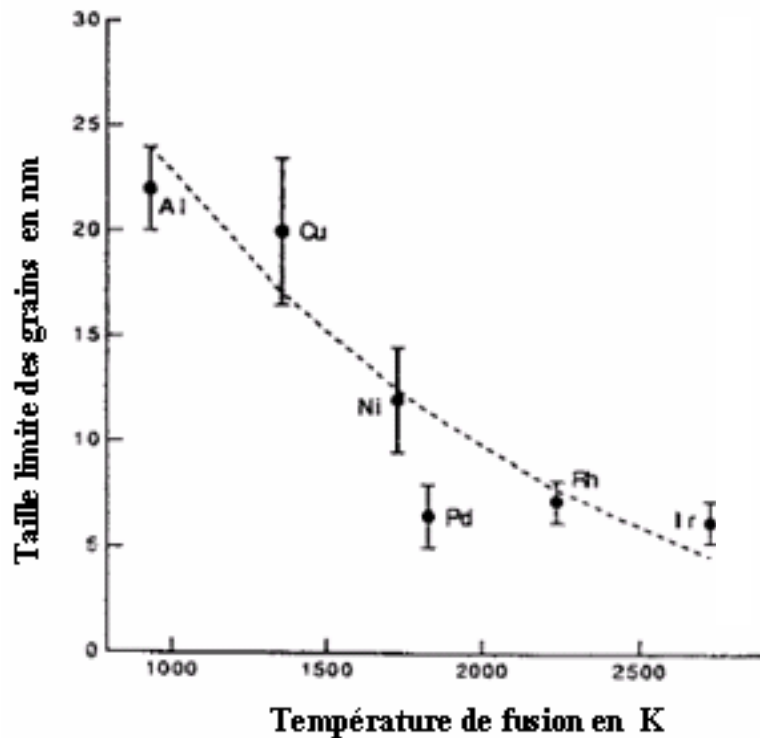


Figure 1.4 : Taille limite des grains de poudre de Al, Cu, Ni, Pd, Rh et Ir en fonction de la température de fusion [12].

Sous broyage, le taux de déformation plastique augmente énormément, ce qui entraîne, d'une part, une augmentation considérable de la dureté du matériau avec le temps de broyage (figure 1.5) [15,16]. D'autre part, on constate un stockage important d'énergie (de l'ordre de 1 à quelques dizaines de kJ/mole), qui ne pourra être libérée que lors de recuits post-broyage [17].

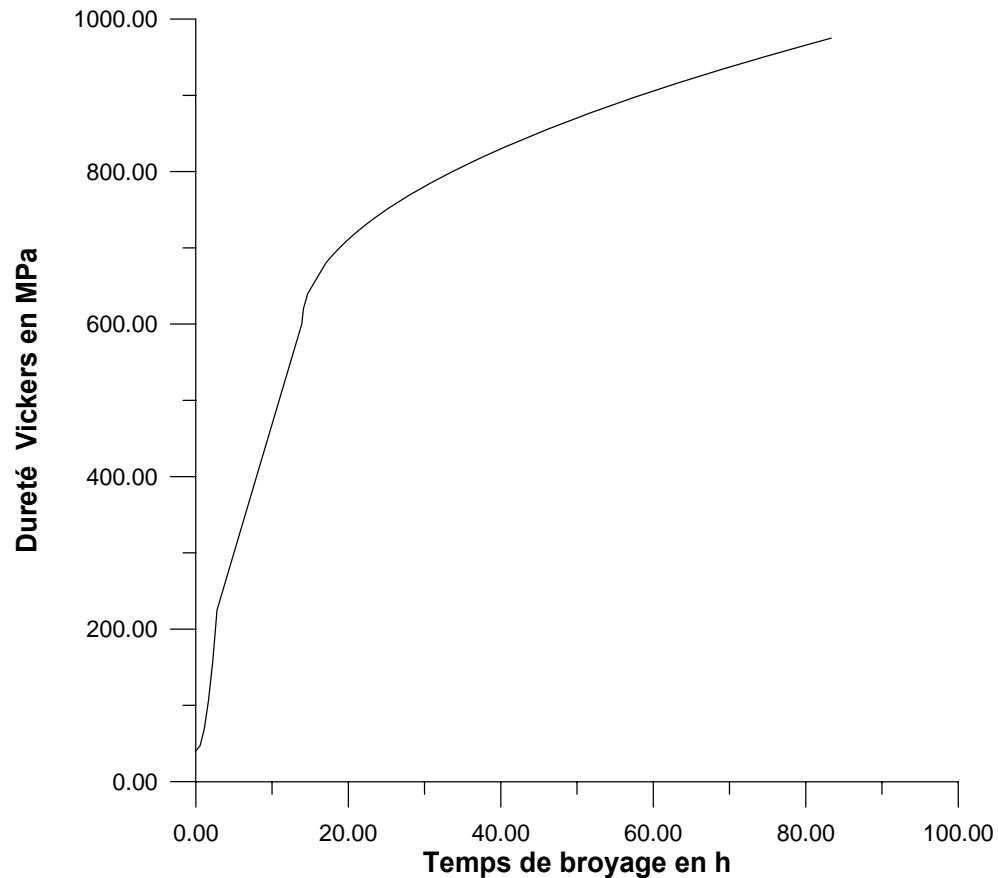


Figure 1.5 : Evolution en fonction du temps de broyage, de la dureté Vickers du fer pur broyé dans un broyeur planétaire [15].

Lorsque la taille limite de grains est atteinte, le taux de déformation diminue légèrement du fait des recombinaisons des dislocations lors de la phase de désorientation des (sous)-grains les uns par rapport aux autres, puis se stabilise (figure 1.6)[15,18, 19].

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, concentration d'éléments en solution, 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 [20,21].

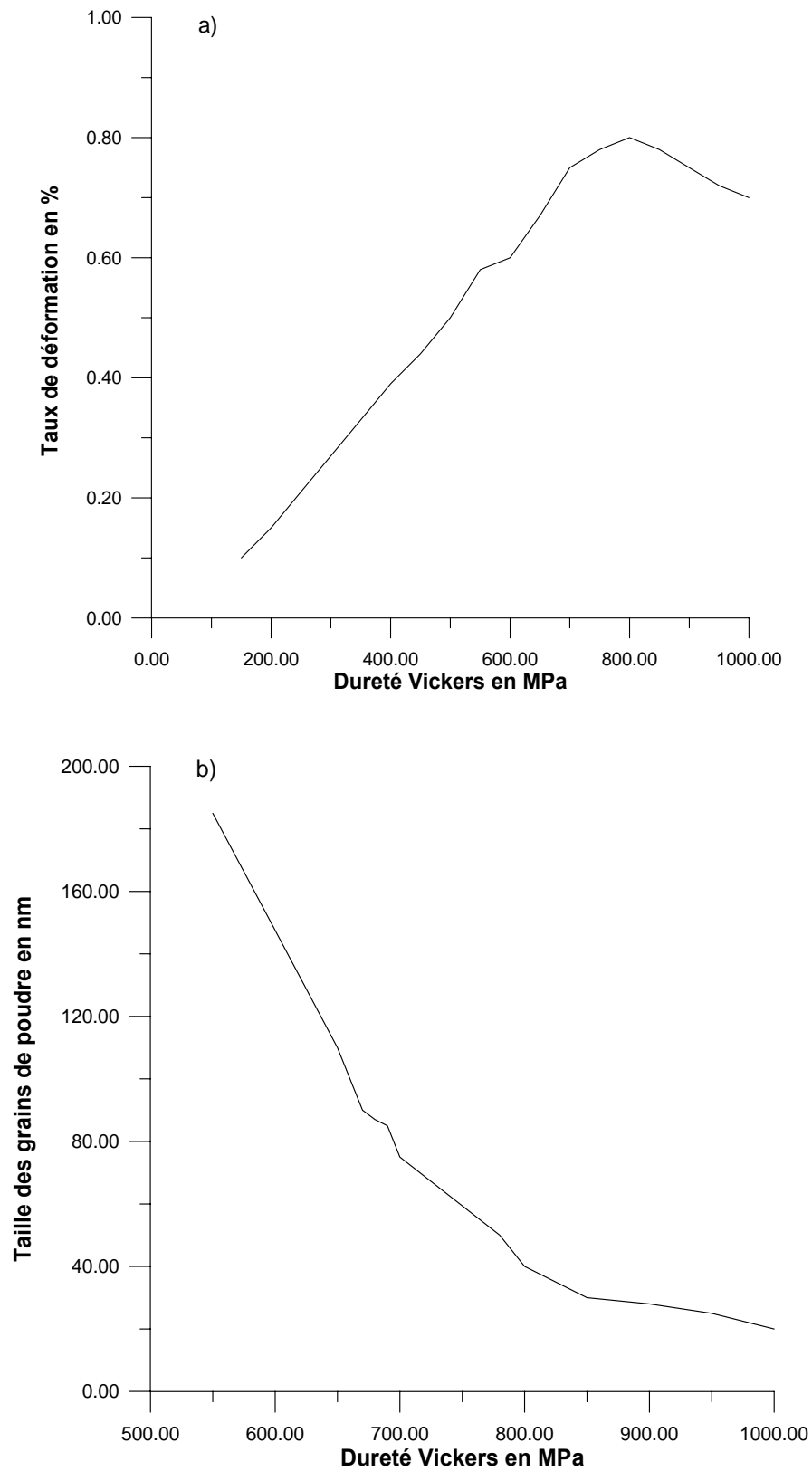


Figure 1.6 : Evolution en fonction de la dureté Vickers, de la taille des grains de poudre et du taux de déformations du fer pur broyé dans un broyeur planétaire [15].

1.6.3 Type de broyeur

Il existe 04 types de broyeurs utilisés dans le procès de mécanosynthèse : broyeur type Attriteur, broyeur vibratoire, broyeur horizontal et le broyeur planétaire.

Tableau 1.1 : Caractéristiques de quatre types de broyeurs utilisés en mécanosynthèse.

	Attriteur	Broyeur planétaire	Broyeur vibrant	
			Pulverisette 0	Spex
Nombre de billes	> 1000	5 ~ 12	1	4 ~ 10
Diamètre de billes (mm)	2 ~ 10	10 ~ 20	20 ~ 70	~ 10
Mouvement des billes	Roulement	Roulement / choc	Choc	Choc
Vitesse des billes (m/s)	0 ~ 0.8	2.5 ~ 4	0.14 ~ 0.24	<3.9
Energie cinétique (10^{-2} J/bille)	< 1	1 ~ 40	0.3 ~ 3	< 12
Fréquence de choc	> 1000	~ 100	15 ~ 50	200
Puissance (W/g/bille)	< 0.001	0.01 ~ 0.8	0.005 ~ 0.14	< 0.24
T moyenne de jarre (°C)	150	50 ~ 120	< 35	60
ΔT microscopique maximum (°C)	< 1	287	< 1	170
T maximum de la jarre (°C)	150	300	35	230
Atmosphère	gaz	gaz	Gaz ou vide	Gaz

Le tableau ci-dessus, extrait d'un article de Chen et al. [22], permet de visualiser rapidement les caractéristiques des différents types de broyeurs.

Concernant notre travail, les études expérimentale et théorique ont été menées sur un broyeur planétaire type « PM400 » (voir figure 1.7).

a)



b)

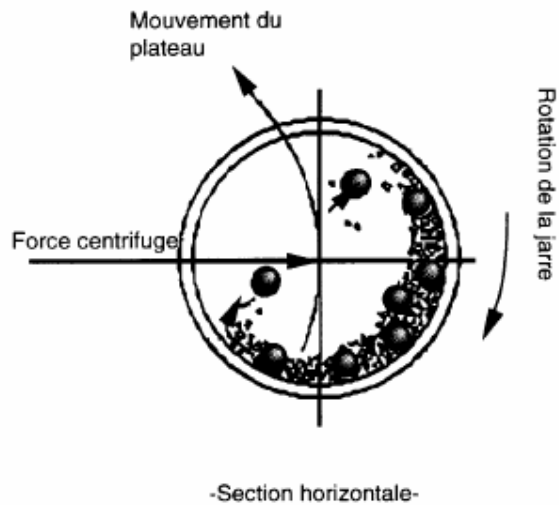


Figure 1.7 : a) Vu d'ensemble du broyeur planétaire type « PM 400 ».
b) Mouvements de billes à l'intérieur de la jarre [23].

Les jarres sont fixées sur des satellites tournants, lesquels sont montés sur un plateau tournant lui aussi. Les vitesses de rotation des satellites et du plateau sont mécaniquement couplées tel que :

$$\omega_v = -1.25\Omega_p \quad (1.3)$$

Où :

ω_v : La vitesse de rotation des jarres ;

Ω_p : La vitesse de rotation du plateau ;

La valeur du diamètre du plateau est 244.4 mm [24,25] et la valeur du diamètre de la jarre est 64.4 mm [24,25].

1.6.4 Paramètres de broyages

La mécanosynthèse comme tout procédé physique possède des paramètres et des facteurs influençant, au cours du broyage, sur la nature et l'état du produit obtenu. Cependant, on peut distinguer des paramètres relatifs au broyage lui-même, d'autres relatifs au broyeur et aux poudres utilisées.

En ce qui concerne le broyeur, on parlera des matériaux constituant les containers ainsi que les billes en insistant sur :

- La dureté qui va implicitement affecter la puissance de choc comme facteur d'efficacité. Il faut toutefois noter qu'un matériau très dur est efficace en terme de transfert de choc, mais s'abrase très rapidement. Ce phénomène peut entraîner une contamination très importante ;
- Le rapport masse des billes / masse de poudre qui est explicitement relié à la fréquence de choc ;
- La masse des billes qui joue sur la puissance de choc ;
- La vitesse de rotation des plateaux et jarres.

Pour ce qui est de la nature de la poudre, on soulignera :

- La nature des poudres utilisées au départ du broyage. L'état initial de la poudre n'aura pas d'effet sur la nature du régime stationnaire, par contre un effet important sera à noter sur les régimes transitoires ;

- La dureté relative de la poudre par rapport à celle des billes et des parois du conteneur qui va affecter la taille finale des cristallites.

Pour ce qui concerne le broyage en lui-même, il faut définir le type du broyeur utilisé, aussi il faut noter l'effet de la nature des gaz qui est non négligeable et ce même pour des gaz de composition très proches ou réputés neutres par rapport au produit broyé, sans oublier le facteur température.

1.6.5 Influence de l'intensité de broyage

M. Abdellaoui et al [26] ont proposé comme grandeur représentative d'une intensité de broyage, la puissance injectée P qui s'exprime en W/g:

$$P = \frac{E_0 f}{m_p} \quad \text{avec} \quad E_0 = \frac{1}{2} M_b V_{\max}^2, \quad (1.4)$$

Où :

f : fréquence, Hz ;

E_0 : énergie d'impact, J ;

M_b : masse de la bille, kg ;

m_p : masse de la poudre, kg ;

V_{\max} : la vitesse de choc de la bille, m/s.

Avec f et V_{\max} qui dépendent des vitesses de rotation de l'enceinte Ω et du disque ω , ainsi que de leurs rayons respectifs.

1.6.6 Influence de la température

Les températures atteintes dans la jarre de broyage peuvent passer à 100 °C voir à 350 °C au-dessus de la température ambiante d'après ce qu'a observé C.C Koch [27], or pour l'instant on n'a aucune idée de la température locale d'un grain de poudre au cours d'un impact.

Neanmoins, il faut préciser l'existence de deux températures bien distinctes qui sont la température locale au niveau du grain et la température moyenne du système.

➤ **Température locale**

Cette température est difficile à mesurer directement en raison de son caractère microscopique. Elle est fonction de l'énergie cinétique des billes de broyage.

Malgré tout, certains auteurs ont essayé d'en déterminer des valeurs aussi précises que possible directement par des mesures d'infrarouges, soit indirectement en utilisant la connaissance des températures des transformations de phase ou des coefficients de diffusion.

On peut citer le modèle élaboré par A.K.Bhattacharya et E.Arzt [28], qui prend en compte l'augmentation de la température d'une particule après l'impact entre deux billes, ainsi que la dissipation thermique entre deux chocs successifs.

➤ **Température moyenne**

Excepté pour les broyeurs opérant avec une seule bille, la majeure partie de l'énergie consommée dans le dispositif est transformée en chaleur par friction des billes entre elles ou avec la paroi de la jarre. De ce fait, la température moyenne augmente et devrait pouvoir être modélisée.

La nature des composés obtenus après broyage peut être modifiée en fixant la température du système. L'élévation volontaire de la température des jarres évite dans certains cas l'amorphisation de poudre alors que sa diminution permet de contrôler la cinétique de formation des composés.

1.6.7 Influence de l'atmosphère de broyage

La plupart des études de mécanosynthèse sont effectuées sous argon ou plus rarement sous vide, du fait de la haute réactivité des poudres à l'oxygène. Néanmoins, en travaillant sous d'autres types d'atmosphère, un broyage réactif (ou mécano-chimique) peut être réalisé, conduisant à la formation de composés spécifiques.

Il semble que l'argon soit un bon environnement pour un broyage ou une atmosphère propre est nécessaire alors que l'hélium est utilisé dans le cas très précis ou un échange thermique particulier est essentiel. En revanche, en présence d'azote, la mécanosynthèse peut devenir réactive ou limiter l'amorphisation.

1.6.8 Influence de la charge

Le rapport de masse entre les billes et les matériaux à broyer est l'un des paramètres essentiels influent sur le nombre de collision des billes et des grains de matière.

1.7 L'effet thermique de la Mécanosynthèse

En mécanosynthèse, la température est nécessaire pour provoquer une diffusion, néanmoins cette dernière ne doit pas être très importante sinon il y'a risque de fusion, c'est le cas des méthodes classiques (fusion-Solidification).

L'influence des paramètres de broyage dans le broyeur planétaire, en particulier sa géométrie, le rapport de fréquence de rotation de la jarre et du plateau, et la puissance de choc, jouent un rôle important dans la synthèse des matériaux et l'augmentation de la température. Afin de déterminer la température de broyage au cours du processus de la mécanosynthèse, plusieurs modèles théoriques ont été utilisés pour évaluer cette température [29,30]. L'écoulement du nitrogène liquide et l'échauffement électrique sont des méthodes usuelles pour diminuer ou augmenter la température dans la jarre [31,32]. La température est généralement surveillée au moyen des thermocouples insérés aux parois de la jarre où l'augmentation de la température est due essentiellement aux collisions bille-bille et bille-paroi de la jarre.

J. Schilz et al [33] ont étudié l'évolution des mécanismes de formation dans un broyeur planétaire des alliages thermoélectriques semiconducteurs Si-Ge, Mg₂Si et Mg₂(Si,Sn). D'un point de vue macroscopique, ils estiment que la géométrie du broyeur et le rapport des vitesses angulaires entre les jarres et la plate-forme jouent un rôle crucial sur l'efficacité du broyage. Ils ont montré que la puissance de choc des billes en broyage est un paramètre important pour la synthèse des matériaux, elle permet une augmentation de la température dans les jarres, l'élaboration des alliages en poudre peut être ainsi achevée avec un minimum d'énergie. Ils ont trouvé aussi que les broyeurs planétaires sont plus avantageux par leur grande accélération du plateau qui offre une intensité importante de collision des billes.

Les auteurs [33] proposent un schéma (figure 1.8) d'un broyeur planétaire qui fonctionne dans un champ d'accélération. Ce dernier engendre les composantes suivantes:

- a_{cf} : Accélération dans la jarre ;
- a_{cF} : Accélération dans le plateau ;
- a_c : Accélération de Coriolis.

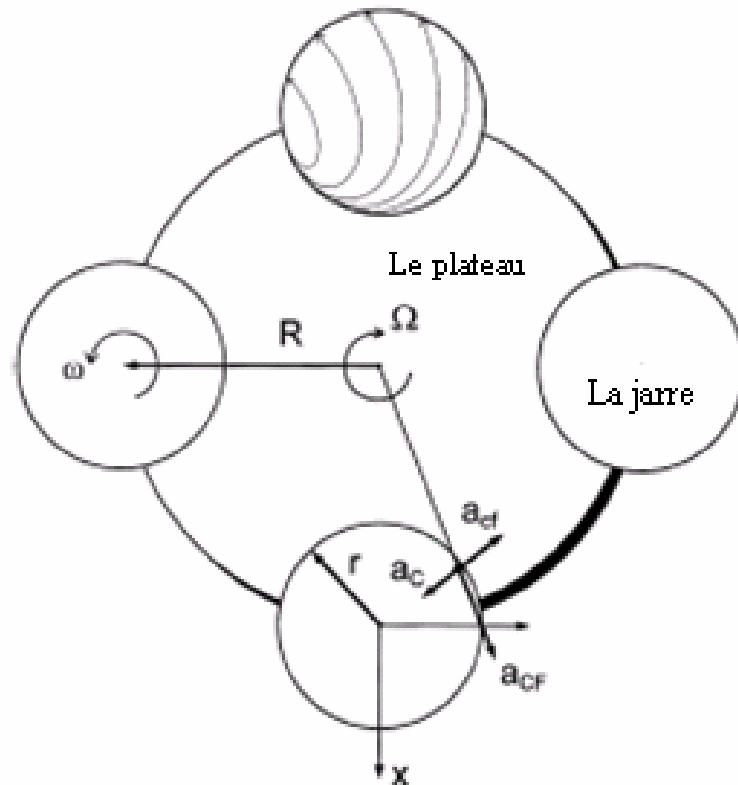


Figure 1.8 : Principe du broyeur planétaire avec son champ d'accélération [33].

Le plateau et les jarres sont en mouvement avec un rapport de fréquence ω/Ω .

Où :

Ω : Vitesse de rotation du plateau ;

ω : Vitesse angulaire des jarres.

Le même rapport de fréquence peut être aussi défini par le rapport r/R .

Où :

r : Rayon de la jarre ;

R : Distance entre le centre du plateau à celui de la jarre.

Ces conditions favorisent des mouvements de décollage des billes avec une grande énergie d'impact.

La même équipe [33] a établi des courbes normalisées de la puissance de broyage en fonction du rapport de fréquence où le rapport r/R est pris comme paramètre variable. A ce stade, les auteurs ont remarqué que les billes n'ont aucune influence entre elles. Chacune est entraînée par la rotation sans roulement ou sans glissement (condition de non-glissement) par rapport à la position où la bille est éjectée.

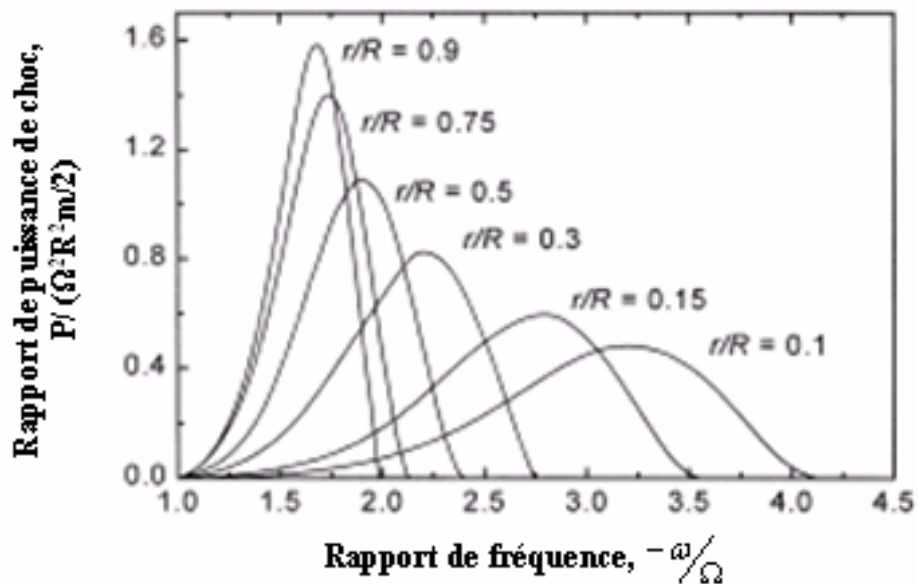


Figure 1.9 : Puissance de broyage normalisée en fonction du rapport de fréquence ω/Ω , avec r/R comme paramètre [33].

Ils ont aussi constaté, d'après la figure 1.9, qu'il y'a moins de choc lors d'une diminution du rapport r/R , ceci est normal puisque l'énergie potentielle de la bille devient petite en diminuant le rayon de la jarre. Les auteurs ont conclu que les broyeurs planétaires ont :

- Des valeurs géométriques typiques r/R comprises entre 0.1 et 0.3 ;

- Des valeurs des rapports de fréquences optimales comprises entre -3.3 et -2.2 (le signe (-) signifie le sens inverse de rotation de la jarre).

Aussi, ces auteurs ont conclu pour les méthodes de préparation par mécanosynthèse des systèmes de matériaux thermoélectriques, qu' il est demandé à chacun d'eux de choisir les paramètres de broyage en respectant le facteur de remplissage, le nombre et le diamètre des billes, le fluide de broyage, etc...., il n'est pas vrai de dire que les paramètres globales de broyage dans tous les cas, doivent avoir une fréquence plus grande possible du plateau et des rapports de fréquence plus élevés que de ceux utilisés en pratique. Pour la poudre fragile du système Si-Ge où le glissement semble disparaître de la géométrie utilisée communément, le rapport de fréquence de broyage égal à -2.5 est préférable, alors que pour la poudre ductile – fragile des systèmes Mg_2Si et $Mg_2(Si,Sn)$, la valeur -3 du rapport de fréquence de broyage donne de meilleurs résultats.

Par contre, l'équipe de Young-soon et al [34] a utilisé la méthode calorimétrique pour mesurer et enregistrer la température des billes en acier dur inoxydable à l'intérieur de la jarre d'un broyeur planétaire au moyen d'une liaison constituée d'un circuit électrique à deux résistances sensibles placées dans les tuyaux d'eau de refroidissement du broyage. Les mesures ont été faites après que le broyage ait atteint le régime permanent (approximativement 15 mn).

A partir de la variation de la température d'eau de refroidissement, l'énergie dissipée peut être calculée ainsi que la température de la paroi interne de la jarre en connaissant la conductivité thermique du matériau de la jarre. Ensuite, une valeur moyenne de la température a été choisie afin de calculer la quantité de chaleur à l'intérieur de la jarre. Finalement, les températures des billes sont calculées en faisant la différence entre la quantité de chaleur du calorimètre et celle calculée à l'intérieur de la jarre. Généralement, cette quantité de chaleur est inférieure de 10% à celle accumulée dans les billes et dans la jarre durant le broyage.

Les résultats obtenus par ces auteurs [34] sont illustrés dans la figure 1.10, elle représente la variation de la température des billes en l'absence de poudre, en fonction du temps de broyage pour différents diamètres de billes.

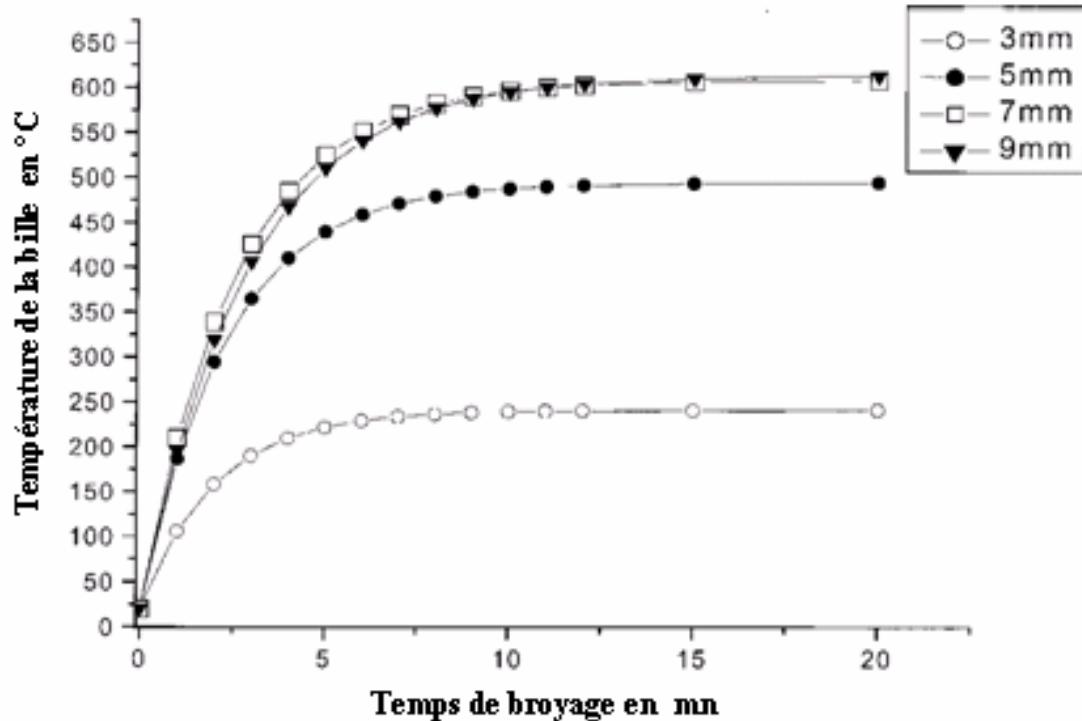


Figure 1.10 : Température de la bille en fonction du temps de broyage dans le cas d'absence de poudre dans la jarre, pour 0.1 MPa d'argon et une charge de billes de 200 g/jarre [34].

L'allure générale des pentes des courbes de la figure 1.10 montre que 80 % de l'énergie fournie est dépensée pour le réchauffement des billes lors du broyage mécanique. L'élévation de la température est aussi liée à l'augmentation des diamètres des billes.

A l'inverse, quand le mélange de poudre magnésium-nickel (Mg Ni) a été synthétisé par broyage mécanique avec des billes de 5 mm de diamètre par la même équipe [34]. Ces derniers notent la présence d'une structure lamellaire d'épaisseur 0,3 mm avec une température des billes en deçà de celle obtenue précédemment. Ce résultat est tout à fait prévisible, puisque les billes après broyage sont revêtues de poudre compacte.

Dans le même contexte, l'équipe coréenne a constaté que l'étape où la température initiale de broyage de l'alliage $Mg_{67}Ni_{33}$ avec les conditions expérimentales suivantes:

- Un temps de broyage de 10 mn ;

- Une vitesse angulaire du plateau de 1094 tr/mn ;
- Une vitesse angulaire de la jarre 2220 tr/mn ;
- Un diamètre de billes égal à 7 mm ;
- Une vitesse de choc de 8.09 m/s ;
- Une pression de 0.1 Mpa d'argon dans la jarre.

Etait de 360 °C en comparaison avec les 607 °C obtenus pour les mêmes billes sans la présence de poudre.

D'autre part, Swati M. Umbrajkar et al [35] ont élaboré la synthèse de l'alliage $Al_{0.7}Mg_{0.3}$ par broyage mécanique dans un broyeur planétaire type « Retsch PM 400-MA », plusieurs variations de températures ont été obtenues dans des jarres équipées d'un système de détection sans fil de température afin de surveiller le processus thermique. Un système d'air conditionné est y installé pour refroidir entièrement le broyage. Le produit recueilli est analysé en phase intermédiaire et finale par microscope électronique et par diffraction de rayons X. Les résultats sont donnés dans la figure 1.11, celle-ci représente la variation de la température en fonction du temps de broyage de l'alliage $Al_{0.7}Mg_{0.3}$.

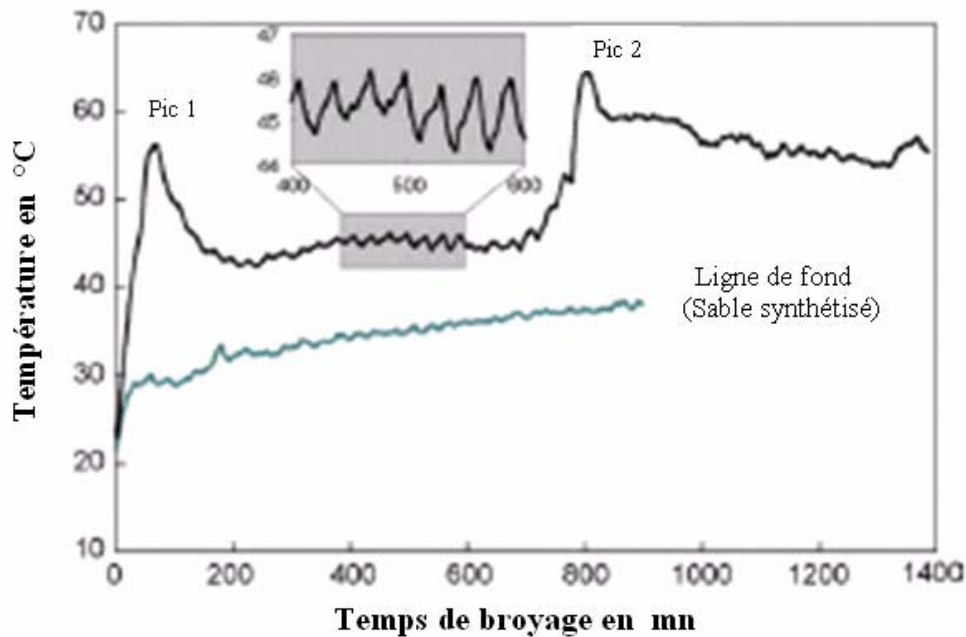


Figure 1.11: Comparaison de tracé de températures, enregistrées au cours de la mécanosynthèse de $Al_{70}Mg_{30}$ et la ligne de fond du sable à la place de la poudre [35].

De même, sur cette dernière figure, on remarque la présence d'un repère constitué d'une ligne de fond correspondant au broyage du sable. La température du sable augmente rapidement durant les 20 à 30 premières minutes de broyage, au-delà, elle tend à se stabiliser.

Concernant le tracé de la température de l'alliage $\text{Al}_{0.7}\text{Mg}_{0.3}$ synthétisé, on remarque une similitude avec celui du sable. Il se caractérise par une augmentation brusque de la température durant les 20-30 mn de broyage.

Les auteurs [35] ont constaté que la température commence à décroître après environ 30 mn de broyage à l'identique de celle de la ligne de fond (sable).

Néanmoins, au-delà de 40 mn de broyage un pic de température de grande amplitude apparaît, il est représenté sur la figure 1.11 par l'expression « Pic1 », il s'étend sur un intervalle de temps de 20 à 30 mn.

L'équipe du professeur M. Umbrajkar [35] a remarqué que ce premier « Pic1 » est :

- Toujours reproductible lors de leurs différentes expériences;
- Son apparition intervient durant la première heure de broyage;
- Il est instantanément suivi par une température constante sur des longues durées de broyage qui peuvent atteindre 11 heures.

Au-delà de 11h de broyage, ils notent la présence d'un deuxième pic indexé « Pic2 »:

- N'apparaît pas systématiquement lors des différentes expériences;
- Sa durée de vie est comprise entre 50 à 60 mn ;

Après le « Pic2 », la température reste généralement pratiquement constante jusqu'à la fin de l'expérience. En conclusion de leur étude, M. Umbrajkar et al [35] expliquent l'apparition des pics de températures durant le broyage, par les variations des propriétés mécaniques de la poudre synthétisée qui atteint à ce moment là, un taux de dissipation d'énergie important.

Pour pouvoir étudier les écoulements de chaleur de l'alliage $\text{Al}_{85}\text{Ni}_8\text{Ce}_5\text{Co}_2$ réalisé par la mécanosynthèse par calorimètre de scanner différentiel (DSC), A. Révész et al [36] ont établi une étude sur l'influence des températures de broyage sur les écoulements.

Les auteurs ont constaté que chaque courbe présente une chaleur exothermique correspondant à une température de valeur 550 K suivie d'un pic endothermique dans l'intervalle 650-750 K (figure 1.12).

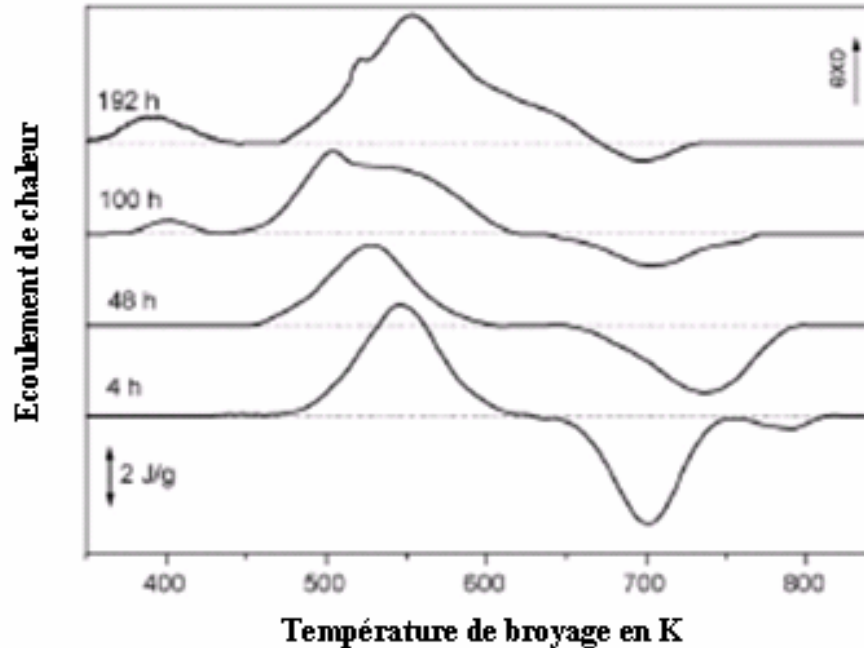


Figure 1.12 : Courbes obtenues par la calorimétrie de scanner différentiel au taux de chaleur 20 K/mn pour différent temps de broyage [36].

A l'inverse des autres auteurs, A.K.Bhattacharya et E.Arzt [37] ont proposé une étude théorique sur l'augmentation de la température durant le procès de Mécanosynthèse en établissant des modèles mathématiques, en particulier le modèle représentant deux billes en collision avec de la poudre compactée entre eux.

Pour l'ensemble de leur étude, les auteurs ont adopté les hypothèses suivantes:

- Le temps d'impact est évalué par la théorie hertzienne des impacts élastiques et qui est de l'ordre 10^{-5} s ;
- Le flux de chaleur à la surface de la poudre compacte est uniforme sur toute la surface de contact, il est considéré comme constant pour des périodes inférieures au temps d'impact.
- L'énergie cinétique est dissipée en déformation élastique dans les deux billes et en déformation élastique ou plastique pour la poudre compacte ;
- L'énergie cinétique totale de chaque bille est $E_c=1/2 mv^2$ où m est la masse de la bille et v est sa vitesse relative au moment de l'impact.

A partir des conditions citées ci-dessus, A.K.Bhattacharya et E.Arzt [37] ont pu par la suite établir des équations mathématiques qui expriment les températures de contact du modèle adopté.

En outre, une analyse réalisée par D.R.Maurice et T.H. Courtney [38] montre que seule une petite fraction de l'énergie disponible est utilisée dans le processus de déformation plastique, ainsi, ils assument que l'énergie plastique dissipée est totalement convertie en chaleur pendant la collision, avec $Q = \beta E_c$ qui se manifeste à chaque zone de contact.

CHAPITRE 2

ANALYSE MATHÉMATIQUE DE LA MECANOSYNTHESE DANS LE BROYEUR PLANETAIRE

2.1. Introduction

Dans ce deuxième chapitre, une analyse mathématique est présentée. Elle permet de comprendre l'opération de broyage dans le broyeur planétaire, en terme d'étude du mouvement de la bille dans le plan cartésien, et afin de dégager les éléments essentiels (vitesse, température, etc....) pour l'étude de l'aspect thermique de la mécanosynthèse. Des calculs ont montré le rôle des paramètres de broyage dans la détermination de la condition de décollage de la bille à partir de la paroi de la jarre. La condition d'impact « effectif » de la bille a été établie en terme du rapport vitesse de rotation de la jarre sur celle du plateau. Une autre étude montre aussi le rôle des composantes de la vitesse de la bille à l'instant d'impact sur la paroi de la jarre. La force tangentielle détermine le rapport des vitesses angulaires de la jarre et du plateau, ce qui conduit à un transfert effectif de l'énergie d'impact vers la charge de poudre dans le broyeur planétaire [39].

La mécanosynthèse est une voie versatile permettant de synthétiser des matériaux sous forme de poudre de taille nanométrique ayant une nouvelle composition d'alliage et une microstructure métastable [40]. Cette nouvelle synthèse est due à une grande énergie de broyage, elle résulte d'un processus répété de déformation, fragmentation et soudage [40].

Dans le passé, plusieurs essais ont été entrepris afin de simuler la dynamique du processus de broyage à billes en termes de vitesse de choc, fréquence d'impact et la puissance / énergie cinétique transférée à la poudre durant le broyage [29,52].

Maurice et Courtney [29] et Courtney [41] ont simulé les mécanismes de broyage en se basant sur le critère hertzien d'impact pour prédire le volume du matériau affecté par impact, la durée d'impact, le taux de résistance et le taux d'élévation et de refroidissement de

la température. Ces auteurs ont fait une analyse sur des aspects phénoménologiques des collisions entre deux billes et/ou une bille avec la paroi de la jarre, c'est-à-dire la cinématique du mouvement de la bille.

D'un autre côté, Burgio et al [42] ont déduit un ensemble d'équations pour faire une étude cinématique et calculer la vitesse et l'accélération de la bille dans le broyeur planétaire, ainsi ils ont estimé l'énergie transférée aux particules de poudre. La distribution de la bille à l'intérieur de la jarre, est considérée comme indépendante de l'étude cinématique de son mouvement. Cependant, cette analyse ne fournit pas un principe gouvernant qui prédit une condition optimale de broyage que nous allons tenter d'approfondir par nos travaux.

Par la suite, Abdellaoui et Gaffet [43], Gaffet [44] et Gaffet et al. [45] ont suggéré à travers des analyses plus rigoureuses que la puissance de choc de la bille plutôt que l'énergie cinétique, peut définir la fin du produit synthétisé et l'efficacité du broyage.

Ainsi, ces auteurs se sont basés sur quelques paramètres importants de l'étude cinématique, comme la variation de la vitesse angulaire du plateau et celle de la jarre en fonction de la vitesse de choc des billes. Ils déterminent ainsi la quantité effective de la puissance / énergie transférée aux particules de poudre durant l'événement du choc.

Dans ce même esprit, Besset et al. [46] proposent que l'estimation de la vitesse de choc soit déterminée expérimentalement à partir de la quantité de matière arrachée des billes.

Magini et Iasonna [47], Iasonna et Magini [48], et Magini et al. [49] ont considéré les mêmes conditions cinématiques déjà proposées par Burgio et al. [42], ils ont alors calculé l'énergie transférée par impact pour la comparer avec la puissance électrique/ mécanique consommée et avec celle déterminée expérimentalement. Malgré l'approche expérimentale préconisée par les auteurs, ces derniers ne donnent pas les conditions optimales de broyage que nous allons tenter d'approfondir par nos travaux.

De leur côté, Watanabe et al. [50] ont fait une simulation cinématique, ils ont lié la trajectoire du mouvement de la bille dans le broyeur planétaire au modèle amortisseur-ressort de Kelvin. L'analyse d'une observation photographique de la trajectoire de la bille montre qu'elle dépend du sens de rotation du plateau (disque) et de la jarre.

Par la suite, Dallimore et Mc-Cormick [51] ont prédit un mouvement de broyage à deux dimensions, en utilisant la méthode d'élément discret «Discrete Element Method». Ils ont comparé les modèles viscoélastiques de Kelvin et Maxwell à un modèle élastique/

plastique afin de caractériser les collisions tangentielles et normales (radiales). De même, ils ont estimé la variation du mouvement de la bille et de l'énergie dissipée durant le choc en variant les conditions de broyage en terme de réaction lors de la synthèse du CuO/Ni [51].

Concernant le type de collision, Le Brun et al. [52] ont formulé lors de leurs travaux des hypothèses d'événements de collisions et leurs efficacités en variant le paramètre cinématique (R_{critique} : distance entre le centre du plateau à celui de la jarre) sans toutefois donner leurs importances sur le mécanisme de broyage.

En conclusion des travaux ci-dessus [29-52], nous remarquons que la plus part des recherches conduites dans le domaine de la dynamique du broyeur planétaire, ont porté soit sur :

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

A notre avis, un examen plus approfondi est nécessaire afin de déterminer les conditions favorables d'un broyage mécanique en termes :

- De paramètres de broyage ;
- L'influence de l'impact des billes sur la paroi de la jarre.

Dans notre étude, nous présentons dans un premier lieu une analyse cinématique dans un plan cartésien en fonction de la rotation de la jarre et du plateau. Deuxièmement, nous présentons le rôle des paramètres de broyage dans la détermination du critère de décollement de la bille.

Pour la première fois, l'effet de la composante tangentielle de la vitesse de choc à un instant d'impact a été pris comme condition pour éviter le glissement de la bille et enfin établir le critère d'impact effectif.

Dans notre étude, nous adopterons comme hypothèses:

Conditions favorables d'un broyage mécanique en termes :

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

Afin, de faciliter la compréhension du phénomène, nous considérons la bille qui se trouve dans la jarre comme un point matériel en mouvement avec la condition qu'elle ne glisse pas sur la paroi de la jarre. Le mouvement de cette dernière est admis comme un événement périodique.

Ainsi, nous proposons dans ce qui suit une formulation mathématique de la modélisation du broyeur planétaire.

2.2 Modélisation du broyeur planétaire

Nous avons entamé dans ce paragraphe, la modélisation cinématique du plateau et de la jarre d'un broyeur planétaire type « Fritsch pulvérisette P5 », voir figure 2.1.

Où :

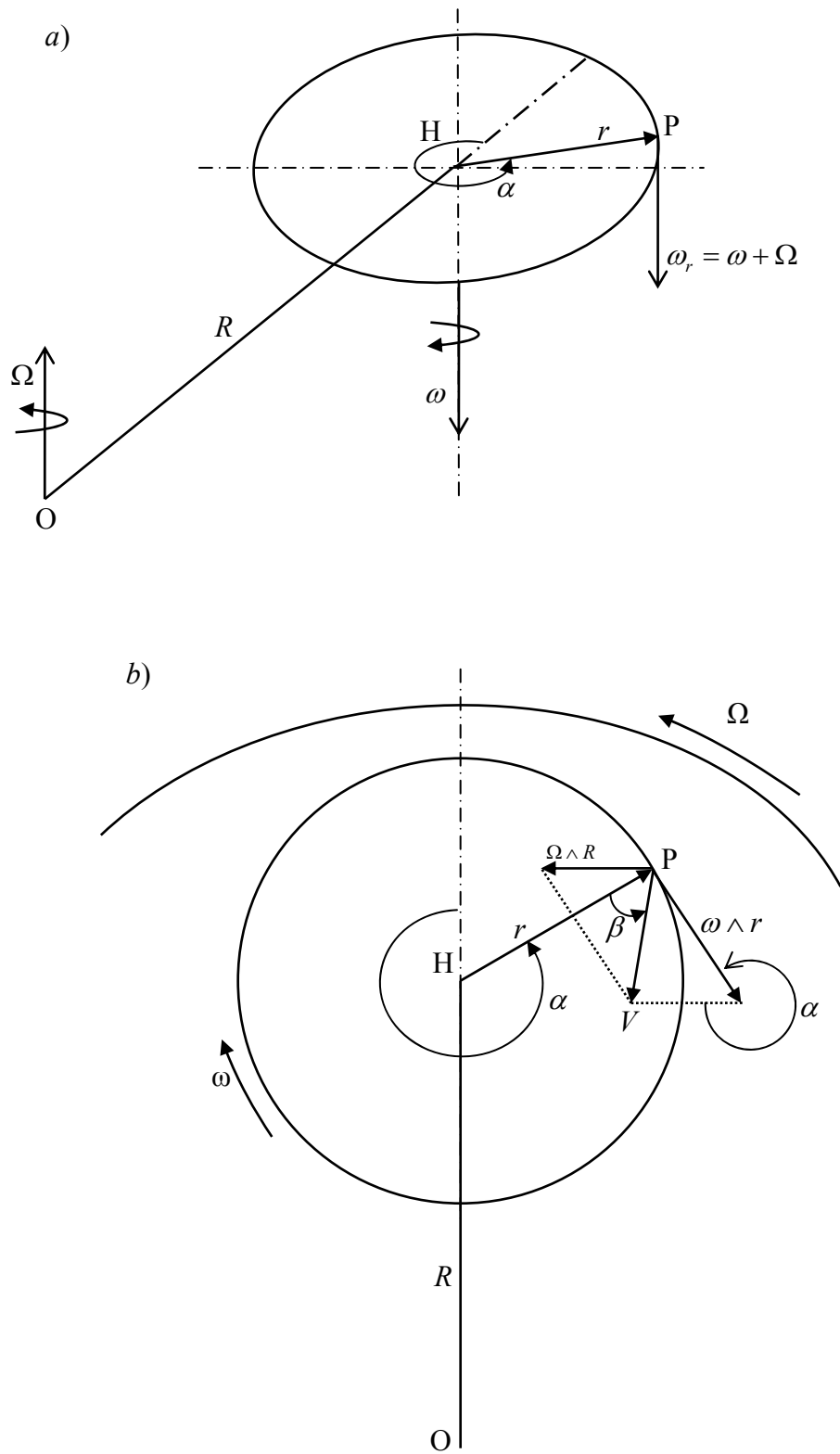
R : Distance vectorielle entre le centre du plateau et le centre de la jarre;

r : Distance entre le centre de la jarre et un point ' P ' de la surface intérieure de la jarre ;

α : Angle entre les rayons vectoriels R et r ;

Ω : Vitesse angulaire du plateau ;

ω : Vitesse angulaire de la jarre ($\omega = -1.25\Omega$).



Par contre dans la figure 2.2, on représente la position d'une bille à un instant 't' matérialisée par le point 'M'. Nous donnons dans ce qui suit une description des caractéristiques techniques du broyeur, des jarres et des billes.

Angle de rotation du plateau θ :

$$\theta = \Omega t$$

Avec :

$$\vec{\Omega} = \Omega \vec{k}, \text{ Vitesse angulaire de rotation du plateau.}$$

Angle de rotation de la jarre α :

$$\alpha = -\omega t$$

Avec :

$$\vec{\omega} = -\omega \vec{k}, \text{ Vitesse angulaire de rotation de la jarre.}$$

Les référentiels $(O, \vec{i}, \vec{j}, \vec{k})$ et $(O_1, \vec{i}_1, \vec{j}_1, \vec{k}_1)$ adoptés pour le traitement mathématique sont des référentiels cartésiens avec comme:

- O centre du plateau ;
- O_1 centre de la jarre ;
- Le rayon du plateau est 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.

Pour faire les calculs, l'expression des coordonnées de la bille dans une base cylindrique est parfois souhaitable. Les vecteurs utilisés pour la recherche des coordonnées cylindriques forment des bases orthonormées directes tel que :

$$\vec{U}_\rho // \vec{R} \text{ et } \vec{U}_\theta \perp \vec{U}_\rho, \vec{u}_\rho // \vec{r} \text{ et } \vec{u}_\alpha \perp \vec{u}_\rho$$

Ainsi, d'après la figure 2.2, la position vectorielle de la bille à un instant 't' peut être exprimée comme suit :

$$\overrightarrow{OM} = \overrightarrow{OO_1} + \overrightarrow{O_1M} = R\vec{U}_\rho + r\vec{u}_\rho \quad (2.1)$$

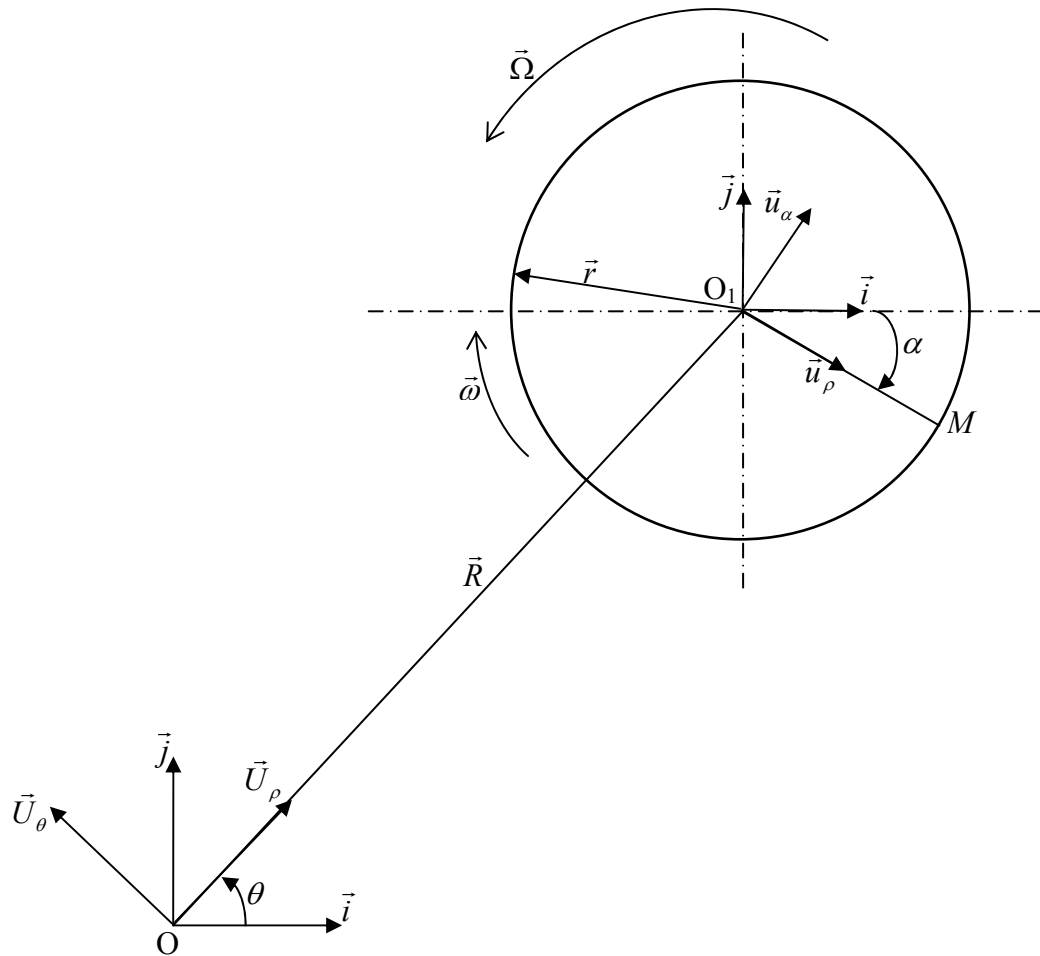


Figure 2.2 : Géométrie du plateau et de la jarre [53,54].

2.3 Vitesse absolue de la bille avant son décollage

A partir de la figure 2.2, la position de la bille matérialisée par le point ‘ M ’ est donnée par :

$$\overrightarrow{OM} = (R \cos \theta + r \cos \alpha) \vec{i} + (R \sin \theta - r \sin \alpha) \vec{j} \quad (2.2)$$

Sa vitesse absolue \vec{v}_a sera donnée par la dérivée par rapport au temps du vecteur \overrightarrow{OM} , lui-même donné par l’équation (2.1) ou l’équation (2.2), et ce comme suit :

$$\vec{v}_a = \frac{dR}{dt} \vec{U}_\rho + R \frac{d\vec{U}_\rho}{dt} + \frac{dr}{dt} \vec{u}_\rho + r \frac{d\vec{u}_\rho}{dt} \quad (2.3)$$

Et comme les rayons R et r , respectivement ceux du plateau et de la jarre, sont constants dans le temps, la vitesse absolue de la bille est simplifiée à l'expression ci-dessous :

$$\vec{v}_a = R \frac{d\vec{U}_\rho}{dt} + r \frac{d\vec{u}_\rho}{dt} \quad (2.4)$$

Or :

$$\vec{U}_\rho = \cos \theta \vec{i} + \sin \theta \vec{j}$$

$$\vec{u}_\rho = \cos \alpha \vec{i} - \sin \alpha \vec{j}$$

La nouvelle expression simplifiée de la vitesse absolue de l'équation (2.4) sera alors :

$$\vec{v}_a = R \frac{d\theta}{dt} (-\sin \theta \vec{i} + \cos \theta \vec{j}) + r \frac{d\alpha}{dt} (-\sin \alpha \vec{i} - \cos \alpha \vec{j}) \quad (2.5)$$

Avec :

$$\frac{d\theta}{dt} = \Omega$$

$$\frac{d\alpha}{dt} = -\omega$$

En remplaçant les deux expressions, la nouvelle expression de la vitesse absolue de la bille est :

$$\vec{v}_a = R\Omega(-\sin \theta \vec{i} + \cos \theta \vec{j}) - r\omega(-\sin \alpha \vec{i} - \cos \alpha \vec{j}) \quad (2.6)$$

Et comme :

$$\vec{U}_\theta = -\sin \theta \vec{i} + \cos \theta \vec{j} \quad \text{et} \quad \vec{u}_\alpha = \sin \alpha \vec{i} + \cos \alpha \vec{j} \quad (2.7)$$

La même vitesse absolue de la bille peut être aussi exprimée en fonction des coordonnées cylindriques et dont les composantes sont illustrées dans la figure 2.1 :

$$\vec{v}_a = R\Omega \vec{U}_\theta - r\omega \vec{u}_\alpha \quad (2.8)$$

Ou encore, comme la somme des deux produits vectoriels tels que :

$$\vec{v}_a = \vec{\Omega} \wedge R\vec{U}_\theta + \vec{\omega} \wedge r\vec{u}_\rho \quad (2.9)$$

L'expression finale de la vitesse absolue de la bille dans le repère cartésien $(O, \vec{i}, \vec{j}, \vec{k})$ ainsi que son amplitude sont les suivantes:

$$\vec{v}_a = (-R\Omega \sin \theta + r\omega \sin \alpha) \vec{i} + (R\Omega \cos \theta + r\omega \cos \alpha) \vec{j} \quad (2.10)$$

$$\|\vec{v}_a\| = \sqrt{(R\Omega)^2 + (r\omega)^2 + 2rR\omega\Omega \cos(\alpha + \theta)} \quad (2.11)$$

2.4 Accélération absolue de la bille avant son décollage

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

$$\vec{\gamma}_a = \frac{d\vec{v}_a}{dt} \quad (2.12)$$

En remplaçant \vec{v}_a par sa valeur, la nouvelle expression de l'accélération sera donc la suivante :

$$\vec{\gamma}_a = \frac{d\vec{v}_a}{dt} = \frac{d((-R\Omega \sin \theta + r\omega \sin \alpha)\vec{i} + (R\Omega \cos \theta + r\omega \cos \alpha)\vec{j})}{dt} \quad (2.13)$$

Après développement et simplification, l'expression de l'accélération dans le repère cartésien est donnée par :

$$\vec{\gamma}_a = (-R\Omega^2 \cos \theta - r\omega^2 \cos \alpha)\vec{i} + (-R\Omega^2 \sin \theta + r\omega^2 \sin \alpha)\vec{j} \quad (2.14)$$

L'expression (2.14) peut être aussi exprimée en fonction des vecteurs \vec{U}_ρ et \vec{u}_ρ , donnant ainsi une meilleure représentation de l'accélération absolue de la bille, on obtient alors :

$$\vec{\gamma}_a = -R\Omega^2 \vec{U}_\rho - r\omega^2 \vec{u}_\rho \quad (2.15)$$

Concernant l'amplitude de l'accélération absolue, elle est donnée par l'expression (2.16) :

$$\|\vec{\gamma}_a\| = \sqrt{(R\Omega^2)^2 + (r\omega^2)^2 - 2R\Omega^2 r\omega^2 \cos(\alpha - \theta)} \quad (2.16)$$

Pour une meilleure compréhension, l'expression 2.15 est illustrée sur la figure 2.3.

2.5 Condition de décollage de la bille

2.5.1 Dans un repère fixe

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

Les forces physiques extérieures appliquées à la bille sont :

- Son poids (action de la pesanteur) ;

- La réaction de la jarre (principe de l'action -réaction).

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

$$\vec{F}_{\text{réaction}} = m\vec{\gamma}_a \quad (2.17)$$

2.5.2 Dans un repère lié à la bille

Dans un référentiel fixé par rapport à la bille, cette dernière sera considérée comme fixe. Ainsi, elle doit être soumise à deux forces opposées :

- \vec{F}_1 réaction de la jarre ;
- \vec{F}_2 tel que la somme vectorielle des \vec{F}_1 et \vec{F}_2 est égale à un vecteur nul.

D'après l'équation (2.15), la force \vec{F}_2 a un sens opposé à celui de l'accélération ($\vec{F}_2 = -m\vec{\gamma}_a$). En d'autres termes, elle est dirigée vers l'extérieur et non pas vers le centre de la jarre. D'où la notion de force centrifuge qui tend à coller la bille contre la paroi de la jarre.

Le principe fondamental de la dynamique relatif au moment de décollage de la bille, est exprimé en fonction de la réaction de la jarre par :

$$\vec{F}_{\text{réaction}} - m\vec{\gamma}_a = \vec{0} \quad (2.18)$$

La résolution de l'équation (2.18) peut être facilement faite en exprimant l'accélération absolue de la bille et la réaction de la jarre en fonction de leurs coordonnées cylindriques dans la base vectorielle $(\vec{U}_\rho, \vec{u}_\rho)$ liée à la jarre.

2.5.3 Accélération absolue et la réaction de la jarre dans la base vectorielle $(\vec{U}_\rho, \vec{u}_\rho)$

D'après l'équation (2.15), l'accélération absolue $\vec{\gamma}_a$ peut être décomposée en deux composantes $\vec{\gamma}_1$ et $\vec{\gamma}_2$ tel que :

$$\vec{\gamma}_2 = -r\omega^2\vec{u}_\rho \quad (2.19a)$$

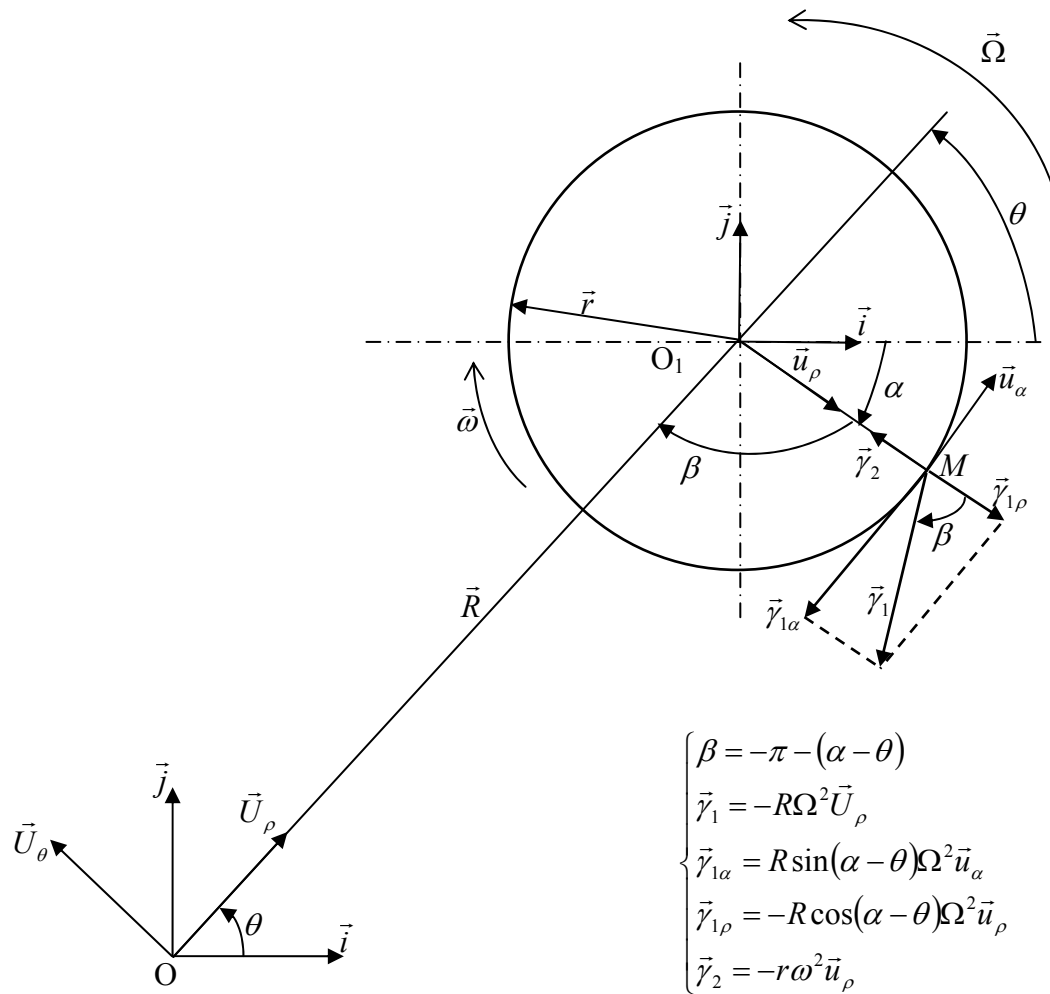


Figure 2.3 : Décomposition de l'accélération absolue $\vec{\gamma}_a$ de la bille avant l'instant de décollage dans la base $(\vec{U}_\rho, \vec{u}_\rho)$ [53,54].

$$\vec{\gamma}_1 = -R\Omega^2 \vec{U}_\rho \quad (2.19b)$$

D'après la figure 2.3, nous remarquons que la composante $\vec{\gamma}_1$ peut être décomposée dans la base $(\vec{u}_\rho, \vec{u}_\alpha)$ en deux composantes $\vec{\gamma}_{1\rho}$ et $\vec{\gamma}_{1\alpha}$ tel que :

$$\vec{\gamma}_{1\rho} = R\Omega^2 \cos(-\pi - (\alpha - \theta)) \vec{u}_\rho \quad (2.20a)$$

$$\vec{\gamma}_{1\alpha} = R\Omega^2 \sin(-\pi - (\alpha - \theta)) \vec{u}_\alpha \quad (2.20b)$$

En simplifiant les expressions précédentes (2.20a) et (2.20b), on obtient alors :

$$\vec{\gamma}_{1\rho} = -R\Omega^2 \cos(\alpha - \theta) \vec{u}_\rho \quad (2.21a)$$

$$\vec{\gamma}_{1\alpha} = R\Omega^2 \sin(\alpha - \theta) \vec{u}_\alpha \quad (2.21b)$$

Ainsi, l'expression finale de la composante $\vec{\gamma}_1$ dans la base $(\vec{u}_\rho, \vec{u}_\alpha)$ sera donc :

$$\vec{\gamma}_a = \vec{\gamma}_{1\rho} + \vec{\gamma}_{1\alpha} = -R\Omega^2 \cos(\alpha - \theta) \vec{u}_\rho + R\Omega^2 \sin(\alpha - \theta) \vec{u}_\alpha \quad (2.22)$$

En combinant les équations (2.22) et (2.19b), on obtient alors l'expression de l'accélération absolue dans la base $(\vec{u}_\rho, \vec{u}_\alpha)$:

$$\vec{\gamma}_a = -R\Omega^2 \cos(\alpha - \theta) \vec{u}_\rho + R\Omega^2 \sin(\alpha - \theta) \vec{u}_\alpha - r\omega^2 \vec{u}_\rho \quad (2.23a)$$

$$\vec{\gamma}_a = (-R\Omega^2 \cos(\alpha - \theta) - r\omega^2) \vec{u}_\rho + R\Omega^2 \sin(\alpha - \theta) \vec{u}_\alpha \quad (2.23b)$$

La réaction de la jarre peut être décomposée dans la base $(\vec{u}_\rho, \vec{u}_\alpha)$ comme :

$$\vec{F}_1 = \vec{F}_{1\rho} + \vec{F}_{1\alpha} \quad (2.24)$$

En tenant compte de la décomposition de l'accélération absolue et de la réaction de la jarre dans la base $(\vec{u}_\rho, \vec{u}_\alpha)$, l'équation (2.18) peut être écrite sous la forme d'un système de deux équations de la façon suivante :

$$\vec{F}_{1\rho} - m(-R\Omega^2 \cos(\alpha - \theta) - r\omega^2) \vec{u}_\rho = \vec{0} \quad (2.25a)$$

$$\vec{F}_{1\alpha} - m(R\Omega^2 \sin(\alpha - \theta)) \vec{u}_\alpha = \vec{0} \quad (2.25b)$$

Pour avoir le décollage de la bille de la surface intérieure de la jarre, d'après le principe de l'action réaction, la composante radiale de la réaction de la jarre doit s'annuler, l'équation (2.25a) du système précédent devient alors:

$$-m(-R\Omega^2 \cos(\alpha - \theta) - r\omega^2)\vec{u}_\rho = \vec{0} \quad (2.26)$$

En simplifiant l'équation (2.26), on obtient l'expression suivante:

$$\cos(\alpha - \theta) = -\frac{r\omega^2}{R\Omega^2} \quad (2.27)$$

L'équation (2.27) donne la condition de décollage de la bille de la surface intérieure de la jarre.

2.5.4 Vitesse de décollage et accélération de décollage de la bille

Pour avoir l'amplitude de la vitesse absolue de la bille au moment du décollage, il suffit de remplacer $\cos(\alpha - \theta)$ par sa valeur donnée par l'équation (2.27) dans l'équation (2.11), on obtient ainsi l'expression de l'amplitude de la vitesse absolue de la bille avant l'instant de décollage. En outre, en tenant compte du rayon R_b de la bille avec $r^* = r - R_b$, et $\theta = 0$ ou 2π , l'équation (2.11) sera :

$$\|\vec{v}_a\| = \sqrt{(R\Omega)^2 + (r^*\omega)^2 \left(1 - \frac{2\omega}{\Omega}\right)} \quad (2.28a)$$

On peut même à partir de l'équation (2.27) tirer l'angle α donné par:

$$\alpha = \arccos\left(-\frac{r^*\omega^2}{R\Omega^2}\right) + \theta \quad (2.28b)$$

On remplace l'équation (2.28b) dans l'équation (2.11), la vitesse de choc devient :

$$\|\vec{V}_a\| = \sqrt{(R\Omega)^2 + (r^*\omega)^2 + 2R\Omega\omega r^* \cos\left(\arccos\left(-\frac{r^*\omega^2}{R\Omega^2}\right) + 2\theta\right)} \quad (2.28c)$$

On remarque que l'équation (2.28b) est fonction de la variable θ de l'angle de rotation du plateau.

De même, pour avoir l'amplitude de l'accélération absolue de la bille au moment de décollage, il suffit de remplacer $\cos(\alpha - \theta)$ par sa valeur donnée par l'équation (2.27) dans l'équation (2.16) qui exprime l'amplitude de l'accélération absolue de la bille avant l'instant de décollage. L'équation (2.16) sera alors la suivante:

$$\|\vec{\gamma}_a\| = \sqrt{(R\Omega^2)^2 + 3(r^*\omega^2)^2} \quad (2.29)$$

2.5.5 Vitesse de décollage et position de décollage de la bille dans le repère $(O, \vec{i}, \vec{j}, \vec{k})$

L'expression analytique de la vitesse absolue, avant l'instant de décollage, dans le référentiel cartésien $(O, \vec{i}, \vec{j}, \vec{k})$ est donnée par l'équation (2.10). La condition de décollage de la bille est valable quelles que soient les valeurs des angles α et θ .

Pour simplifier le problème, nous supposerons que le premier décollage se fait à une position $\theta = \frac{\pi}{2}$ (cette valeur est arbitraire et elle pourrait prendre d'autres valeurs) [55].

D'après l'équation (2.27), la variation de l'angle θ du plateau nous permet d'obtenir les valeurs des l'angles α de la jarre. Ces valeurs sont données par l'équation suivante :

$$\sin(\alpha_d) = -\frac{r^*\omega^2}{R\Omega^2} \quad (2.30)$$

Avec: $r^* = r - R_b$

La figure suivante 2.4, illustre la position de la bille au moment du décollage.

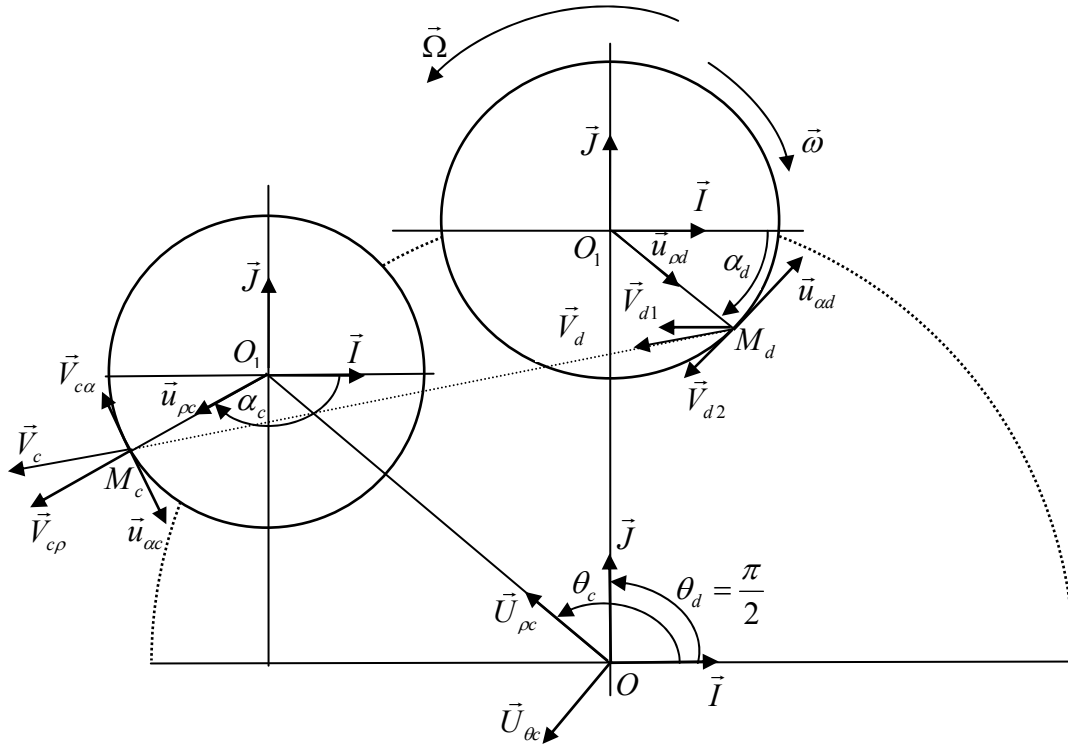


Figure 2.4 : Mouvement de la bille entre le point de décollage
(supposée à $\theta = \frac{\pi}{2}$) et le point de collage.

En tenant compte des valeurs des angles α et θ au moment de décollage, la vitesse absolue de décollage \vec{v}_d de la bille aura l'expression suivante :

$$\vec{v}_d = \left(-R\Omega - r^* \omega \frac{r^* \omega^2}{R\Omega^2} \right) \vec{I} + r^* \omega \cos \alpha_d \vec{J} \quad (2.31)$$

Cette vitesse peut être décomposée en deux composantes \vec{V}_{dx} suivant l'axe des 'X' et \vec{V}_{dy} suivant l'axe des 'Y' tel que :

$$\vec{V}_{dx} = \left(-R\Omega + r^* \omega C \right) \vec{I} \quad (2.32a)$$

$$\vec{V}_{dy} = \left(r^* \omega (1 - C^2)^{0.5} \right) \vec{J} \quad (2.32b)$$

Avec :

$$C = \sin \alpha_d = -\frac{r^* \omega^2}{R\Omega^2} \quad (2.32c)$$

Avant l'instant de décollage, la position de la bille était donnée par l'équation (2.2).

Tenant compte des valeurs des angles α et θ au moment de décollage de la bille, l'expression de $\overrightarrow{OM_d}$ représentant la position de cette dernière à cet instant sera donnée par l'équation suivante :

$$\overrightarrow{OM_d} = r^* \cos \alpha_d \vec{I} + (R - r^* \sin \alpha_d) \vec{J} \quad (2.33)$$

Cette position peut être décomposée en deux composantes $\overrightarrow{OM_{dx}}$ suivant l'axe des 'X' et $\overrightarrow{OM_{dy}}$ suivant l'axe des 'Y' tel que :

$$\overrightarrow{OM_{dx}} = r^* (1 - C^2)^{0.5} \vec{I} \quad (2.34a)$$

$$\overrightarrow{OM_{dy}} = (R - r^* C) \vec{J} \quad (2.34b)$$

2.5.6 Détermination de l'angle d'incidence de la vitesse de choc de la bille

Ce dernier peut être déduit de l'équation (2.10). Cette équation correspond à la décomposition de la vitesse absolue suivant deux composantes à savoir : composante radiale et composante tangentielle par rapport au repère absolu $(O, \vec{i}, \vec{j}, \vec{k})$:

- Suivant le vecteur \vec{I} :

$$\vec{v}_r = -R\Omega \sin \theta + r^* \omega \sin \alpha_d \quad (2.35a)$$

- Suivant le vecteur \vec{J} :

$$\vec{v}_t = R\Omega \cos \theta + r^* \omega \cos \alpha_d \quad (2.35b)$$

Avec :

$r^* = r - R_b$ et α_d est l'équation (2.28b)

$$\alpha_d = \arccos\left(-\frac{r^* \omega^2}{R\Omega^2}\right) + \theta \quad (2.28b)$$

Si l'on désigne λ comme angle d'incidence de la vitesse de choc de la bille, ce dernier peut être exprimé par l'équation (2.35d) :

$$\tan \lambda = \frac{v_t}{v_r} = \frac{R\Omega \cos \theta + r^* \omega \cos \alpha_d}{-R\Omega \sin \theta + r^* \omega \sin \alpha_d} \quad (2.35c)$$

D'où :

$$\lambda = \arctan\left(\frac{v_t}{v_r}\right) = \arctan\left(\frac{R\Omega \cos \theta + r^* \omega \cos \alpha_d}{-R\Omega \sin \theta + r^* \omega \sin \alpha_d}\right) \quad (2.35d)$$

On remarque que l'équation (2.35d) est fonction de la variable θ qui est l'angle de rotation du plateau. Il varie de 0° à 360° .

2.5.7 Calcul de la vitesse après collision de la bille

La vitesse de la bille après collision peut être déduite de l'équation (2.11) de la vitesse absolue, lorsque l'angle α de la jarre est égal à 2π , la nouvelle équation est la suivante:

$$\|\vec{v}_a\|_{\text{après}} = \sqrt{(R\Omega)^2 + (r^* \omega)^2 + 2R\Omega \omega r^* \cos(2\pi + \theta)} \quad (2.36a)$$

La même équation (2.36a) peut s'écrire :

$$\|\vec{v}_a\|_{\text{après}} = \sqrt{(R\Omega)^2 + (r^* \omega)^2 + 2R\Omega \omega r^* \cos(\theta)} \quad (2.36b)$$

Dans le cas particulier où l'angle θ est égal soit à 0 ou à 2π , l'équation (2.36b) prend la forme suivante:

$$\|\vec{v}_a\|_{\text{après}} = \sqrt{(R\Omega)^2 + (r^* \omega)^2 + 2R\Omega \omega r^*} \quad (2.36c)$$

Avec :

$$r^* = r - R_b$$

2.6 Condition de non décollage

La condition de non-décollage peut être déterminée selon une certaine position angulaire de la bille dans la jarre.

Dans le cas limite où $(\alpha - \theta) = -\pi$, le vecteur \vec{U}_ρ va être égal au vecteur $(-\vec{u}_\rho)$. Alors la décomposition de $\vec{\gamma}_1$ donnera :

- $\vec{\gamma}_{1\rho} = R\Omega^2\vec{u}_\rho$
- $\vec{\gamma}_{1\alpha} = 0$

De ces conditions, l'expression de l'accélération absolue sera alors réduite à :

$$\vec{\gamma}_a = (R\Omega^2 - r\omega^2)\vec{u}_\rho$$

On Supposons que $r\omega^2 > R\Omega^2$. Dans ce cas l'accélération absolue sera toujours centripète par rapport au centre de la jarre et la bille sera toujours soumise à une force centrifuge non nulle. Bien évidemment, d'après le principe de l'action et réaction, la réaction de la jarre $\vec{F}_{1\rho}$ ne peut jamais être nulle et le décollage ne peut guère se réaliser.

2.7 Evènement de décollage de la bille

2.7.1 Equation de mouvement

Après le moment de décollage, la bille n'est soumise qu'à l'effet de son poids. Elle est assimilée à un projectile lancé à une vitesse initiale qui est celle de décollage. Dans le cas où on ne néglige pas son poids, sa trajectoire doit être une parabole dans le plan vertical $(M_d, \vec{V}_d, \vec{K})$ et ses coordonnées initiale et finale suivant l'axe Z vont être différentes.

Par contre, en négligeant l'effet du poids devant la réaction de la jarre, comme nous l'avons fait jusqu'à maintenant, la bille va être assimilée à un projectile lancé à une vitesse initiale suivant une direction rectiligne dans un plan horizontal. Son mouvement sera alors un mouvement rectiligne uniforme de vitesse initiale \vec{V}_d et de position initiale \overline{OM}_d comme précédemment calculées. Son équation de mouvement à un instant 't' après l'évènement de décollage est donnée par :

$$\overline{OM} = x\vec{I} + y\vec{J} = \vec{V}_d t + \overline{OM}_d \quad (2.37)$$

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

$$x\vec{I} = \vec{V}_{dx}t + \overrightarrow{OM_{dx}} = \left\{ (-R\Omega + r^*\omega C)t + r^*(1-C^2)^{0.5} \right\} \vec{I} \quad (2.38a)$$

$$y\vec{J} = \vec{V}_{dy}t + \overrightarrow{OM_{dy}} = \left\{ r^*\omega(1-C^2)^{0.5} \right\} t + (R - r^*C) \vec{J} \quad (2.38b)$$

2.7.2 Recherche des coordonnées du point de collage

La position initiale θ_0 du plateau a été prise égale à $\frac{\pi}{2}$. Elle correspond à la position initiale de la bille après décollage. Sa position angulaire θ à un instant 't' après l'événement de décollage sera donnée par [55] :

$$\theta = \frac{\pi}{2} + \Omega t \quad (2.39)$$

Par ailleurs, la position d'un point 'P' quelconque de la jarre est donnée par :

$$\overrightarrow{OP} = (R \cos \theta + r^* \cos \alpha) \vec{i} + (R \sin \theta + r^* \sin \alpha) \vec{j} \quad (2.40)$$

Cette position est indiquée au moment de décollage, par le point ' M_c ' de la figure 2.4. Elle peut se décomposer en deux composantes OP_x suivant l'axe des 'X' et OP_y suivant des 'Y' tel que :

$$OP_x = R \cos \theta + r^* \cos \alpha \quad (2.41a)$$

$$OP_y = R \sin \theta + r^* \sin \alpha \quad (2.41b)$$

A l'instant initial (bille à l'arrêt), les coordonnées de la bille données par les équations (2.41a) et (2.41b) doivent être égales aux coordonnées d'un point de la jarre données par les équations (2.38a) et (2.38b). De là on peut affirmer que, la collision de la bille avec la jarre aura lieu que lorsque $x = OP_x$ et $y = OP_y$.

On pourra suivre la procédure suivante pour son calcul :

- 1) Incrémenter la valeur du temps par un intervalle de temps Δt d'une microseconde;
- 2) Calculer la valeur de θ donnée par l'équation (2.39) ;

3) Varier l'angle α de 0 à -2π , par incrémentation de sa valeur d'un intervalle angulaire négatif $\Delta\alpha$ de -0.001 degrés (la valeur de l'intervalle angulaire $\Delta\alpha$ est prise négativement afin d'avoir un sens de rotation des jarres opposé à celui du plateau);

4) Calculer les valeurs des coordonnées OP_x , OP_y , x , y .

Si la condition : $x = OP_x$ et $y = OP_y$ est satisfaite, nous obtenons à la fois les valeurs des coordonnées x et y du premier point initial (à l'arrêt) et la valeur du temps de la trajectoire 't' de la bille de l'instant du décollage à l'instant d'impact.

2.8 Énergie cinétique de choc

L'énergie de choc dépend seulement de la vitesse de choc. Comme le mouvement de la bille est supposé rectiligne et uniforme, la vitesse de collage ou de choc \vec{V}_c est égale à la vitesse de la bille lors de son mouvement. Celle-ci est égale aussi à la vitesse de décollage. D'où $\vec{V}_c = \vec{V}_d$.

L'expression de l'énergie cinétique de choc E_c est donnée par :

$$E_c = \frac{1}{2} m \|\vec{V}_c\|^2 = \frac{1}{2} m \|\vec{V}_d\|^2 \quad (2.42)$$

La vitesse de choc \vec{V}_c n'est pas forcément perpendiculaire à la surface de la jarre. Elle présente, en général, un angle avec celle-ci. Ainsi, l'effet de choc peut être interprété comme étant la superposition de deux effets:

- Effet de choc;
- Effet de friction.

L'effet de choc provient de la composante normale de la vitesse de choc par contre l'effet de friction provient de la composante tangentielle. Pour calculer l'énergie cinétique de choc E_{cc} et l'énergie cinétique de friction E_{cf} , il faut exprimer la vitesse de choc dans la base $(\vec{u}_\rho, \vec{u}_\alpha)$.

2.8.1 Vitesse de choc dans la base $(\vec{u}_\rho, \vec{u}_\alpha)$

La vitesse de choc est exprimée dans le référentiel cartésien en fonction des vecteurs \vec{I} et \vec{J} . Pour exprimer la vitesse de collage dans la base $(\vec{u}_\rho, \vec{u}_\alpha)$, il suffit d'exprimer les vecteurs \vec{I} et \vec{J} en fonction des vecteurs \vec{u}_ρ et \vec{u}_α . Ceci revient à résoudre le système suivant :

$$\vec{u}_\rho = \cos \alpha \vec{I} - \sin \alpha \vec{J} \quad (2.43a)$$

$$\vec{u}_\alpha = \sin \alpha \vec{I} + \cos \alpha \vec{J} \quad (2.43b)$$

De l'équation (2.43a), on obtient :

$$\vec{I} = \frac{(\vec{u}_\rho + \sin \alpha \vec{J})}{\cos \alpha} \quad (2.43c)$$

Remplaçant la valeur de \vec{I} donnée par l'équation (2.43c) dans l'équation (2.43b), nous obtenons l'égalité suivante :

$$\vec{u}_\alpha = \frac{\sin \alpha}{\cos \alpha} (\vec{u}_\rho + \sin \alpha \vec{J}) + \cos \alpha \vec{J} \quad (2.43c')$$

La résolution de cette équation ci-dessus, nous permet d'obtenir l'expression du vecteur \vec{J} tel que :

$$\vec{J} = -\sin \alpha \vec{u}_\rho + \cos \alpha \vec{u}_\alpha \quad (2.44a)$$

En substituant l'expression de \vec{J} dans l'équation (2.43c), nous obtenons l'expression du vecteur \vec{I} :

$$\vec{I} = \cos \alpha \vec{u}_\rho + \sin \alpha \vec{u}_\alpha \quad (2.44b)$$

Ayant déterminé les expressions des vecteurs \vec{I} et \vec{J} . Nous pouvons alors calculer la vitesse de choc (équation 2.31) par la substitution de ces derniers, on obtient alors l'équation ci-dessous:

$$\begin{aligned} \vec{V}_c = & \left(-R\Omega + r^* \omega \left(\frac{-\omega^2 r^*}{\Omega^2 R} \right) \right) (\cos \alpha \vec{u}_\rho + \sin \alpha \vec{u}_\alpha) \\ & + r^* \omega \cos \alpha (-\sin \alpha \vec{u}_\rho + \cos \alpha \vec{u}_\alpha) \end{aligned} \quad (2.45a)$$

$$\begin{aligned} \vec{V}_c = & \left((-R\Omega + r^* \omega C) \cos \alpha - r^* \omega (1 - C^2)^{0.5} \sin \alpha \right) \vec{u}_\rho \\ & + \left((-R\Omega + r^* \omega C) \sin \alpha + r^* \omega (1 - C^2)^{0.5} \cos \alpha \right) \vec{u}_\alpha \end{aligned} \quad (2.45b)$$

La composante normale $\vec{V}_{c\rho}$ de la vitesse est:

$$\vec{V}_{c\rho} = \left((-R\Omega + r^* \omega C) \cos \alpha - r^* \omega (1 - C^2)^{0.5} \sin \alpha \right) \vec{u}_\rho \quad (2.46a)$$

La composante tangentielle $\vec{V}_{c\alpha}$ de la vitesse est :

$$\vec{V}_{c\alpha} = \left((-R\Omega + r^* \omega C) \sin \alpha + r^* \omega (1 - C^2)^{0.5} \cos \alpha \right) \vec{u}_\alpha \quad (2.46b)$$

2.8.2 Energie cinétique de friction

L'énergie cinétique de choc est donnée par la composante normale de la vitesse de choc. Elle est donnée par :

$$E_{cc} = \frac{1}{2} m \|\vec{V}_{c\rho}\|^2 \quad (2.47)$$

L'énergie cinétique de friction est donnée par la composante tangentielle de la vitesse de choc. Elle est donnée par :

$$E_{cf} = \frac{1}{2} m \|\vec{V}_{c\alpha}\|^2 \quad (2.48)$$

Les composantes normale et tangentielle de la vitesse de choc sont illustrées dans la figure 2.4.

2.9 Fréquence de choc

La fréquence de choc représente le nombre de choc ou de collision par seconde. Ainsi, la connaissance de la trajectoire de la bille du point de décollage jusqu'au point de son impact est nécessaire pour le calcul de la fréquence de choc.

La période 'T' d'un cycle est décomposée en deux parties 'T₁' et 'T₂' avec :

- T₁ le temps de vol de la bille du point de décollage au point d'impact;

- T_2 la durée de l'arrêt de la bille contre la surface intérieure de la jarre jusqu'à second moment de son décollage.

Le temps de vol T_1 de la bille est donné par une résolution numérique. Il est égal au temps 't' correspondant à la satisfaction de la condition du premier impact $x = OP_x$ et $y = OP_y$. Pour illustrer la périodicité du mouvement, la figure 2.5 nous permet de représenter la position de la bille pour avoir un second cycle.

La position du second décollage correspond à la condition suivante :

$$-m\left(-r^*\omega^2 + R\Omega^2 \cos(-\pi + (\theta - 2\pi - \alpha))\right)\vec{u}_\rho = \vec{0} \quad (2.49a)$$

L'équation (2.49a) peut être simplifiée comme :

$$\frac{r^*\omega^2}{R\Omega^2} = \cos(-3\pi + \theta - \alpha) \quad (2.49b)$$

Les angles θ et α correspondant aux positions angulaires du plateau et de la jarre au second moment de décollage. Ils sont exprimés, sur la figure 2.5 par les angles α_{d2} et θ_{d2} .

Ils sont donnés par les équations suivantes :

$$\theta = \theta_c + \Omega T_2 \quad (2.50a)$$

$$\alpha = \alpha_c - \omega T_2 \quad (2.50b)$$

Avec θ_c et α_c (figure 2.5), les valeurs des angles α et θ correspondant au premier collage. Ainsi, elles sont données par la résolution numérique ci-dessus expliquée et correspondent à la satisfaction de la condition de collage $x = OP_x$ et $y = OP_y$.

Pour calculer la périodicité du temps T_2 , nous devons substituer les angles α et θ par leurs expressions, données par les équations (2.50a) et (2.50b), dans l'équation (2.49b).

Le résultat de cette substitution donne :

$$T_2 = \frac{\arccos\left(\frac{r^*\omega^2}{R\Omega^2}\right) + 3\pi - (\theta_c - \alpha_c)}{\Omega + \omega} \quad (2.51)$$

La fréquence f est donnée par l'inverse de la période T du cycle [52] :

$$f = \frac{1}{T_1 + T_2} \quad (2.52)$$

Cette fréquence de choc correspondant à une (01) bille. En opérant avec un nombre de billes supérieur à 1, la fréquence de choc totale est égale au produit du nombre de billes utilisées par la fréquence de choc correspondante à une bille, ci-dessus calculée. Cette valeur de fréquence doit être corrigée par un facteur inférieur ou égal à 1 lié au remplissage de la jarre.

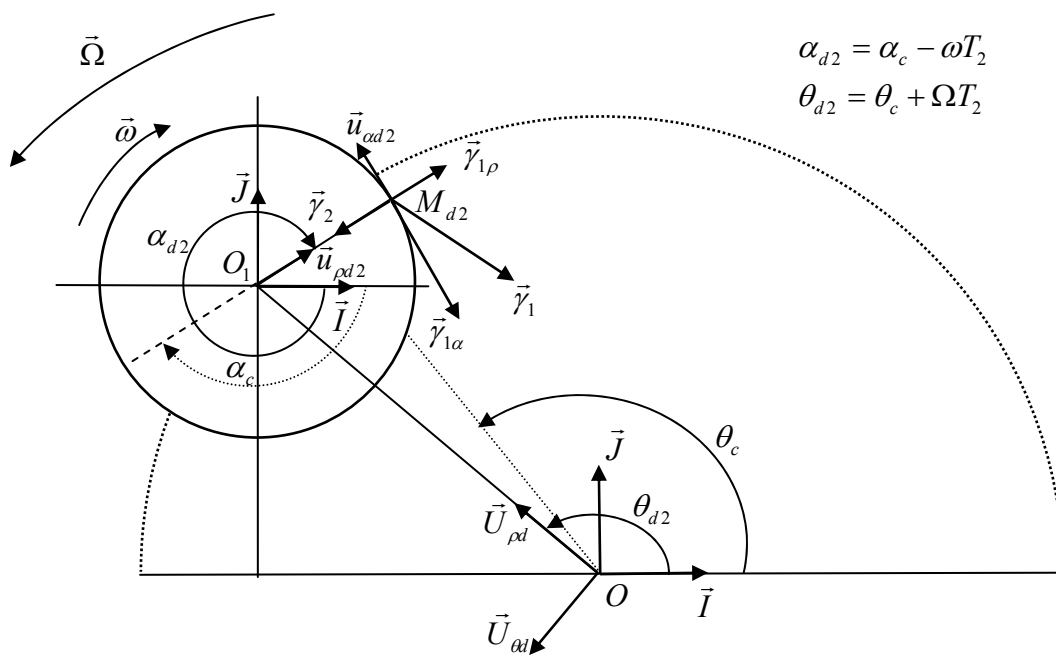


Figure 2.5 : Position de la bille pour avoir le second décollage [53,54].

2.10 Puissance injectée de choc

La puissance injectée de choc est donnée par :

$$P = \frac{\Delta E_c}{\Delta t} = \frac{1}{T} \int_0^T dE_c = f E_c \quad (2.53)$$

L'énergie cumulée de choc dissipée dans le matériau pendant une durée de broyage est égale au produit de la puissance injectée ci-dessus calculée par la durée de broyage.

2.11 Forces de collisions de la bille

On considère que le choc de la bille sur la paroi de la jarre, est soumis à la condition d'impact de hertz. Dans le cas d'une surface circulaire d'impact sur la bille, la composante de la force radiale est donnée par [56] :

$$F_r = \left(\frac{4}{3}\right) R_b^{1/2} \left(\frac{E}{1-\nu^2}\right) \delta_r^{3/2} \quad (2.54)$$

Où :

R_b : Rayon de la bille;

δ_r : Distance approchée entre la bille et la paroi de la jarre;

E : Module d'élasticité ou module d'Young;

ν : Coefficient de poisson.

La pression radiale peut être obtenue par :

$$P_n = \frac{F_r}{\pi a^2} \quad (2.55)$$

Avec :

a : rayon de la poudre compacte.

La durée d'impact peut aussi être déterminée par [56] :

$$t_i = 2.94 \frac{\delta_r}{v_r} \quad (2.56)$$

La composante de la force tangentielle est [56] :

$$F_t = m \frac{d}{dt} (v_t + \omega_r r) \quad (2.57)$$

Avec :

v_t Composante tangentielle de la vitesse au décollage de la bille;

ω_r Vitesse angulaire relative.

Un changement de repère du mouvement de la bille du plan radial au plan tangentiel au moment de choc est donné :

$$\frac{d}{dt} (mv_t R_b + m(R_b^2 + r_g^2)\omega_r) = 0 \quad (2.58)$$

Avec :

$r_g = r^* = (r - R_b)$, rayon de giration par rapport au centre de gravité de la bille.

En éliminant ω_r des équations (2.57) et (2.58), F_t peut être obtenue par :

$$F_t = \frac{m}{\left(1 + \frac{R_b^2}{r_g^2}\right)} \left(\frac{dv_t}{dt_i}\right) \quad (2.59)$$

Considérons que la force tangentielle F_t dure pendant le temps de choc t_c jusqu'à ce qu'elle s'annule, l'équation (2.57) devient alors :

$$\int_0^{t_c} dt_i = -(F_t) \frac{m}{\left(1 + \frac{R_b^2}{r_g^2}\right)} \int_{v_t}^0 dv \quad (2.60)$$

D'où F_t finalement qui peut être obtenue par l'intégration de l'équation (2.60), on obtient alors:

$$F_t = \frac{m}{\left(1 + \frac{R_b^2}{r_g^2}\right)} \left(\frac{v_t}{t_c}\right) \quad (2.61)$$

CHAPITRE 3

DEVELOPPEMENT DE L'ASPECT THERMIQUE DU PROCESSUS DE MECANOSYNTHESE

3.1 Introduction

Depuis une trentaine d'année, de nouvelles méthodes de synthèse ont permis l'élaboration de toute sorte d'alliages et de composés cristallins métastables ainsi que des matériaux mal connus jusqu'alors, tels que les alliages métalliques amorphes.

Elles ont aussi joué un rôle décisif dans la découverte ou dans la mise au point de matériaux nouveaux tels que les matériaux multicouches ou les nanocristaux. La mécanosynthèse compte parmi ces nouvelles méthodes depuis la fin des années 1980. Elle est devenue en effet un moyen d'élaboration des matériaux à grains nanométriques, et plus généralement une technique d'élaboration des matériaux métastables.

Les résultats numériques et expérimentaux de certains auteurs ont montré que le paramètre physique le plus significatif pilotant les transformations de phase par mécanosynthèse est la puissance de choc injectée et non pas leurs fréquences [26]. D'un point de vue thermique, le processus change radicalement de caractère puisque l'on passe d'un phénomène de propagation à celui de la diffusion.

A cet effet, on présentera selon différents points de vues, des relations pour le calcul de l'augmentation de la température d'impact, ce qui semble indiquer, en effet, pendant le processus de la mécanosynthèse, qu'une augmentation significative de la température est l'événement le plus probable.

De plus, deux facteurs importants jouent un rôle dans le processus de la mécanosynthèse, ces derniers sont :

- L'énergie d'activation est liée à la formation des défauts de particules de poudre en broyage ;

- Tailles des particules nanocristallines.

En effet, la théorie de la thermodynamique, la diminution de l'énergie d'activation résulte à une augmentation de la diffusivité à une température constante. De plus, une diminution de l'énergie d'activation est équivalente à une augmentation de la température. Une grande diffusivité peut être obtenue par la présence d'un grand nombre de défauts pendant la mécanosynthèse. En outre, la formation de cristallites de tailles nanométriques pendant le processus répété de soudage et fracture des particules de poudre, favorise la diffusion à travers les nombreux joints de grains formés [61].

Par conséquent, les éléments qui diffusent moins bien peuvent être synthétisés en utilisant cette technique.

3.2 Diffusion dans la mécanosynthèse

3.2.1 Introduction

La mécanosynthèse s'effectue généralement sous une atmosphère inerte. C'est une technique alternative à la production de poudres céramiques et métalliques.

La plus grande application de cette technique après sa découverte par Schwartz et Koch [57], est destinée à la formation de matériaux amorphes qui présentent actuellement une grande attention.

Les particules de poudre durant le broyage mécanique sont soumises à une grande énergie de collision [58] qui entraîne soudure et fracture entre elles. Les phénomènes de soudage et fracture permettent aux particules de poudre d'être toujours en contact entre elles. A ce stade, leurs propres surfaces se trouvent à une distance minimale permettant la diffusion.

D'un point de vue microstructural, la mécanosynthèse peut être divisée en trois étapes :

1^{ère} ETAPE:

Les particules de poudre sont soudées entre elles afin de former une structure laminée, la composition chimique du composé formé varie de manière significative.

2^{ème} ETAPE:

La structure laminée est affinée davantage grâce à la multiplication des fractures des particules, l'épaisseur ainsi diminue. La composition chimique des particules de poudre ne reste pas homogène, cette situation résulte de la présence d'une très fine taille cristalline.

3^{ème} ETAPE:

Les structures lamellaires deviennent fines et disparaissent éventuellement dans certains cas. Une composition chimique homogène est atteinte pour toutes les particules. On obtient alors la formation d'un nouvel alliage.

En général, les réactions entre solides entraînent la formation d'une ou plusieurs phases du produit à élaborer. Le taux de réaction est cependant limité.

Il est influencé par la surface de contact initiale et la diffusion à travers les phases du produit [59].

Concernant la mécanosynthèse, la réaction à l'état solide augmente généralement avec la durée de broyage et les différents changements de phases créés durant le processus [60,61]. Le phénomène répété de fracture et ressoudage de particules de poudre provoque, l'augmentation des surfaces de réaction.

Dès lors, le taux de diffusion se voit augmenter significativement suite à l'action alternative de la déformation plastique sous des températures relativement faibles.

L'objectif de notre travail est d'étudier l'énergie d'activation et la taille cristalline des particules de poudre et de prédire la variation de la diffusivité durant la mécanosynthèse.

3.2.2 Rappels théoriques sur la diffusion

La diffusion est un processus fondamental de la mécanosynthèse. Au cours des transformations du processus de diffusion, l'énergie libre de Gibbs diminue d'une quantité importante. A l'équilibre du système:

- La diffusion est stoppée;
- Le potentiel chimique des atomes est le même.

Il existe en général deux mécanismes communs par lesquels les atomes peuvent diffuser à travers le solide. Ils dépendent essentiellement du type de site occupé dans le cristallin :

- Les atomes substitutionnels diffusent généralement par mécanisme vacant (lacune);
- Les petits atomes interstitiels migrent en forçant leurs chemins entre les grands atomes.

Ces mécanismes jouent aussi un rôle dans la formation de nouveaux alliages durant le processus de mécanosynthèse bien que ce dernier s'effectue à une température ambiante.

Le processus de diffusion peut être présenté suivant la formule de la 2^{ème} loi de Fick :

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D_x \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} + D_y \frac{\partial^2 C}{\partial y^2} + D_z \frac{\partial^2 C}{\partial z^2} \quad (3.1)$$

Où :

- C : Concentration des atomes en solution;
- D_x: Diffusivité par rapport à la direction x;
- D_y: Diffusivité par rapport à la direction y;
- D_z: Diffusivité par rapport à la direction z;
- t : Temps de diffusion.

Lors d'une diffusion homogène :

$$D_x = D_y = D_z = D \quad (3.1 \text{ Bis})$$

Finalement, l'équation (3.1) peut s'écrire alors:

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D \left(\frac{\partial^2 C}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 C}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 C}{\partial z^2} \right) \quad (3.2)$$

L'équation (3.2) indique que le taux de diffusion est fonction de la diffusivité D. En général, la diffusivité [62] est une fonction de la température exprimée par l'équation ci-dessous de type Arrhenius :

$$D = D_0 \exp\left(\frac{-\Delta Q}{R_0 T}\right) \quad (3.3)$$

Où :

- D₀ : Constante du matériau ;
- ΔQ : Energie d'activation, J;
- R₀ : Constante des gaz parfaits, 8.314 J.mole⁻¹.K⁻¹ ;
- T : Température, K.

Dans le cas d'une dissolution commune de deux systèmes d'éléments, la diffusivité est une fraction de deux diffusivités différentes, D_A et D_B :

$$D = D_A \gamma_B + D_B \gamma_A \quad (3.4a)$$

Avec,

$$\gamma_A = \frac{C_A}{C} \quad (3.4b)$$

$$\gamma_B = \frac{C_B}{C} \quad (3.4c)$$

Où :

C_A : Concentration de l'atome A;

C_B : Concentration de l'atome B.

Durant la diffusion, l'atome interstitiel est déplacé à un interstice adjacent. Pour cela, une grande énergie doit être franchie comme le montre la figure 3.1a. L'augmentation de l'énergie libre est liée à une augmentation de l'énergie d'activation.

Cette même énergie d'activation est égale à la somme des énergies d'activation pour la formation des lacunes et leurs déplacements.

$$\Delta Q = \Delta Q_r + \Delta Q_m \quad (3.5)$$

Où :

ΔQ_r : Energie d'activation pour la création des vacants (lacunes);

ΔQ_m : Energie d'activation pour le déplacement des vacants (lacunes).

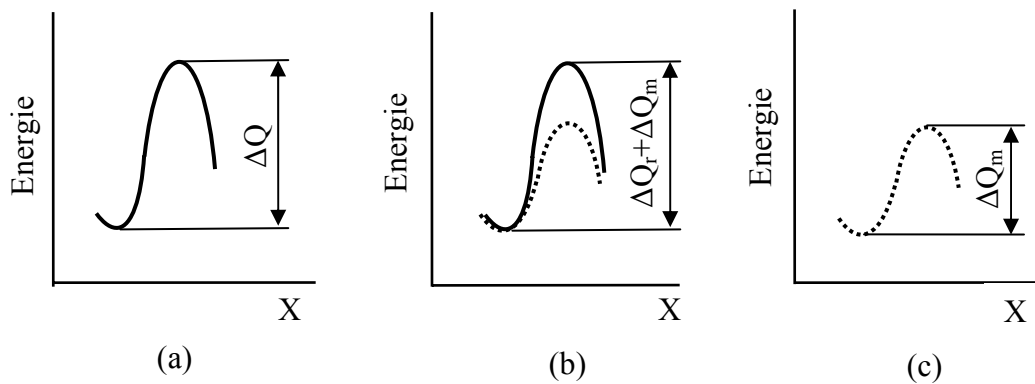


Figure 3.1 : Variation de l'énergie d'activation suivant la direction X [62].

Il apparaît que dans la plupart des processus de mécanosynthèse, la température est probablement un facteur faible, puisque la température engendrée par la collision des billes, est loin d'atteindre la température de diffusion des phases du produit.

Par contre, il existe un autre facteur important (diffusivité), qui a une influence dans les modes de diffusion. En mécanosynthèse, on remarque des grandeurs de la diffusivité le long :

- Du joint de grain (D_b);
- De la surface libre (D_s) ;
- Du réseau cristallin (D_l).

Elles sont classées dans cet ordre :

$$D_s > D_b > D_l \quad (3.6)$$

La figure 3.2 ci-dessous montre la relation entre la diffusion via la surface, le joint de grain et le réseau cristallin [58].

Ainsi, on peut remarquer que:

- La diffusion du réseau cristallin présente une pente plus importante par rapport à celle qui est plus faible pour la diffusion de la surface;
- La diffusion de la surface est plus faible, car c'est une région relativement en désordre;
- L'énergie d'activation dans les joints de grains est généralement plus grande en comparaison avec celle de la surface.

Il est admis que les énergies d'activation sont de l'ordre de quelques électro-voltes.

On conclusion, on peut affirmer :

- Pour de faibles températures, la diffusion de la surface est plus importante que celles du joint de grain et du réseau cristallin.
- Plus la température augmente, plus la diffusion est importante dans le joint de grain.

- A des températures plus élevées, la diffusion du réseau cristallin devient le mode principal du processus de mécanosynthèse [58].

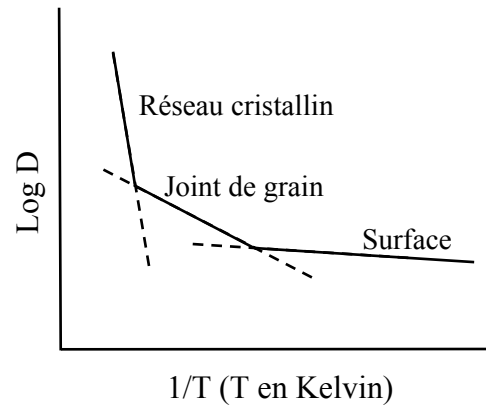


Figure 3.2 : Diffusion de la surface, du joint de grain et du réseau cristallin en fonction de l'inverse de la température [58].

En mécanosynthèse, le changement d'un mécanisme de diffusion par rapport à un autre, dépend de la nature des joints de grains et des surfaces. Pour prédire le changement, une formule simple peut être utilisée [58], en fait c'est une relation liant la diffusivité le long du joint de grain et les surfaces libres.

$$D_{eff} = (1 - F)D_l + FD_b \quad (3.7)$$

Où :

D_{eff} : Diffusion effective;

F : Fraction de surface du joint de grain dans le plan perpendiculaire à la direction de la diffusion.

Si le diamètre du grain est d , et l'épaisseur du joint de grains est e_0 , alors F peut être égale à :

$$F = \frac{2e_0}{d} \quad (3.8)$$

En général, la valeur de F est plus grande que celle donnée dans l'équation (3.8), car l'influence des dislocations doit être considérée comme un autre type de diffusion.

3.2.3 L'énergie d'activation et la diffusivité

La mécanosynthèse est un processus permettant la formation d'un grand nombre de défauts inévitables qui sont des microfissures à travers les surfaces libres lesquelles conduisent à une augmentation importante de l'énergie interne. A cause de la formation d'un grand nombre de défauts durant la mécanosynthèse, l'énergie d'activation nécessaire pour la diffusion peut être faible, voir la figure (3.1c) du paragraphe 3.2.2.

De même, le processus de mécanosynthèse favorise une diminution de l'énergie d'activation par la formation de plusieurs surfaces, joint de grains et sous joint de grains. Ces derniers participent à l'augmentation de la température de diffusion [63].

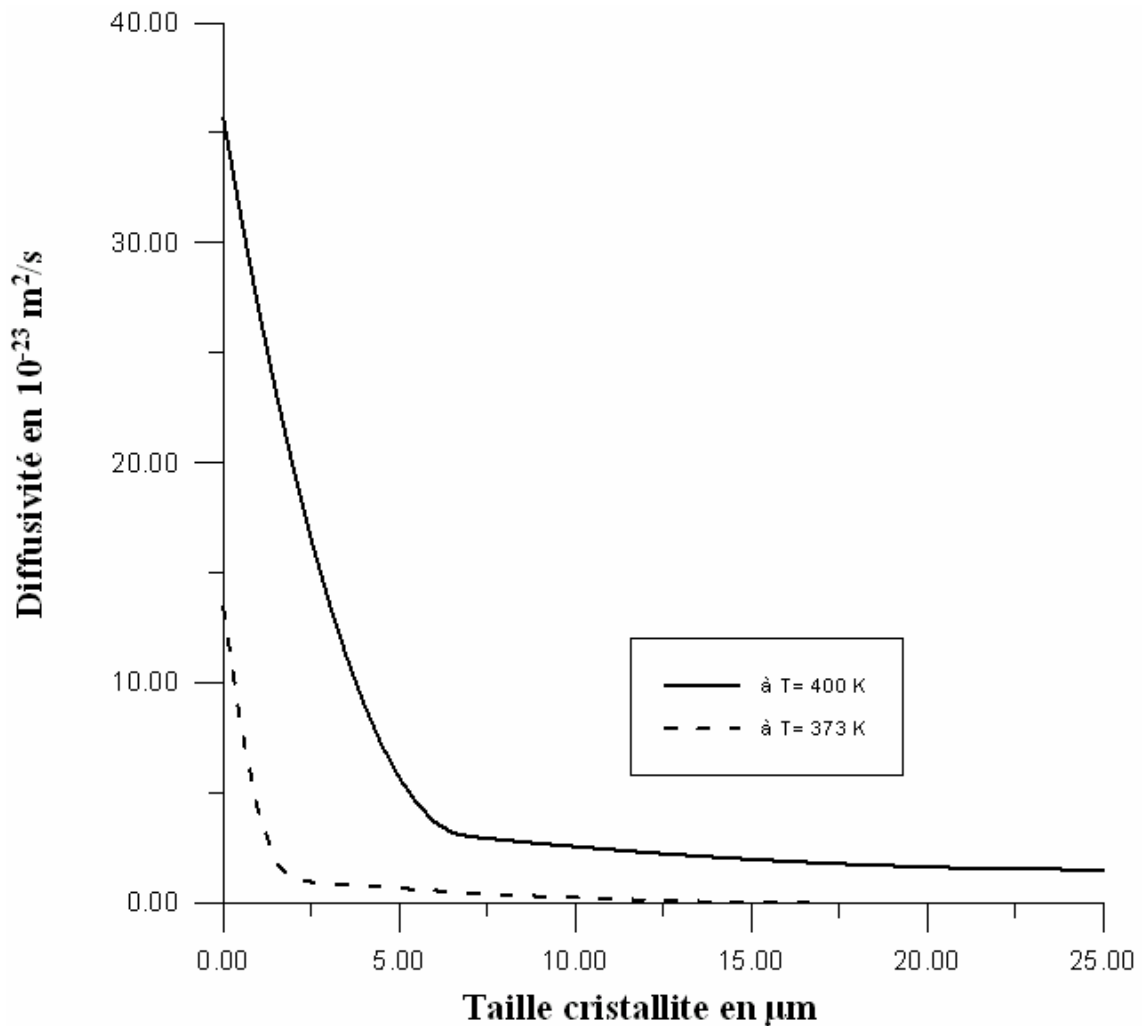


Figure 3.3 : Diffusivité en fonction de la taille cristallite [63].

La figure 3.3 montre la variation de la diffusivité en fonction de la taille des cristallites et de la température. On remarque que la diffusivité est très importante lorsque la taille des cristallites est d'ordre nanométrique, de même on remarque que la température influe fortement sur la diffusion des petites tailles de grains de poudre.

En comparant la diffusivité d'un grain de $2\ \mu\text{m}$ avec celui de $20\ \mu\text{m}$ pour des températures de $373\ \text{K}$ et $400\ \text{K}$, on constate que la diffusivité augmente approximativement de huit fois.

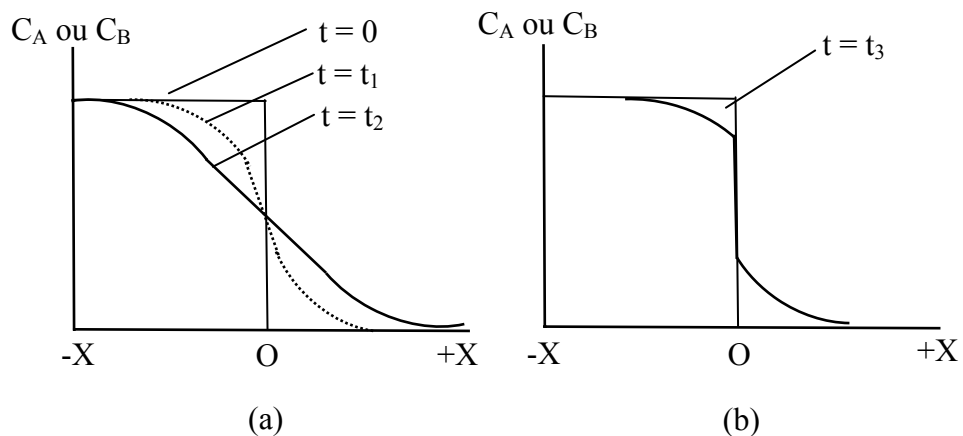


Figure 3.4: Variation de la concentration d'atome pour, (a) diffusion stable, et (b) diffusion après fracture des particules de poudre [63].

La figure (3.4a) représente la variation de la concentration d'atomes dans le cas d'une diffusion normale, représentée par l'équation (3.2). A la différence de la diffusion en mécanosynthèse, cette dernière est stable et diffère de l'équilibre de concentration d'atomes.

En conséquence, des surfaces nouvelles dont la composition est différente, s'unissent entre elles pour former de nouveaux couples de diffusion quand les particules de poudre commencent à se souder entre elles.

La figure (3.4b) représente l'allure de la nouvelle forme de diffusion. On peut observer ainsi que le processus de mécanosynthèse atteint à ce stade une meilleure diffusion.

3.2.4 Conclusion

La diminution de l'énergie d'activation et la variation du mode de diffusion, jouent un rôle très important dans la mécanosynthèse, bien que l'augmentation de la température peut aussi améliorer le processus de diffusion.

Les caractéristiques spécifiques de la diffusion dans la mécanosynthèse peuvent être comme suit :

- L'énergie d'activation est faible ;
- La diminution de l'énergie d'activation joue un rôle principal dans le processus de diffusion. L'aspect thermique induit la diffusion, les défauts des réseaux cristallins peuvent disparaître rapidement conduisant ainsi à une diminution du coefficient de diffusion. Ils contribuent probablement à une augmentation dans les cinétiques d'homogénéisation. Cependant, la densité des défauts durant la mécanosynthèse augmente avec le temps de broyage, il contribue ainsi significativement à des cinétiques d'homogénéisation ;
- La diffusion thermique est un processus d'équilibre, la couche inter-diffusion est fracturée par broyage permettant la création des surfaces nouvelles avec des compositions différentes. Finalement, le processus répété de fracture et soudage augmente d'une part, les surfaces de diffusion, d'autre part les cinétiques de diffusion ;
- Selon les différents auteurs, la diffusivité croit lorsqu'on réduit, d'un côté, la taille des grains et la création de plusieurs surfaces libres, d'un autre côté, l'augmentation de la température ;
- Pour le broyage à des températures relativement faibles, on utilise la mécanosynthèse.

3.3 Modèle et analyse

Durant le processus de mécanosynthèse, les fragments de particules de poudre se trouvent pris dans les collisions entre les billes comme le montre la figure 3.5 et la figure 3.6.

Automatiquement des interfaces propres sont mises en contact intime créant des soudures froides entre les particules et formant ainsi des couches de poudre compactes et aplaties.

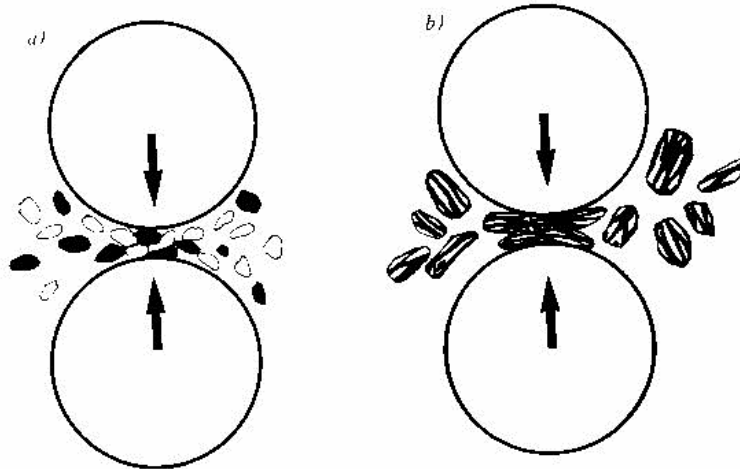


Figure 3.5 : Schéma de la dynamique, fragmentation et de ressoudage des poudres lors du broyage [62].

La taille des fragments de poudre, contenant une multitude de particules est un paramètre qui évolue au cours du processus de broyage et dépend de l'équilibre entre la rupture et le soudage à froid des fragments de poudre compacte. Ce processus n'est pas infini, il atteint un état d'équilibre.

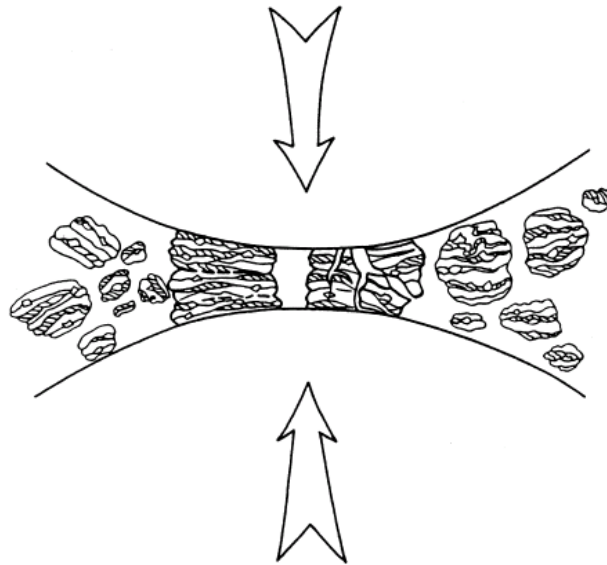


Figure 3.6 : Poudre entre deux billes durant le processus de mécanosynthèse [23].

3.4 Température de contact pendant l'impact

La collision entre deux billes et la poudre compacte peut être modélisée en adoptant deux hypothèses, à savoir que :

- Le temps d'impact $\Delta\tau$ est évalué par la théorie hertzienne des impacts élastiques [28] ;
- Le flux d'énergie à la surface de la poudre compacte est uniforme sur toute la surface de contact, il est considéré constant pour toute période inférieure à $\Delta\tau$.

Ce sont des hypothèses représentatives du moment où l'impact a lieu. Cet impact est seulement perturbé par la présence d'une petite quantité de poudre qui représente une toute petite surface de contact.

La figure 3.7 représente schématiquement la prise de la poudre compacte entre deux billes pendant la collision.

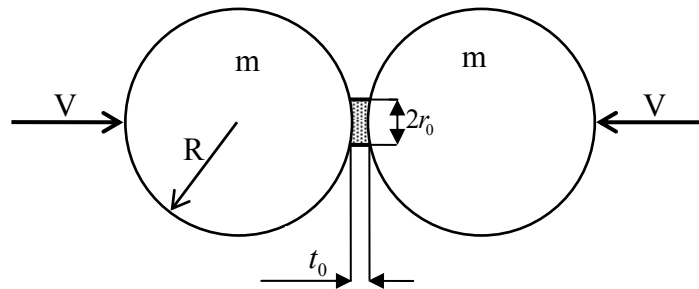


Figure 3.7 : Représentation schématique de la poudre compacte prise entre deux billes pendant la collision [28].

La même poudre compacte est représentée dans la figure 3.8, par un disque d'épaisseur t_0 et de rayon r_0 [65]. Ce rayon peut être considéré comme le rayon de la surface de contact des deux billes qui sont en collision élastique. Ainsi, Certains auteurs assurent que l'épaisseur de la poudre compactée t_0 diminue, lorsque son diamètre augmente selon la loi [65] :

$$t_0 = \frac{k}{\sqrt{D}} \quad (3.9)$$

Avec :

k : Une constante ;

$D = 2r_0$: Diamètre de la poudre compacte, m.

Cette approche se réfère à une approximation d'un disque mince.

L'énergie cinétique des billes est dissipée en déformation élastique, celle de la poudre compacte en déformation plastique [28].

L'énergie cinétique totale de chaque bille est :

$$E_c = \frac{1}{2}mv^2 \quad (3.10)$$

Où :

m : La masse de la bille, Kg;

v : La vitesse relative de la bille au moment de l'impact, m/s.

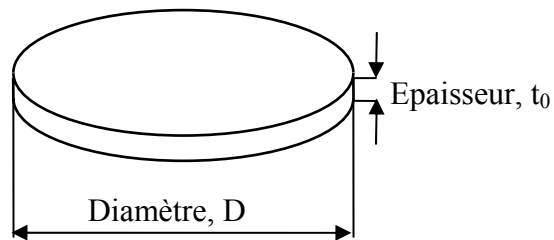


Figure 3.8: Représentation schématique de la poudre compacte [65].

L'analyse effectuée par D.R.Maurice et T.H.Courtney [66], montre que seule une petite fraction β de l'énergie disponible est utilisée dans le processus de la déformation plastique. Ainsi, ils montrent que l'énergie plastique U_p dissipée est totalement convertie en chaleur pendant la collision, telle que :

$$U_p = \beta E_c \quad (3.11)$$

Avec :

β : Coefficient de déformation plastique de la bille ;

E_c : Energie cinétique de la bille, J.

Une quantité équivalente de chaleur Q se manifeste à chaque zone de contact.

3.5 Modélisation du processus thermique

La modélisation thermique du processus se fera suivant deux modèles :

- **Le premier**, considère le processus de collision comme un événement discret et la partie de l'énergie d'impact qui cause la déformation plastique est un flux de chaleur constant durant un temps d'impact fini équivalent à $\Delta\tau$;

- **Le second**, considère que le flux de chaleur causé par la dissipation de l'énergie plastique agit instantanément à l'instant $t=0$.

3.5.1 Premier modèle (Bille assimilée à un corps semi-infini)

Dans cette modélisation on aura à considérer deux approches différentes selon notre volume de contrôle que l'on joindra finalement pour avoir la température de contact.

La première approche considère que la poudre compacte accolée à la bille est un corps semi-infini.

Par contre, la seconde prendra compte uniquement de la poudre compacte où le traitement thermique se fera suivant le modèle d'une fine plaque à une dimension.

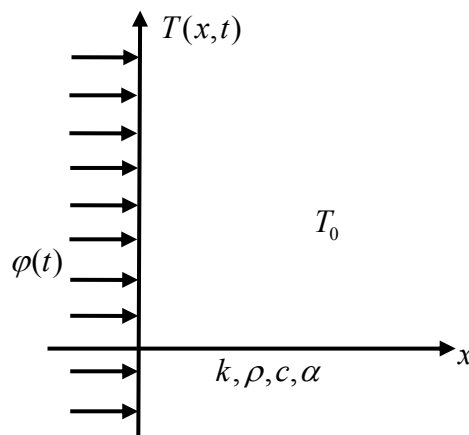


Figure 3.9 : Modèle du mur semi-infini [67].

En assimilant la bille à un mur semi-infini, à la température initiale égale à T_0 , est imposée un flux constant φ_0 comme représentée dans la figure 3.9.

Partant de là, pour trouver la température de contact on aura à chercher la réponse à un flux extérieur constant.

Il s'agit de déterminer la solution $T(x,t)$ du système [67], alors on aura:

$$\frac{\partial T}{\partial t} = \alpha \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} \quad (3.12a)$$

De plus, le flux de chaleur à l'état initial par rapport à la direction x est :

$$-k \frac{\partial T(0,t)}{\partial x} = \varphi_0 \quad (3.12b)$$

D'après les conditions aux limites et initiales :

$$T(x \rightarrow \infty, t) = T_0 \quad (3.12c)$$

$$T(x, t = 0) = T_0 \quad (3.12d)$$

Dans la mesure où α est une constante (condition d'obtention de 3.12a), l'équation d'énergie peut être écrite en terme de flux :

$$\varphi(x,t) = -k \frac{\partial T}{\partial x} \quad (3.13)$$

On obtient alors le système en $\varphi(x,t)$:

$$\frac{\partial \varphi}{\partial t} = \alpha \frac{\partial^2 \varphi}{\partial x^2} \quad (3.14a)$$

$$\varphi(0,t) = \varphi_0 \quad (3.14b)$$

$$\varphi(x \rightarrow \infty, t) = 0 \quad (3.14c)$$

$$\varphi(x,0) = 0 \quad (3.14d)$$

L'utilisation de la transformée de Laplace nous donne :

$$\int_0^{\infty} e^{-st} \varphi_{xx} dt = \int_0^{\infty} \frac{1}{\alpha} e^{-st} \varphi_t dt \quad (3.15)$$

Et l'intégration par partie nous donne la relation suivante:

$$\frac{d^2 \varphi}{dx^2} = -\frac{1}{\alpha} \varphi(x,0) + \frac{s}{\alpha} \varphi \quad (3.16)$$

Remplaçons l'équation (3.14d) dans l'équation (3.16), on obtient l'équation aux dérivées totales :

$$\frac{d^2 \varphi}{dx^2} - \frac{s}{\alpha} \varphi = 0 \quad (3.17)$$

L'utilisation des deux conditions aux limites nous donne finalement:

$$\varphi(0, s) = \int_0^{\infty} \varphi(0, t) e^{-st} dt = \int_0^{\infty} \varphi_0 e^{-st} dt = \frac{\varphi_0}{s} \quad (3.18a)$$

$$\varphi(x \rightarrow \infty, s) = \int_0^{\infty} e^{-st} \varphi(x \rightarrow \infty, t) dt = \int_0^{\infty} e^{-st} (0) dt = 0 \quad (3.18b)$$

La forme générale de l'équation d'énergie $\varphi(x, s)$ est :

$$\varphi(x, s) = A e^{-x\sqrt{\frac{s}{\alpha}}} + B e^{x\sqrt{\frac{s}{\alpha}}} \quad (3.19)$$

Avec :

Le coefficient B nul d'après la condition à la limite (3.18b).

La condition (3.18a) conduit à la relation :

$$A = \frac{\varphi_0}{s} \quad (3.20)$$

D'où alors l'équation d'énergie $\varphi(x, s)$ est :

$$\varphi(x, s) = \frac{\varphi_0}{s} e^{-x\sqrt{\frac{s}{\alpha}}} \quad (3.21)$$

La solution en $\varphi(x, t)$ est donnée par la transformée de Laplace à $t \neq 0$ est égale à:

$$\varphi(x, t) = \varphi_0 \left[1 - \operatorname{erf} \left(\frac{x}{2\sqrt{\alpha t}} \right) \right] \quad \text{avec } t \neq 0 \quad (3.22)$$

Où encore :

$$\varphi(x,t) = \varphi_0 \cdot \operatorname{erfc}\left(\frac{x}{2\sqrt{\alpha t}}\right) \quad (3.23)$$

Où :

$\operatorname{erfc}(u)$ désigne la fonction d'erreur complémentaire de u .

La solution en terme de températures est déduite immédiatement de (3.23), en utilisant les conditions (3.12 c), et (3.12 d), ainsi que la loi de Fourier :

$$T(x,t) = T_0 + \frac{2\varphi_0\sqrt{\alpha t}}{k} \int_{x/2\sqrt{\alpha t}}^{\infty} \operatorname{erfc}(u') du' , \quad \frac{\alpha t}{L^2} \ll 1 \quad (3.24)$$

Où :

$$T(x,t) = T_0 + \frac{2\varphi_0\sqrt{t}}{\sqrt{k\rho c}} \int_{x/2\sqrt{\alpha t}}^{\infty} \operatorname{erfc}(u') du' , \quad \frac{\alpha t}{L^2} \ll 1 \quad (3.25)$$

Où enfin :

$$T(x,t) = T_0 + \frac{2\varphi_0\sqrt{\alpha t}}{k} \operatorname{ierfc}\left(\frac{x}{2\sqrt{\alpha t}}\right) \quad (3.26)$$

Le contact entre deux corps selon le modèle du mur semi-infini sera donc gouverné par rapport à des effusivités. L'effusivité étant $\sqrt{k\rho c}$, elle caractérise la réponse du système aux instants qui suivent immédiatement une perturbation. Un système de grande effusivité verra sa température plus faiblement perturbée qu'un système de faible effusivité.

La figure 3.10 représente l'allure de la température en fonction de la variable spatiale (x) et de la variable temporelle (t), dans un corps considéré comme étant semi-infini. Les courbes obtenues émanent de la représentation graphique de l'équation (3.26).

Les abscisses représentent différents points du corps semi-infini, où le point $x = 0$ représente la paroi. Les ordonnées représentent la température du corps considéré en degré Celsius. Ils ont comme paramètre le temps de contact t exprimé en microsecondes.

On remarque que pour:

- Plus des valeurs de $x \rightarrow \infty$, la température tend vers une valeur qui représente la température initiale du corps.

- Plus le temps de contact est court, moins la température du corps au point de contact est petite.

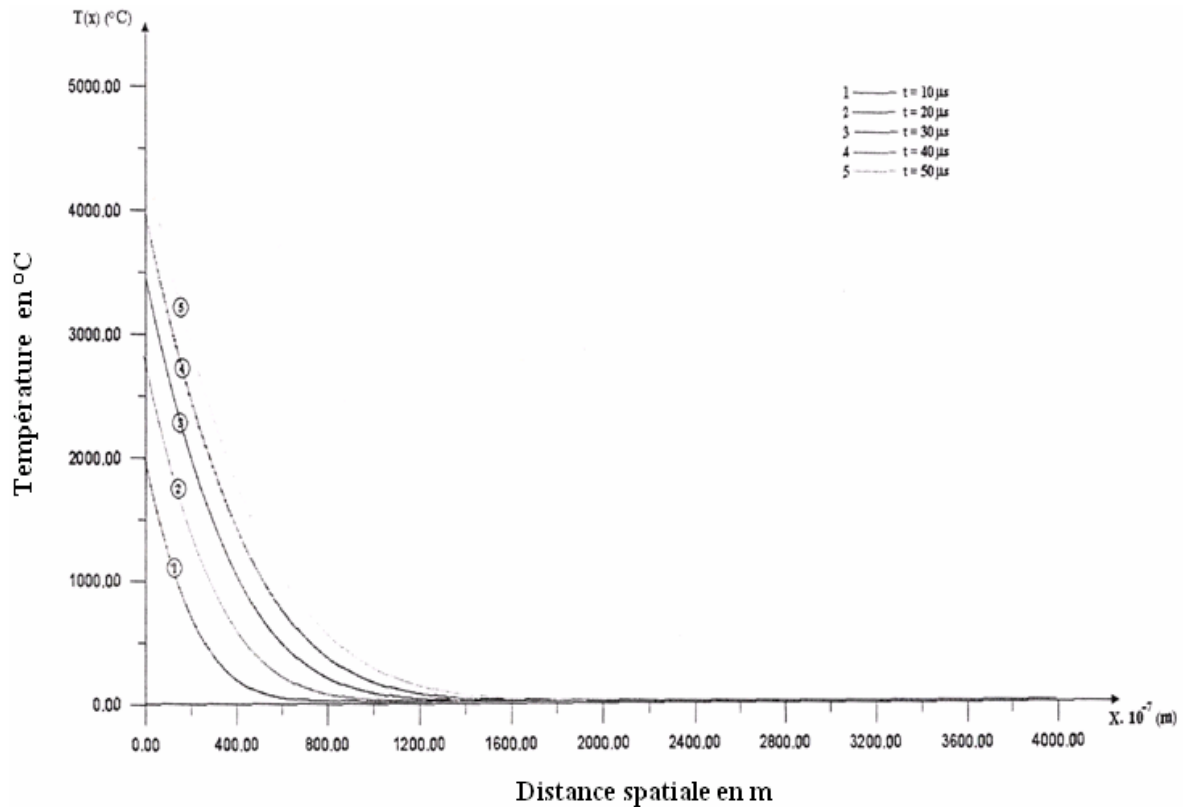


Figure 3.10 : Température d'un corps semi-infini en fonction de la distance spatiale [68].

Ce qui concorde bien avec les hypothèses du modèle du mur semi-infini ainsi que la condition limite qui expriment que l'extrémité d'un corps reste toujours à la température initiale et ne sera pas affectée par le flux de chaleur imposé à la paroi.

3.5.2 Deuxième modèle (la bille est un corps infini)

Dans le cas de ce modèle, on considère que la bille est une sphère de rayon R_b comme représentée dans la figure 3.11. Ce modèle n'est possible que dans trois cas. Son équation de la conduction de chaleur est donnée par J.R Harris [65] comme suit:

$$\frac{1}{r} \frac{\partial^2 \bar{T}}{\partial r^2} = \frac{1}{a} \frac{\partial \bar{T}}{\partial t} \quad , \quad \bar{T} = T - T_0 \quad (3.27)$$

1^{er} Cas : Température de surface imposée

Nous considérons ici une sphère de rayon R_b avec une température initiale uniforme T_i à laquelle est imposée une température de surface T_0 quelconque [69].

$$T(r,t) = T_0 + \frac{2R_b(T_0 - T_i)}{\pi R_b} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{(-1)^n}{n} \sin\left(\frac{n\pi r}{R_b}\right) \exp\left(-\frac{an^2\pi^2 t}{R_b^2}\right) \quad (3.28)$$

2^{ème} Cas : Flux imposé

Nous considérons ici une sphère de rayon R_b avec une température initiale uniforme T_i à laquelle on impose brutalement une température de surface T_0 [70].

$$T(r,t) = \frac{3\phi_0 t}{\rho c R_b} + \frac{\phi_0(5r^2 - 3R_b^2)}{10\lambda R_b} - \frac{2\phi_0 R_b^2}{\lambda r} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{\sin\left(\frac{\omega_n r}{R_b}\right)}{\omega_n^2 \sin(\omega_n)} \exp\left(-\frac{\lambda \omega_n^2 t}{R_b^2}\right) \quad (3.29)$$

3^{ème} Cas : Coefficient de transfert par convection imposé

Nous considérons ici une sphère de rayon R_b à la température initiale uniforme T_i à laquelle on suppose la présence d'un échange convectif (avec un coefficient h) avec le milieu ambiant à la température T_0 [70].

$$T(r,t) = T_0 + \frac{2h(T_i - T_0)}{\lambda R_b} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{R_b^2 \omega_n^2 + \left(\frac{hR_b}{\lambda} - 1\right)^2}{\omega_n^2 \left[R_b^2 \omega_n^2 + \frac{hR_b}{\lambda} \left(\frac{hR_b}{\lambda} - 1\right) \right]} \sin(\omega_n R_b) \sin(\omega_n r) \quad (3.30)$$

Où :

ω_n : ($n = 1, 2, \dots$) sont les racines de l'équation.

Avec :

$$\omega R_b \cot g(\omega R_b) - \frac{hR_b}{\lambda} - 1 = 0 \quad (3.31)$$

Où :

R_b : rayon de la sphère, m.

Nous reproduisons sur la figure 3.11 ci-dessous, les trois (03) cas du modèle représentant la bille comme un corps infini.

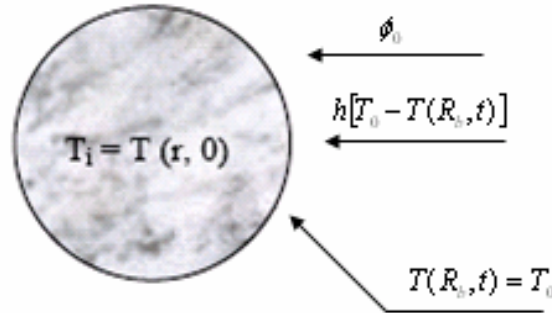


Figure 3.11 Représentation des 3 cas sur une sphère infinie [65] [44].

3.6 Modélisation thermique en mécanosynthèse

Après avoir présenté les modèles mathématiques du processus thermique pour le cas général, nous développerons ces mêmes outils pour le cas de la mécanosynthèse.

3.6.1 Première approche (cas semi-infini)

Dans le cas de mécanosynthèse, comme le montre la figure 3.12, on modélise le processus de transfert de chaleur dans la surface de contact de la bille par un milieu semi-infini avec un flux de chaleur q_1 sur une petite surface circulaire de rayon r_0 .

On peut considérer cette approximation comme raisonnable du fait que la surface de contact pendant l'impact est très petite comparée à la surface de la bille [28].

Initialement à $t=0$, le flux de chaleur fourni est considéré comme étant constant. Il est exprimé par q_1 suivant la relation ci-dessous :

$$q_1 = \frac{(1-\delta)Q}{\pi r_0^2 \Delta \tau} \quad (3.32)$$

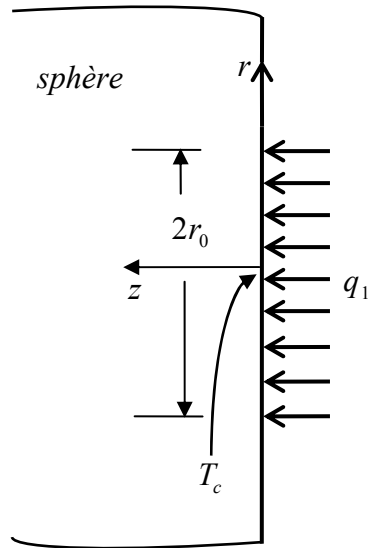


Figure 3.12: Assimilation de la bille à un corps semi-infini [28].

Où :

δ : représente la fraction de la chaleur produite dans la poudre ;

$(1-\delta)$: représente la fraction produite dans la bille ;

Q : représente une quantité moyenne engendrée par le processus de déformation totale après une période $\Delta\tau$.

Concernant la température de contact, elle est donnée par la relation suivante :

$$T_c = T_0 + \frac{2q_1\sqrt{\alpha_s\Delta\tau}}{K_s} \left\{ \frac{1}{\sqrt{\pi}} - \text{ierfc} \frac{r_0}{2\sqrt{\alpha_s\Delta\tau}} \right\} \quad (3.33)$$

Avec :

α_s : La diffusivité thermique de la bille en m^2/s ;

K_s : La conductivité thermique de la bille en $\text{J}/\text{s.m.} \text{ } ^\circ\text{K}$;

T_0 : La température ambiante en $^\circ\text{K}$.

La durée de l'impact $\Delta\tau$ et le rayon de contact r_0 se calculent suivant l'analyse hertzienne par les relations (3.34 et 3.35) [28].

$$\Delta\tau = 2.787V^{-0.2} \left(\frac{\rho_s}{E} \right)^{0.4} R_b \quad (3.34)$$

$$r_0 = 0.9731V^{0.4} \left(\frac{\rho_s}{E} \right)^{0.2} R_b \quad (3.35)$$

Où :

E: Module d'Young, N/m²;

R_b : Rayon de la bille, m.

3.6.2 Deuxième approche (**cas plaque plane**)

Pour cette deuxième approche, la géométrie de l'écoulement de chaleur dans la poudre compacte peut être modélisée par une plaque plane à une dimension (figure 3.13) sur une surface $x=t_0/2$, avec un flux de chaleur q_2 donné par :

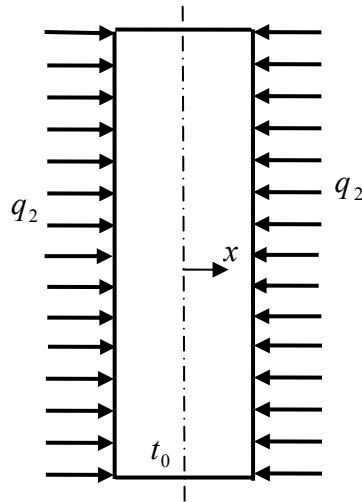


Figure 3.13 : Assimilation de la poudre compacte à une plaque Plane à une dimension [28].

$$q_2 = \frac{\delta Q}{\pi r_0^2 \Delta\tau} \quad (3.36)$$

Où :

δ : Fraction de la chaleur produite dans la poudre;

Q : Quantité moyenne engendrée par le processus de déformation totale, J;

r_0 : Rayon de la poudre compacte, m;

$\Delta\tau$: Temps d'impact, s.

Pour des raisons de symétrie [28], aucun écoulement de chaleur ne traverse le plan moyen, de même on négligera les pertes de température à travers les extrémités libres de la poudre compacte, ceux qui, en réalité est vrai à cause de la grandeur du rapport $2r_0/t_0$.

La distribution de la température à la fin de l'impact est donnée par l'équation ci-dessous :

$$T(x) = T_0 + \frac{2q_2\Delta\tau}{\rho_c C_p t_0} + \frac{q_2 t_0}{2K_c} \left\{ \frac{12x^2 - t_0^2}{6t_0^2} - \frac{2}{\pi^2} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{(-1)^n}{n^2} \exp\left(-\frac{4n^2\pi^2\alpha_c\Delta\tau}{t_0^2}\right) \cos\left(\frac{2n\pi x}{t_0}\right) \right\} \quad (3.37)$$

Où :

c: indice se référant aux quantités connexes à la poudre compacte.

Ainsi, la température de contact en $x = t_0/2$ est donnée par la relation suivante:

$$T_c = T_0 + \frac{2q_2\Delta\tau}{\rho_c C_p t_0} + \frac{q_2 t_0}{2K_c} \left\{ \frac{1}{3} - \frac{2}{\pi^2} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{(-1)^n}{n^2} \exp\left(-\frac{4n^2\pi^2\alpha_c\Delta\tau}{t_0^2}\right) \cos(n\pi) \right\} \quad (3.38)$$

La continuité de la température implique une équivalence entre la température de contact donnée par la relation (3.33) et celle donnée par la relation (3.38) ce qui nous conduit à la relation (3.39) [28] :

$$\frac{2q_1\sqrt{\alpha_s\Delta\tau}}{K_s} \left\{ \frac{1}{\sqrt{\pi}} - \operatorname{ierfc} \frac{r_0}{2\sqrt{\alpha_s\Delta\tau}} \right\} = \frac{2q_2\Delta\tau}{\rho_c C_p t_0} + \frac{q_2 t_0}{2K_c} \left\{ \frac{1}{3} - \frac{2}{\pi^2} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{(-1)^n}{n^2} \exp\left(-\frac{4n^2\pi^2\alpha_c\Delta\tau}{t_0^2}\right) \cos(n\pi) \right\} \quad (3.39)$$

La fraction δ de la chaleur partagée entre la poudre compacte et la bille peut être obtenue par la relation (3.38). Concernant le profil de température, il pourra être déterminé par l'équation (3.33).

3.6.3 Troisième approche (cas source plane instantanée)

Jusqu'ici, l'analyse de la température engendrée par l'impact dans la poudre compacte considérait le processus de collision comme un événement et que la partie de l'énergie d'impact à l'origine de la déformation plastique est un flux de chaleur constant durant un temps d'impact fini équivalent à $\Delta\tau$.

Considérons maintenant l'approche où le flux de chaleur causé par la dissipation de l'énergie plastique agit à l'instant $t=0$, à la surface de contact. Dans ce cas, on négligera les effets de la présence de la poudre compacte, de ce fait on modélisera le système par une source plane instantanée de rayon r_0 dans le plan $z=0$ à l'instant $t=0$ comme le montre la figure 3.14.

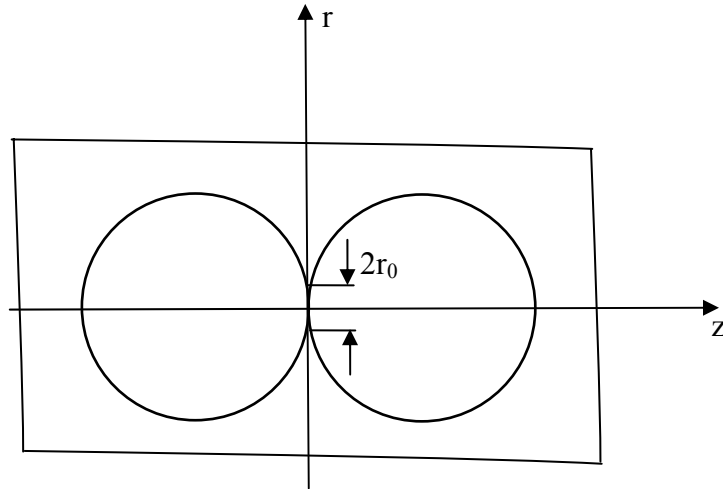


Figure 3.14: Assimilation du système à une source plane instantanée [28].

Dans ce cas la température de contact T_c à la fin de l'impact sera donnée par la relation (3.40) citée en dessous:

$$T_c = \frac{Q}{2\pi r_0^2 \rho_s C_{ps} \sqrt{\pi \alpha_s \Delta \tau}} \left\{ 1 - \exp\left(-\frac{r_0^2}{4\alpha_s \Delta \tau}\right) \right\} \quad (3.40)$$

Où,

ρ_s : Densité volumique de la bille, Kg/m^3 ;

C_{ps} : Chaleur spécifique de la bille, $\text{J/Kg} \cdot ^\circ\text{K}$.

CHAPITRE 4

RESULTATS ET DISCUSSIONS

4.1 Introduction

Plusieurs études ont montré que l'élévation de la température au cours de la mécanosynthèse joue un rôle très important sur la structure des phases induites par broyage [28].

En effet, l'amorphisation, la cristallisation et/ou l'obtention d'un composé intermétallique n'est pas uniquement le fruit d'un broyage intensif mais aussi le résultat d'un chauffage.

Hélas, la température locale est difficile à mesurer directement en raison de son caractère microscopique. Malgré tout, certains auteurs [35] ont essayé d'en déterminer des valeurs aussi précises que possible, soit directement par des mesures infrarouges, soit indirectement en utilisant la connaissance des températures des transformations de phases ou des coefficients de diffusion.

Notre travail dans ce chapitre consistait à élaborer un programme qui permettra de calculer la température de contacts entre bille-poudre et bille-bille durant le broyage, en utilisant toutes les équations développées aux chapitres 2 et 3, en faisant varier les paramètres suivants :

a) Paramètres géométriques

- Diamètre de la bille, D_b ;
- Position angulaire du plateau θ par rapport à celle de la jarre α ;
- Distance entre le centre du plateau et le centre de la jarre ;
- Rayon de la jarre.

b) Paramètres dynamiques

- Rapport des vitesses de rotation de la jarre et du plateau, $\frac{\omega}{\Omega}$;
- L'énergie cinétique de choc, E_c ;
- La fréquence de choc, f_c ;
- La puissance de choc, P_c .

c) Paramètres thermophysiques

- La conductivité thermique, la chaleur spécifique et la masse volumique.

4.2 Conditions de broyage

Toute notre étude a été réalisée avec un broyeur planétaire type « PM 400 » de marque Retsch (figure 4.1). Il permet le broyage à sec et à l'état humide. Ci-joint, les principales caractéristiques de ce broyeur :



Figure 4.1 : Broyeur planétaire type PM 400 [71].

- Le diamètre du plateau, $D_p = 244.4$ mm ;
- Le diamètre de la jarre, $D_j = 64.4$ mm ;
- Le cercle diamétral passant par le centre de la jarre, $D = 150$ mm ;
- La distance entre le centre du plateau et le centre de la jarre, $R = 75$ mm ;
- Coefficient de déformation plastique de la bille, $\beta = 0.06$;
- Nombre de billes utilisées dans la jarre, $N_b = 12$;
- Le rapport des masses de billes sur celle de la poudre, $R_{PB} = 0.84, 2.83, 6.70$ et 22.62 correspondant respectivement aux diamètres de billes, $d = 10$ mm, $d = 15$ mm, $d = 20$ mm et $d = 30$ mm ;
- Masse de poudres Al, Ti = 60 g.

Concernant la poudre à broyer, nous avons considéré celle de l'aluminium et du titane (voir appendice B). Ce sont des matériaux très largement utilisés en aéronautique.

Les billes sont en acier inoxydable.

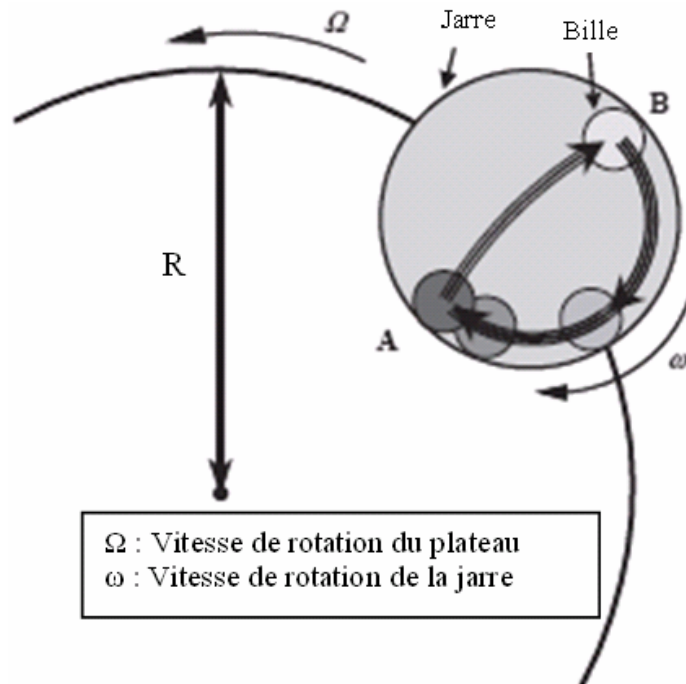


Figure 4.2 : Mouvement de la bille à l'intérieur de la jarre [72].

Sur la figure 4.2, nous représentons le mouvement de la bille à l'intérieur de la jarre [71] qui est de type alternatif sinusoïdal.

Concernant les propriétés thermophysiques des poudres d'aluminium et de titane ainsi que des billes, elles sont les suivantes :

Tableau 4.1 : Propriétés thermophysiques des billes et des poudres [73].

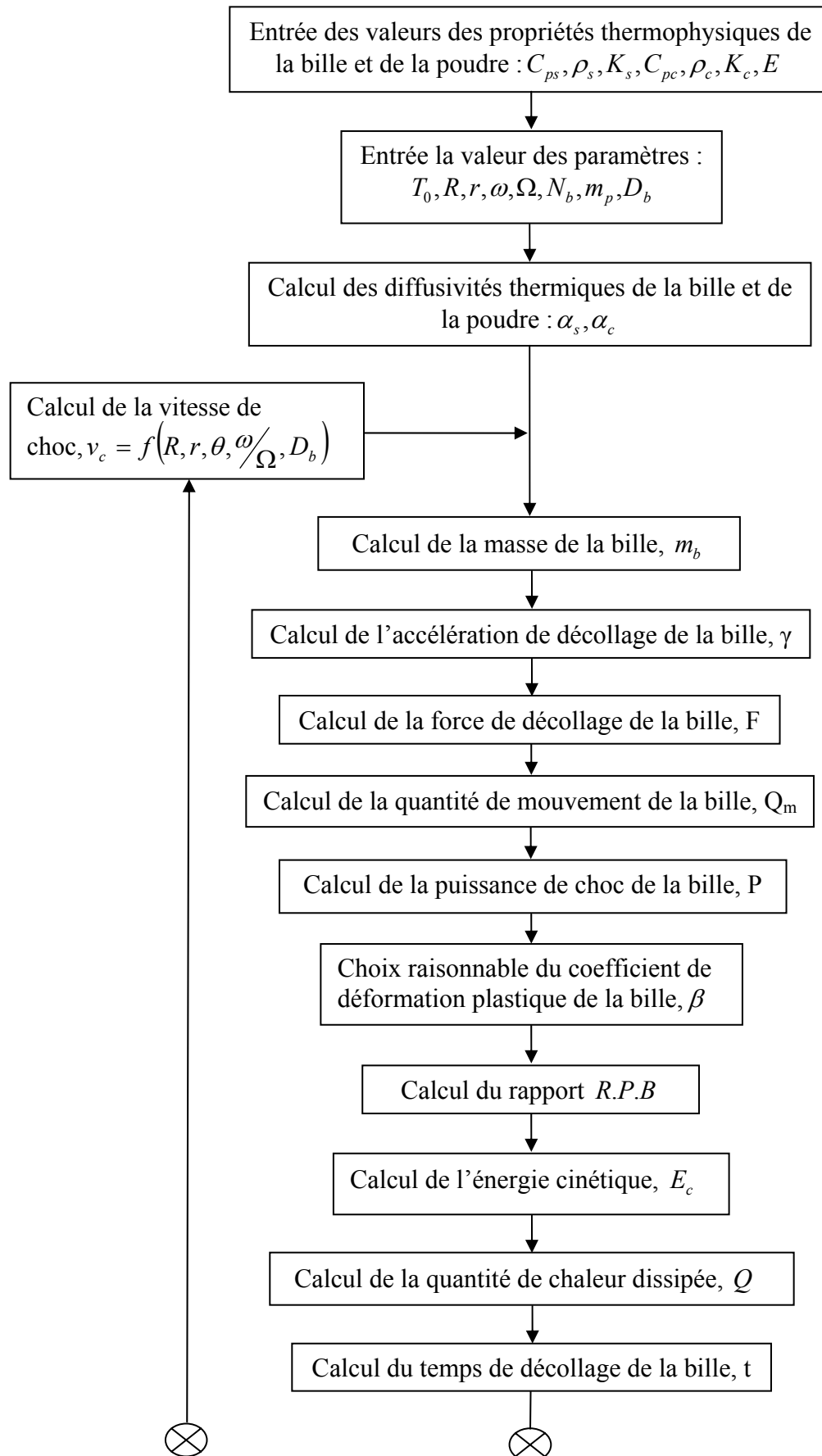
Matériaux	Conductivité thermique [W/m.K]	Chaleur Spécifique [J/Kg.K]	Densité [Kg/m³]	Module d'Young [N/m²]
Aluminium	238	917	2700	$0.69 \cdot 10^{11}$
Titane	16	528	4500	$1.14 \cdot 10^{11}$
Acier inoxydable (billes)	16.2	50	8000	$2 \cdot 10^{11}$

4.3 Programme de calcul

Le programme de calcul a été élaboré avec le langage Fortran 90. Ce dernier permet d'étudier l'influence de la variation des différents paramètres physiques sur la température de broyage.

Il est composé de plusieurs étapes :

- Introduction des données constantes des paramètres physiques ;
- 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 de l'accélération de décollage de la bille ;
- Calcul de la force de décollage ou de collision de la bille ;
- Calcul de l'énergie cinétique de choc de la bille ;
- Calcul de la fréquence de choc de la bille ;
- Calcul de la puissance de choc de la bille ;
- Calcul de la quantité chaleur dissipée ;



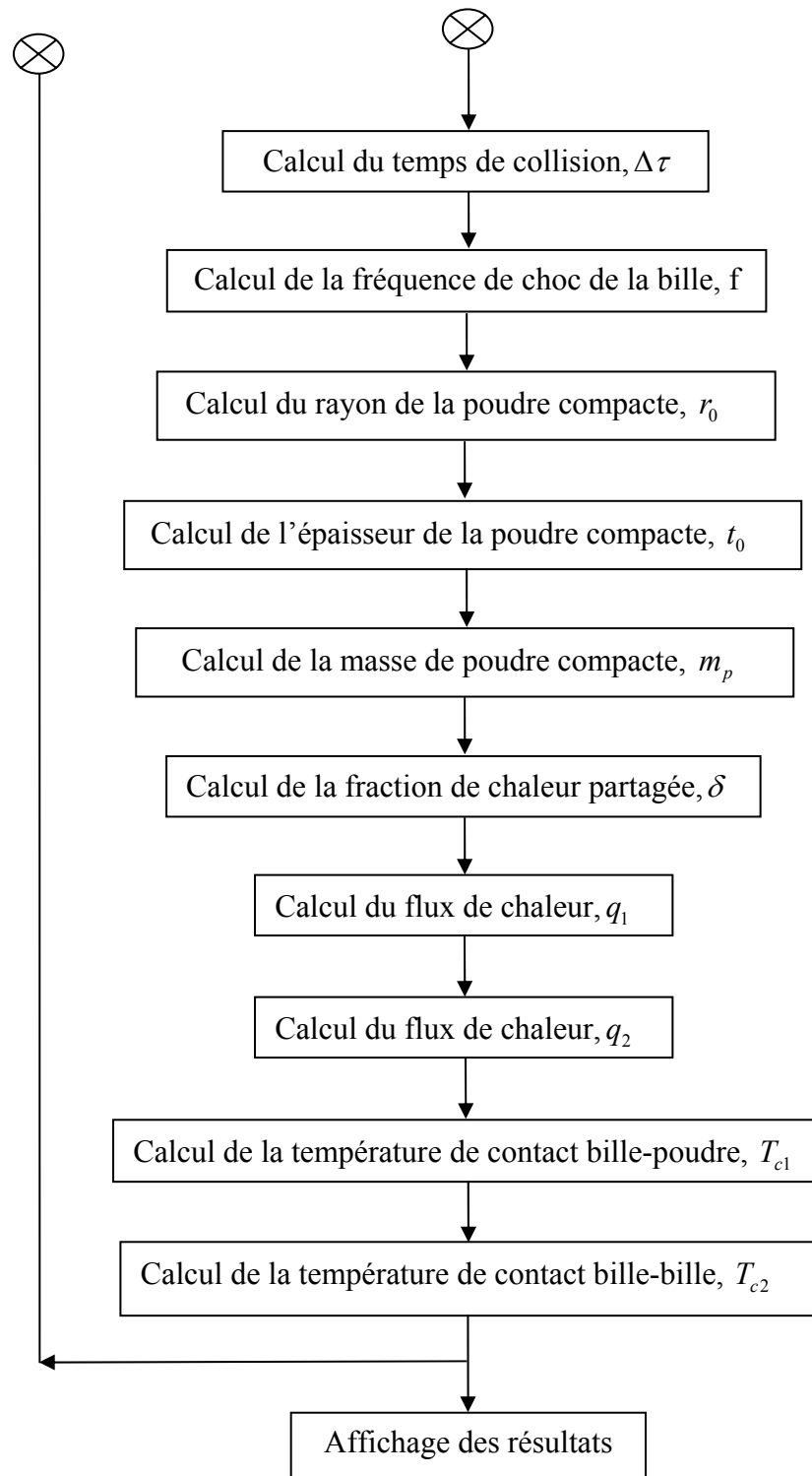


Figure 4.3 : Schéma de calcul de la température de broyage.

- Calcul du flux de chaleur pour la bille et la poudre ;

- Calcul des températures de contacts bille-poudre et bille-bille;
- Affichage des résultats.

Le programme élaboré est schématisé par l'organigramme ci-dessus.

Une fois élaboré, ce programme nous permet comme indiqué précédemment, l'étude de l'influence de plus qu'aux paramètres dont nous présentons par la suite des résultats relatifs.

4.4 Influence de la position angulaire du plateau

Après avoir développé notre programme de calcul, nous avons étudié la variation des principaux paramètres physiques, dynamiques et thermophysiques ayant une influence directe sur la variation de la température à l'intérieur de la jarre tout en faisant varier l'angle θ du plateau (0° - 360°).

4.4.1 Température de contact Bille-Bille en fonction de la vitesse de choc.

L'évolution de la température de contact bille-bille en fonction de la vitesse de choc est représentée dans la figure 4.4.

Le comportement des deux modèles (diamètre: 10 et 30 mm) semble identique. Nous pouvons noter que les valeurs de la température de contact sont croissantes, les plus élevées sont celles de la bille de 30 mm.

En effet, la vitesse de choc de la bille dépend des vitesses de rotation de la jarre et du plateau. De plus, la différence d'énergie cinétique ΔE avant et après le choc ne peut être dissipée entièrement dans le matériau, sous forme de défauts, une dissipation d'énergie par effet de joule est à considérer au niveau des surfaces des billes. C'est pour cette raison, qu'on assiste à des élévations de températures locales.

L'énergie cinétique de choc augmente en fonction du rayon de la bille utilisée. Ceci est lié à l'augmentation de la masse de cette dernière (\varnothing 30 mm).

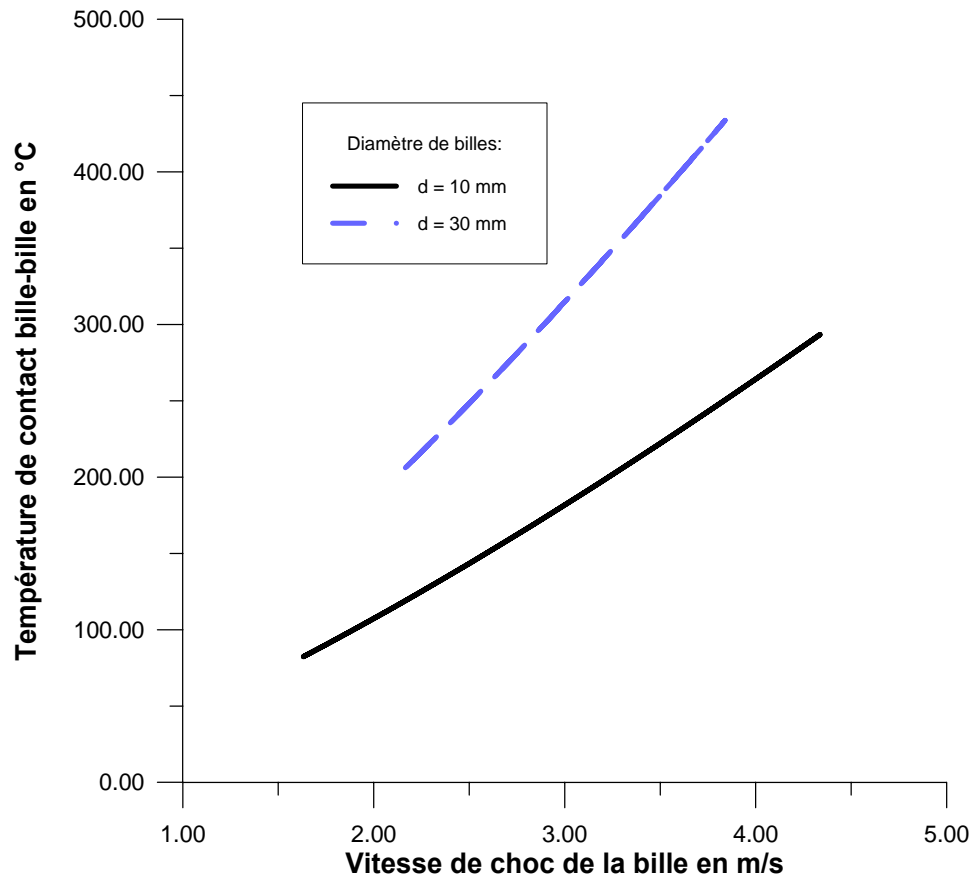


Figure 4.4: Température de contact bille-bille en fonction de sa vitesse de choc pour un tour de rotation du plateau du broyeur planétaire et pour des diamètres de billes : 10 mm et 30 mm.

4.4.2 Température de contact Bille-Poudre en fonction de la vitesse de choc

La figure 4.5 représente la variation de la température de contact bille-poudre en fonction de la vitesse de choc des billes pour deux matériaux à savoir : l'aluminium et le titane.

Les températures présentent un déplacement vers des hautes valeurs allant d'un minimum de 296.57 °C (cas Aluminium) à un maximum 509.71 °C (cas Titane).

En effet, le broyage des poudres élémentaires ou pré-alliées se traduit par un transfert d'énergie des outils de broyages (billes et parois des jarres) vers les poudres. L'une des particularités de la mécanosynthèse est la présence de fortes densités de défauts d'une part, d'autre part, des contraintes dans les poudres impactées. Ces dernières favorisent:

- L'élévation de l'énergie libre des particules;

- L'élévation de la température due à une transformation adiabatique du travail de déformation, de la contrainte de compression ou de la contrainte de cisaillement, en énergie calorifique (dissipation de l'énergie par effet joule).

Si on compare la courbe de température de contact du titane à celle de l'aluminium, nous pouvons noter le décalage de la température, ce dernier est dû à la diffusivité du titane ($6.734 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$) qui est plus faible que celle de l'aluminium ($9.612 \cdot 10^{-5} \text{ m}^2/\text{s}$), c'est la nature du matériau considéré.

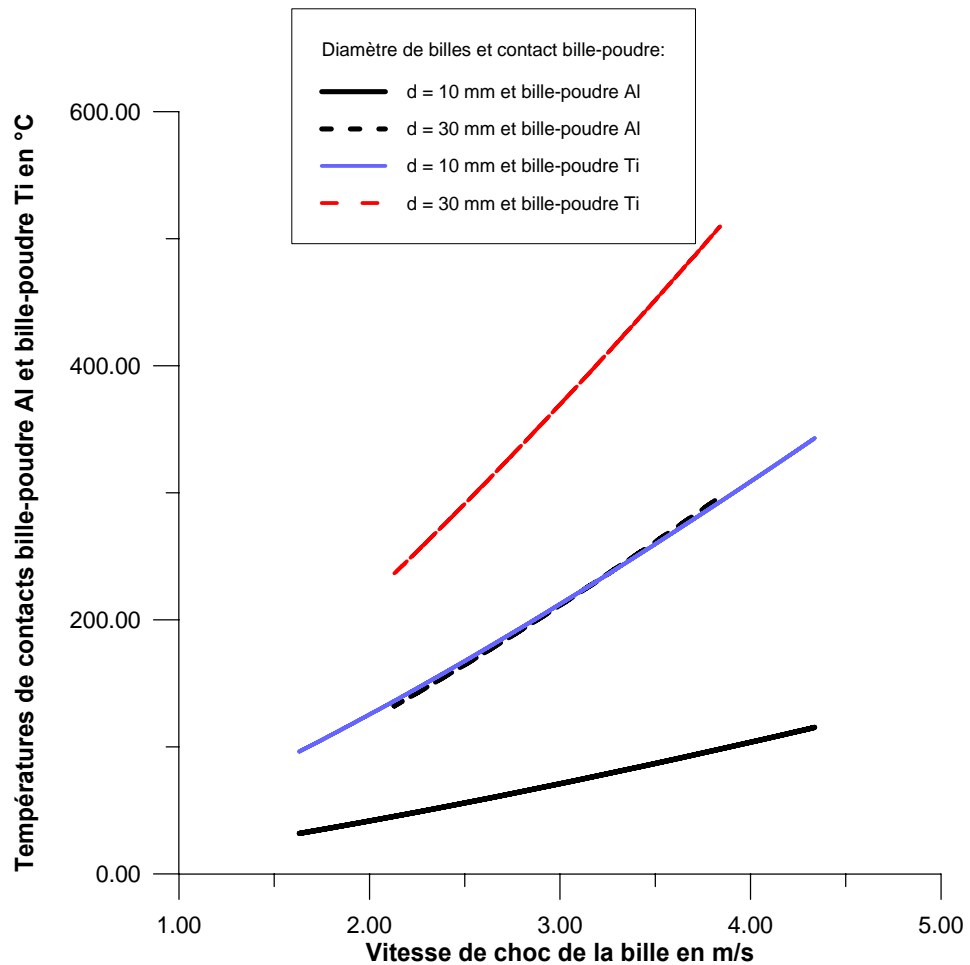


Figure 4.5 : Températures de contacts bille-poudre Al et bille-poudre Ti en fonction de la vitesse de choc de la bille pour un tour de rotation du plateau du broyeur planétaire et pour diamètres de billes : d=10 mm et d=30 mm.

4.4.3 Températures de contacts Bille-Poudre et Bille-Bille en fonction de l'angle de rotation

Les figures (4.6) et (4.7) représentent respectivement la variation de la température de contacts bille-poudre et bille-bille en fonction de l'angle de rotation du plateau. On remarque :

- Un même comportement alternatif type "stick slip" ;
- Les variations de températures sont reproductibles durant toutes les expériences, suivant une période de 180° .

Se fondant sur ces deux figures, la température tend à augmenter pour atteindre des valeurs maximales à des angles de rotation optimaux puis elle décroît pour des angles de rotation voisins. Ceci s'explique par les variations de l'énergie cinétique de choc qui dépendent de la vitesse de choc, elle-même dépendant de l'angle de rotation du plateau.

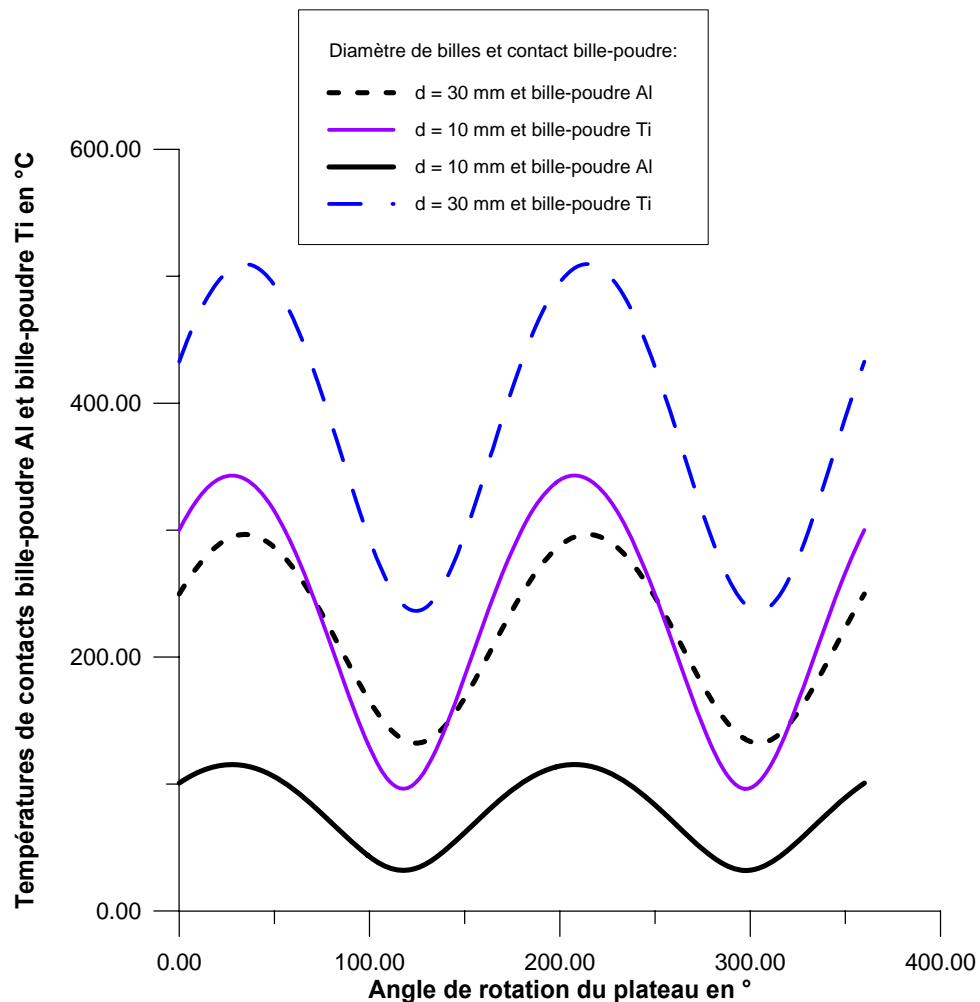


Figure 4.6 : Températures de contacts bille-poudre Al et bille-poudre Ti en fonction de l'angle de rotation du plateau dans le broyeur planétaire et pour diamètres de billes : $d=10$ mm et $d=30$ mm.

A ces températures maximales, les billes se trouvent coller à la paroi de la jarre avec une force centrifuge importante, durant leur roulement sur la surface intérieure de la jarre, elles écrasent la poudre et introduisent par conséquent un affinement et défauts non négligeables.

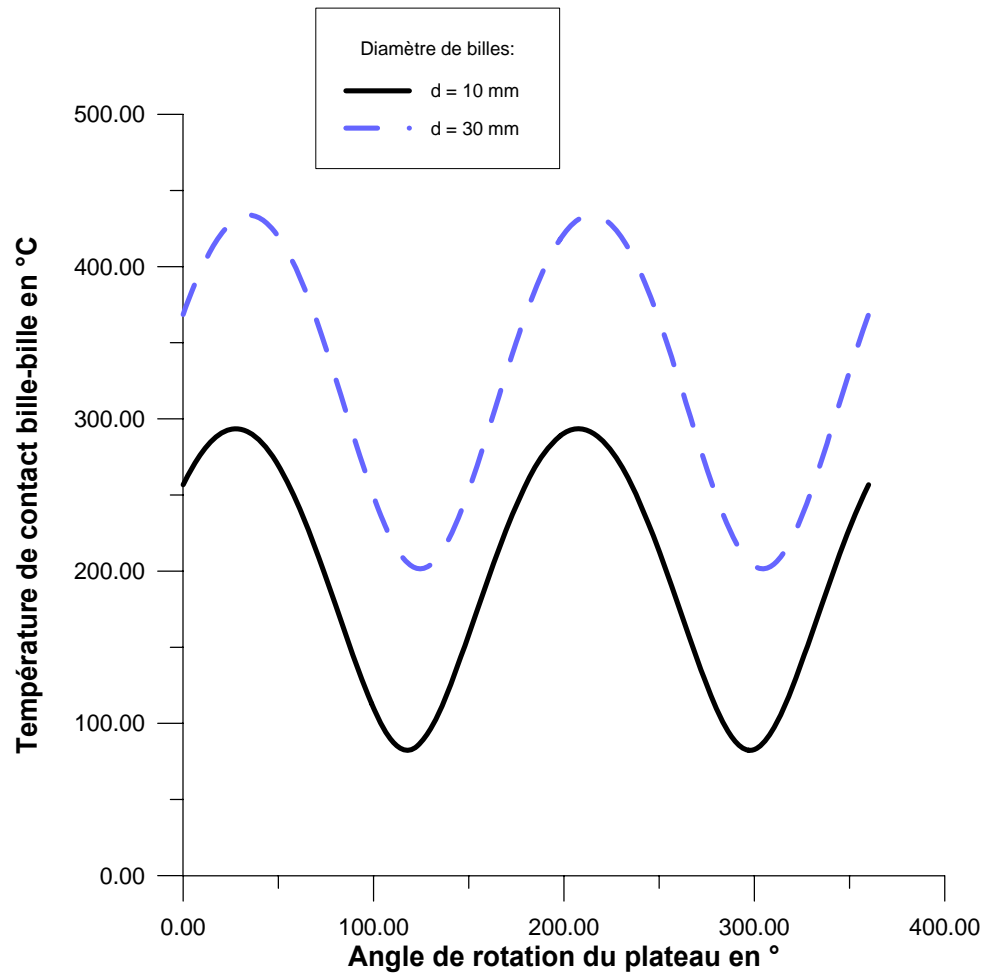


Figure 4.7 : Température de contact de la bille en acier inoxydable en fonction de l'angle de rotation du plateau dans le broyeur planétaire pour les diamètres de billes : d=10 mm et d=30 mm.

Par ailleurs, les températures plus faibles correspondent à une force centrifuge moins intense, les billes se retrouvent ainsi au creux de la jarre à s'entrechoquer entre elles pour obtenir un broyage efficace.

Ce phénomène nous permet d'expliquer la théorie proposée par J. Benjamin [3] dans les années 70. A savoir, que la mécanosynthèse est régie par deux étapes :

- La première est le broyage intensif;
- La seconde correspond à l'affinement de la structure obtenue.

4.5 Cas particulier $\theta = (0^\circ, 360^\circ)$

Dans cette deuxième étape, nous avons entrepris l'étude de la variation de la température en fonction de l'angle de rotation θ dans le cas particulier de 360° afin d'obtenir des valeurs moyens de la vitesse de choc.

4.5.1 Températures de contacts Bille-Bille et Bille-Poudre en fonction du sens de rotation

Il est intéressant de considérer l'influence du sens de rotation ω/Ω . En effet, la figure 4.8 représente des courbes d'histogrammes de la variation de la température de contacts des poudres d'aluminium et de titane en fonction de deux types de rotation, à savoir :

- Sens inverse de rotation plateau-jarre, $\omega/\Omega = -1,25$;
- Sens direct de rotation plateau-jarre, $\omega/\Omega = +1,25$.

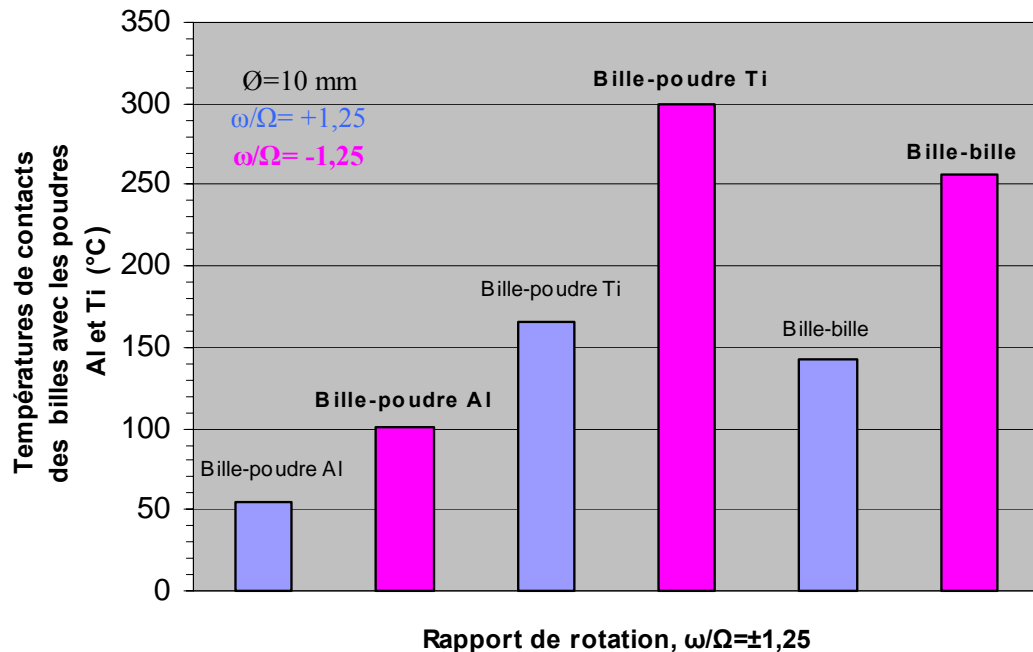


Figure 4.8 : Températures de contacts des billes avec les poudres d'aluminium et de titane en fonction du rapport de rotation $\omega/\Omega = \pm 1.25$, pour un \varnothing bille 10 mm.

Comme données : Diamètres billes 10 mm, distance centre plateau-jarre fixée à 75 mm et le diamètre jarre est de 64,4 mm.

A la lumière des résultats obtenus, nous remarquons que les températures sont plus élevées dans le cas de la rotation inverse du plateau et de la jarre ($\omega/\Omega=-1,25$), que celles obtenues lorsque le sens de rotation est direct ($\omega/\Omega = 1,25$).

Le sens inverse des rotations du plateau et de la jarre induit une augmentation importante de la vitesse de choc des billes, qui se traduit par un broyage plus intensif et plus efficace des poudres. A l'inverse, le sens direct de rotation donne des valeurs de températures en deçà.

En plus, sans toutes fois atteindre la limite de température de fusion, **Quand les vitesses de rotation du plateau et de la jarre sont inversées, ($\omega/\Omega < 0$) :**

1. La vitesse instantanée de la bille par rapport à un repère (relatif) lié à la jarre, est la somme des vitesses de rotation du plateau et de la jarre ($\omega+\Omega$), permettant ainsi une augmentation de la vitesse de choc et de la température dans les jarres.

2. La quantité de mouvement devient importante et la consommation d'énergie pour l'alimentation du broyeur planétaire est faible.

De là, nous pouvons affirmer que pour une meilleure efficacité de broyage, il faut adopter un rapport de rotation négatif.

Concernant les courbes d'histogrammes des températures de contact du titane, de l'aluminium et des billes qui sont données sur la même figure (4.8), nous pouvons noter le décalage des différentes températures, qui est dû essentiellement aux différents coefficients de diffusivité des éléments de titane, des billes en acier et de l'aluminium respectivement ($6.734 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$, $4.05 \cdot 10^{-5} \text{ m}^2/\text{s}$ et $9.612 \cdot 10^{-5} \text{ m}^2/\text{s}$).

4.5.2 Variation de la température en fonction de la distance entre le centre du plateau et le centre de la jarre (R)

Les figures 4.9 et 4.10 représentent la variation des températures de contacts des billes et des poudres d'aluminium et titane, ainsi que la vitesse de choc des billes en fonction de la variation de R, distance du centre du plateau au centre de la jarre.

L'étude a été réalisée en tenant compte des :

- Rapports des vitesses de rotation, $\omega/\Omega=+1.25$ et $\omega/\Omega=-1.25$;
- Diamètre jarre fixé à 64,4 mm.

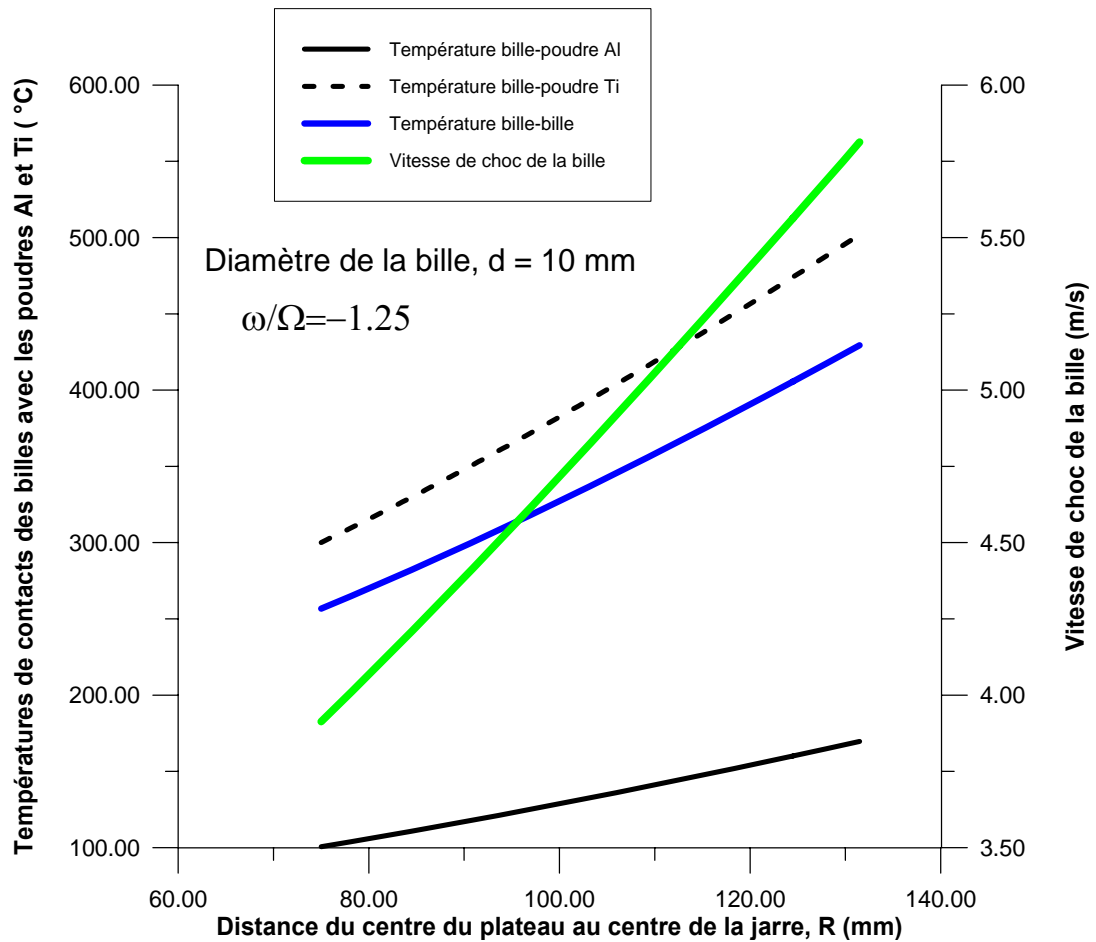


Figure 4.9 : Températures de contacts des billes avec les poudres d'aluminium et de titane et la vitesse de choc des billes, en fonction de la distance entre le centre du plateau et le centre de la jarre pour un rapport de vitesses de rotation, $\omega/\Omega=-1.25$ et un diamètre de billes, $d = 10$ mm.

Nous pouvons remarquer que les températures de contacts et les vitesses de choc sont proportionnelles à la distance du centre du plateau au centre de la jarre R . Ce dernier est considéré comme un bras de levier nécessaire à la création d'un moment favorisant une rotation plus importante du plateau. L'élévation de la température de contacts bille-bille et bille-poudre augmente avec l'énergie cinétique de choc. Cette dernière est due à une conversion adiabatique du travail de déformation et permet par suite l'augmentation de la puissance de choc.

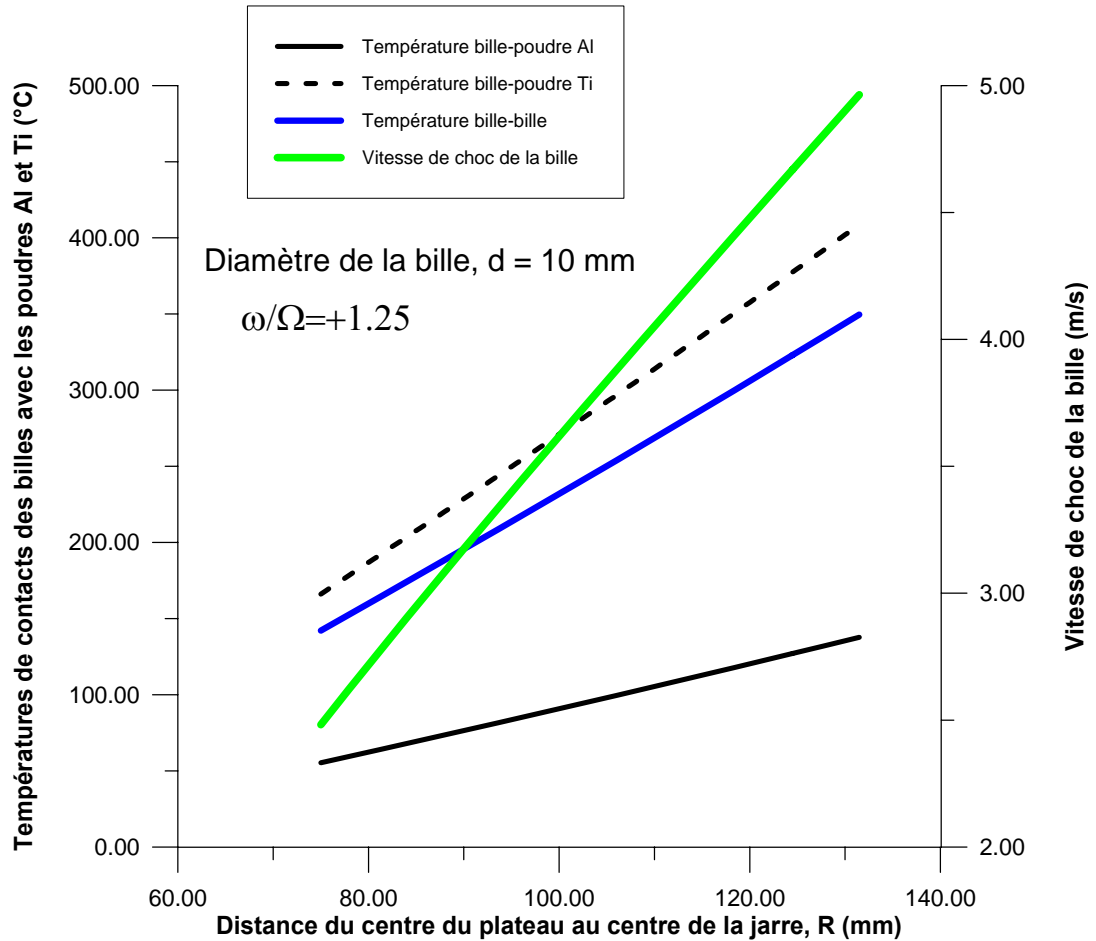


Figure 4.10 : Températures de contacts des billes avec les poudres d'aluminium et de titane et la vitesse de choc des billes, en fonction de la distance entre le centre du plateau et le centre de la jarre pour un rapport de vitesses de rotation, $\omega/\Omega = +1.25$ et un diamètre de billes, $d = 10 \text{ mm}$.

De cette étude, nous pouvons affirmer que l'obtention d'un résultat plutôt qu'un autre est, certes, fonction du matériau lui-même mais il est étroitement lié aux caractéristiques du broyeur et aux conditions opératoires de broyage (voir figure 4.11). Pour mieux élucider l'utilité pratique, nous avons procédé à une étude comparative de quelques broyeurs planétaires (PM 100, PM 200 et PM400) actuellement proposés sur le marché.

Le tableau 4.2 permet de visualiser respectivement les caractéristiques propres des trois (03) broyeurs.



Figure 4.11 : Vue d'ensemble des broyeurs planétaires à billes PM 100 et PM 200 [71].

Tableau 4.2 : Les caractéristiques de performance des broyeurs planétaires à billes PM 100, PM 200 et PM 400.

	PM 100	PM 200	PM 400
Charge/quantité alimentée	max. 1 x 220 ml	max. 2 x 50 ml	max 4 x 50 ml
Nombre de stations de broyage	1	2	4
Jarres de broyage appropriées : 12 ml / 25 ml / 50 ml / 80 ml	1	2	4
Mouvement des billes	Roulement-choc	Roulement-choc	Roulement-choc
Rapport de vitesses de rotation	-1/2	-1/2	-1,25
Vitesse de rotation max. du plateau (tr/min)	100 à 650	100 à 650	100 à 850
Vitesse de rotation max. de la jarre (tr/min)	1300	1300	1300
Distance du centre du plateau au centre de la jarre R (mm)	70.5 mm	72 mm	75 mm

Nous remarquons qu'ils diffèrent uniquement par la distance du centre du plateau à celui de la jarre. Par ailleurs, au vu des résultats des figures 4.9 & 4.10, nous pouvons affirmer que plus la distance R est élevée plus l'intensité de broyage est grande et meilleures sont les résultats de broyage. De cette comparaison, nous pouvons dire que les meilleures performances sont atteintes par le broyeur PM 400.

4.5.3 Variation du Rayon de la jarre

Nous avons complété notre étude en faisant varier le rayon des jarres.

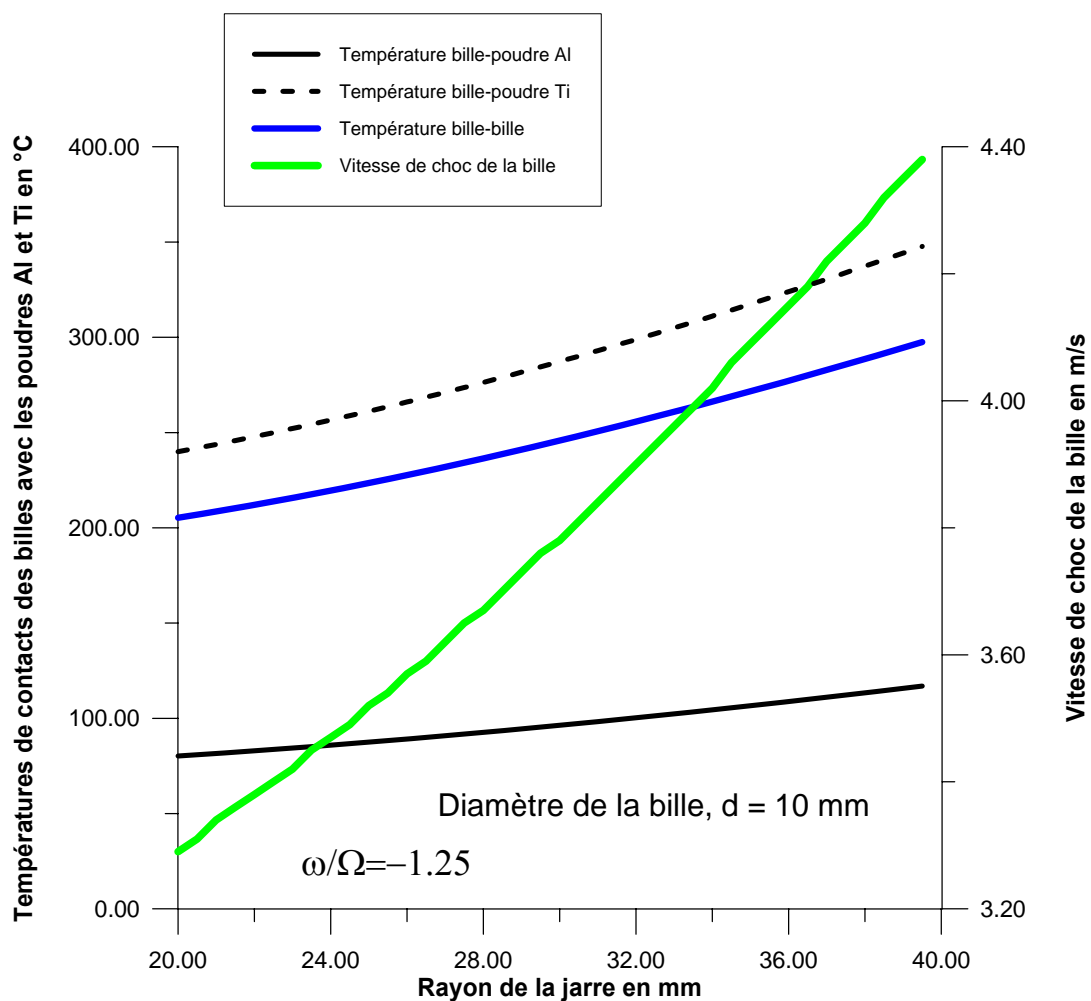


Figure 4.12 : Températures de contacts des billes avec les poudres d'aluminium et de titane, et la vitesse de choc des billes, en fonction du rayon de la jarre pour un rapport de vitesses de rotation, $\omega/\Omega = -1.25$ et un diamètre de billes, $d = 10 \text{ mm}$.

Les figures 4.12 et 4.13 donnent les variations, respectivement, des températures de contacts des billes et des poudres d'aluminium et de titane ainsi que la vitesse de choc des billes, en fonction de la variation du rayon de la jarre, et ce pour des rapports des vitesses de rotation +1.25 et -1.25.

Sachant que la distance entre le centre du plateau et le centre de la jarre, est fixée à 75 mm.

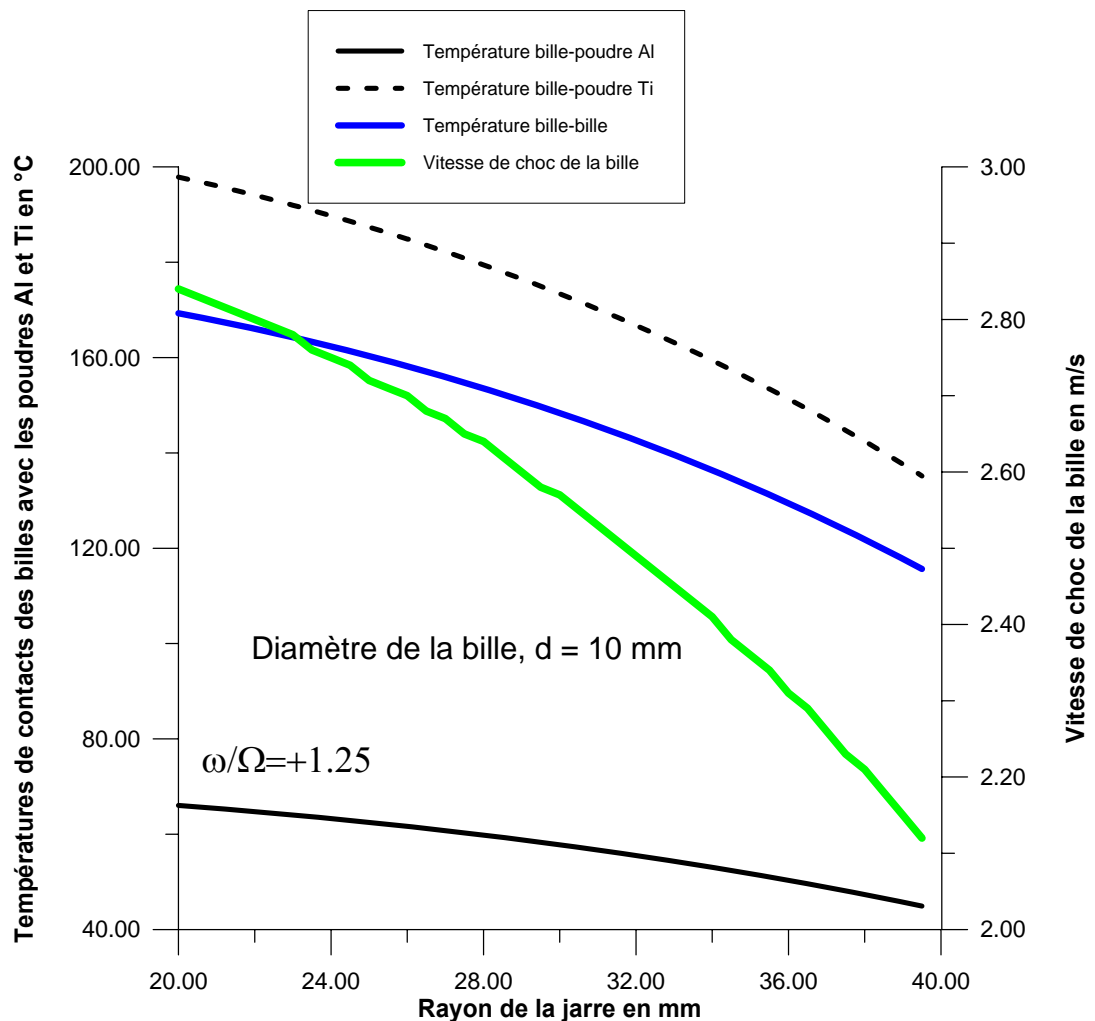


Figure 4.13 : Températures de contacts des billes avec les poudres d'aluminium et de titane, et la vitesse de choc des billes, en fonction du rayon de la jarre pour un rapport de vitesses de rotation, $\omega/\Omega = +1.25$ et un diamètre de billes, $d = 10 \text{ mm}$.

De ces deux figures, on peut remarquer que la variation des températures de contacts et les vitesses de choc sont proportionnelles au rayon de la jarre, quand le rapport des vitesses est négatif ($\omega/\Omega=-1.25$). En revanche, elles sont inversement proportionnelles lorsque ce même rapport est positif.

L'explication de ce phénomène doit être trouvée dans la définition de la vitesse de choc des billes. En effet, cette dernière dépend du diamètre ($2R_j$) des jarres et de la vitesse angulaire relative ($\Omega - \omega$), elle est donnée par la relation suivante :

$$V_r = \frac{D_j - D_b}{2}(\Omega - \omega) \quad (4.1)$$

Où :

D_j : Diamètre de la jarre ;

D_b : Diamètre de la bille ;

$(\Omega - \omega)$: Vitesse angulaire relative à la jarre.

Il est intéressant de noter, lorsque le sens de rotation est inverse ($\omega/\Omega=-1.25$), la loi de comportement de la vitesse relative de la bille est fonction de **(2.25 Ω)**. Par contre, lorsque le sens de rotation est direct, l'expression de la vitesse relative devient fonction de **(0.25 Ω)**.

Ces résultats montrent qu'il ne suffit pas de choisir uniquement un rapport de vitesses négatif pour rendre le broyage plus efficace. Mais de choisir aussi des jarres ayant le plus grand diamètre. En effet, dans les conditions expérimentales, plus le diamètre des jarres est grand, plus le rebondissement des billes sera grand et par conséquent la dissipation de l'énergie sera plus importante.

4.5.4 Répartition des températures à travers l'épaisseur de la poudre compacte

Les figures 4.14 et 4.15 représentent les températures de contacts des demi-épaisseurs des poudres compactes d'aluminium et de titane.

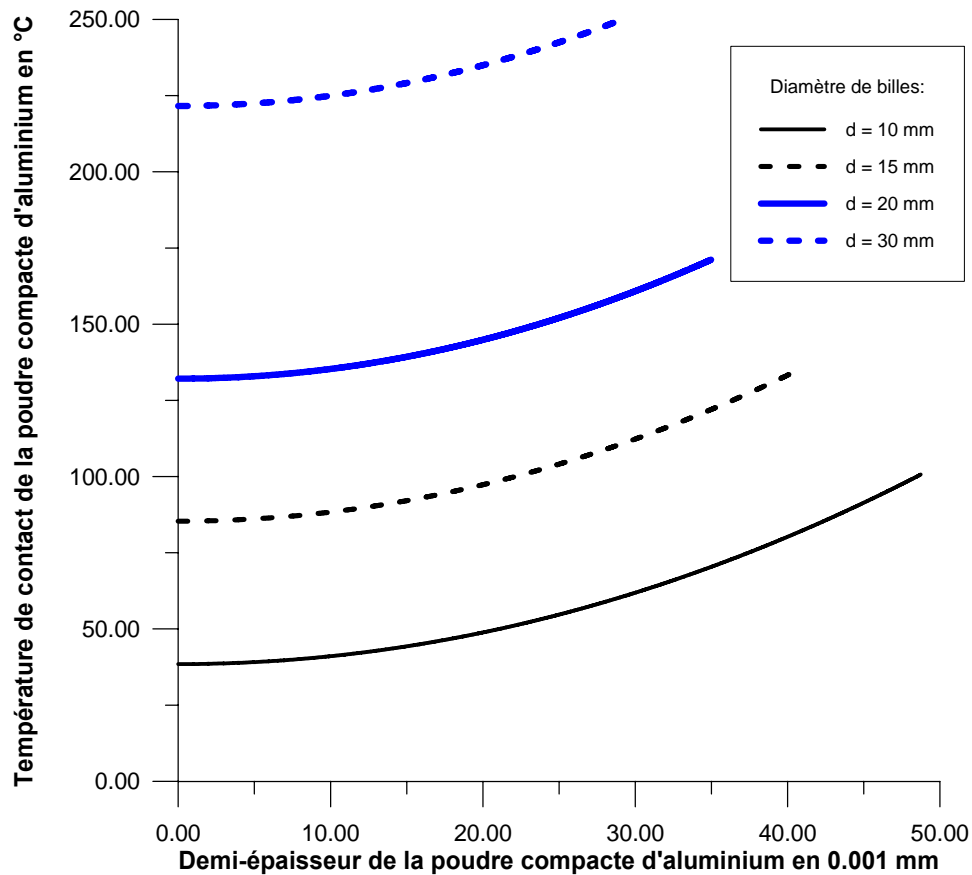


Figure 4.14 : Température de contact en fonction du demi-épaisseur de la poudre compacte d'aluminium dans le broyeur pour diamètres de billes : d=10 mm. d=15 mm. d=20 mm et d=30 mm.

Il est admis, que l'épaisseur de la poudre compacte est inversement proportionnelle au diamètre ($D=2r_0$) de la surface de contact entre deux billes en collision (voir chapitre 3.1). Leurs demi-épaisseurs sont comprises entre $0 \mu\text{m}$ et $50 \mu\text{m}$. La répartition des températures à travers l'épaisseur de la poudre compacte dépend de la conductivité thermique des matériaux, d'une part, et de la quantité de mouvement, d'autre part.

Pour la figure (4.14), nous remarquons que la température de contact de la poudre d'aluminium est :

- Proportionnelle au diamètre des billes (30, 20, 15 et 10 mm) ;

- La distribution du gradient de température est pratiquement homogène sur toute la demi-épaisseur.

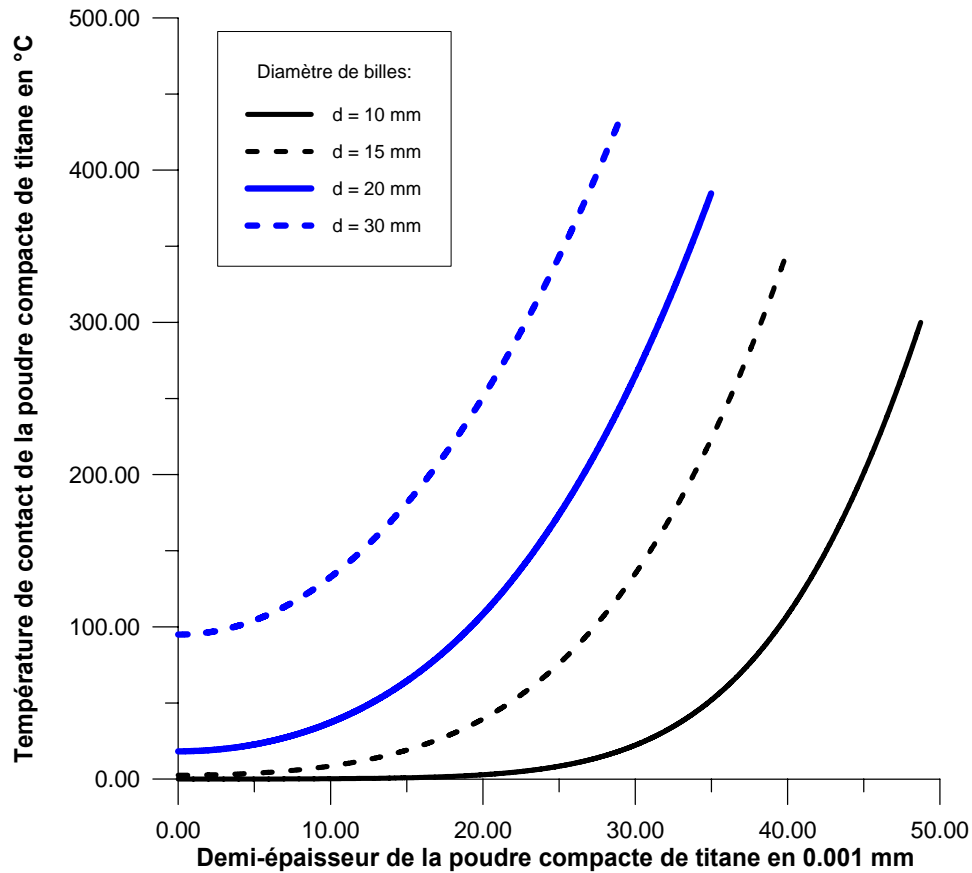


Figure 4.15 : Température de contact en fonction du demi-épaisseur de la poudre compacte de titane dans le broyeur pour diamètres de billes : $d=10$ mm, $d=15$ mm, $d=20$ mm et $d=30$ mm.

En revanche dans le cas du titane (figure 4.15), la température de contact est toujours proportionnelle au diamètre des billes. Par contre, la distribution du gradient de température n'est pas homogène sur toute la demi-épaisseur. Elle est plus importante au niveau de la surface de contact bille-poudre et diminue au fur et à mesure que l'on s'approche du plan milieu de la poudre compacte.

Ce changement de réaction entre l'aluminium et le titane est dû à la différence de la conductivité thermique des deux matériaux ($Al = 338$ W/m.K, $Ti = 16$ W/m.K).

CONCLUSION

L'élaboration des matériaux par la mécanosynthèse est une alternative intéressante par rapport aux méthodes de croissance cristalline habituelle de part son moindre coût et de part, sa rapidité de mise en œuvre.

La mécanosynthèse est une technique récente principalement utilisée dans le cas où la connaissance des diagrammes de phase est incomplète voire inexistante. Elle n'en demeure pas moins intéressante pour l'élaboration des nanomatériaux en général.

Le premier objectif de notre étude était l'étude de l'aspect thermique du processus de la mécanosynthèse. En effet, l'amorphisation, la cristallisation et/ou l'obtention d'un composé intermétallique n'est pas uniquement le fruit d'un broyage intensif mais aussi le résultat d'un chauffage.

Après une étude bibliographique, nous avons particulièrement porté notre attention, dans la seconde partie, sur l'analyse cinématique de la mécanosynthèse dans un broyeur planétaire. En effet, cette analyse permet de définir l'influence de certains paramètres de broyage dans le processus d'élaboration, on citera à titre d'exemples :

- Vitesse de rotation jarre par rapport à celle du plateau (ω/Ω);
- Distance centre plateau au centre de la jarre (R) ;
- Le diamètre de la bille (D_b);
- Le diamètre de la jarre (D_j) ;
- Effets de l'énergie cinétique de choc, de la fréquence de choc et de la puissance de choc.

Nous avons présenté aussi l'étude du phénomène de diffusion en mécanosynthèse. Dans cette dernière le taux de diffusion augmente significativement suite à l'action alternative de la déformation plastique sous des températures relativement faibles. L'objectif finalement de ce chapitre est d'étudier l'énergie d'activation des particules de poudre et prédire la variation de la diffusivité durant le processus.

Dans le dernier chapitre, un programme de calcul a été développé sur la base des paramètres de broyage (ω/Ω , R , D_b , D_j , etc.) afin de calculer la température de contacts Bille-poudre et Bille-bille durant le broyage ainsi que les vitesses de choc des billes. Ce programme base sur la théorie dynamique et thermique, développée précédemment.

Au vu des résultats obtenus, nous pouvons dégager les principaux points suivants:

- Un même comportement alternatif type "stick-slip" de la température, reproductible suivant une période de 180° .
- La distance R (centre du plateau au centre de la jarre) est un critère de choix et de sélection d'un type de broyeur planétaire.
- Plus le rayon de la jarre augmente, plus le rebondissement des billes sera grand et par conséquent la dissipation de l'énergie sera plus importante.
- Le sens inverse des rotations du plateau et de la jarre ($\omega/\Omega=-1.25$) conduit à une augmentation importante de la vitesse de choc des billes, qui se traduit à un broyage plus intensif et plus efficace des poudres.
- La température de contact des poudres est proportionnelle au diamètre des billes.
- La distribution des gradients de température au sein d'une poudre compacte dépend de la conductivité thermique propre à chaque matériau considéré (Al, Ti).

PERSPECTIVES

Ce mémoire ne constitue qu'une première étape de l'étude de l'influence de l'aspect thermique en mécanosynthèse. Une optimisation des conditions de broyage est nécessaire pour obtenir des résultats probants. Cette optimisation nécessite en plus de la compréhension des effets de la température, des connaissances de la variation des paramètres de broyage à l'instar de :

- Energie cinétique de choc ;
- Fréquence de choc ;
- Quantité de mouvement des billes;

- Forces de collisions des billes ;
- Puissance de choc, etc.

Une étude paramétrique en fonction des caractéristiques techniques et cinématiques du type de broyeur utilisé.

APPENDICE A

LISTE DES SYMBOLES ET DES ABREVIATIONS

σ_p	: Contrainte minimale.
σ_0	: Limite d'élasticité du monocristal.
k_0	: Coefficient pour le calcul de la contrainte minimale.
T	: Température moyenne de la jarre.
ΔT	: Température microscopique.
P	: Puissance injectée.
f	: Fréquence de choc de la bille.
M_b	: Masse de la bille.
m_p	: Masse de la poudre.
V_{\max}	: Vitesse de choc de la bille.
E_0	: Energie d'impact.
a_{cf}	: Accélération dans la jarre.
a_{cF}	: Accélération dans le plateau.
a_c	: Accélération de Coriolis.
R	: Distance entre le centre du plateau et le centre de la jarre.
ω	: Vitesse de rotation de la jarre.
Ω	: Vitesse de rotation du plateau.
r	: Rayon de la jarre.
α	: Angle de rotation de la jarre.
θ	: Angle de rotation du plateau.
ω_r	: Vitesse angulaire relative par rapport à la jarre.
γ_a	: Accélération absolue de la bille.
V_a	: Vitesse absolue de la bille.

m	: Masse de la bille.
γ_1	: Accélération du plateau.
γ_2	: Accélération de la jarre.
V_d	: Vitesse absolue de décollage.
V_{dx}	: Vitesse absolue de décollage par rapport à l'axe x.
V_{dy}	: Vitesse absolue de décollage par rapport à l'axe y.
α_d	: Angle de décollage.
V_r	: Composante de la vitesse radiale de la bille.
V_t	: Composante de la vitesse tangentielle de la bille.
λ	: Angle d'incidence de la vitesse de choc.
E_c	: Energie cinétique de la bille.
V_c	: Vitesse de choc de la bille.
T_1	: Temps de vol de la bille.
T_2	: Temps de collision de la bille.
F_r	: Force radiale d'impact de la bille.
δ_r	: Distance approchée entre la bille et la paroi de la jarre.
E	: Module de Young.
ν	: Coefficient de poisson.
P_n	: Pression radiale.
a	: Rayon de la poudre compacte.
t_i	: Durée d'impact de la bille.
F_t	: Force tangentielle de la bille.
t_0	: Épaisseur de la poudre compacte supposée un disque.
D	: Diamètre de la poudre compacte supposée un disque.
k	: Constante pour le calcul de l'épaisseur de la poudre compacte.
r_0	: Rayon de la poudre compacte supposée un disque.
v	: Vitesse de choc de la bille.

- U_p : Énergie de déformation plastique de la bille.
 β : Coefficient de déformation plastique de la bille.
 $\Delta\tau$: Temps de collision de la bille.
 T_0 : Température initiale de la bille.
 φ_0 : Flux de chaleur à l'état initial.
 K : Conductivité thermique.
 R_b : Rayon de la bille.
 λ : Conductivité thermique.
 h : Coefficient de convection.
 q_1 : Flux de chaleur par rapport à la bille.
 q_2 : Flux de chaleur par rapport à la poudre.
 Q : Quantité de chaleur dissipée.
 δ : Fraction de chaleur partagée.
 α_s : Diffusivité thermique de la bille.
 K_s : Conductivité thermique de la bille.
 C_{ps} : Chaleur spécifique de la bille.
 ρ_s : Masse volumique de la bille.
 α_c : Diffusivité thermique de la poudre.
 K_c : Conductivité thermique de la poudre.
 C_{pc} : Chaleur spécifique de la poudre.
 ρ_c : Masse volumique de la poudre.
 C : Concentration des atomes en solution.
 D_x : Diffusivité par rapport à l'axe x.
 D_y : Diffusivité par rapport à l'axe y.
 D_z : Diffusivité par rapport à l'axe z.
 R_0 : Constante des gaz parfait.
 D_0 : Constante du matériau.

- ΔQ : Énergie d'activation.
- ΔQ_r : Énergie d'activation pour création des vacants.
- ΔQ_m : Énergie d'activation pour le déplacement des vacants.
- D_b : Diffusivité par rapport au joint de grain.
- D_s : Diffusivité par rapport à la surface libre du joint de grain.
- D_l : Diffusivité par rapport au défaut du réseau cristallin.
- D_{eff} : Diffusivité effective.
- F : Fraction de surface du joint de grain.
- e_0 : Épaisseur du joint de grain.
- d : Diamètre du grain.
- erf : Fonction d'erreur.
- $erfc$: Fonction d'erreur complémentaire.
- $ierfc$: Intégrale de la fonction d'erreur complémentaire.

APPENDICE B

I- Propriétés physiques de l'Aluminium

Masse atomique	26,97 g/mole
Structure cristalline (20°C)	réseau cfc (a=0,4041 nm)
Masse volumique	2700 Kg/m ³
Point de fusion	660.323 °C
Point d'ébullition	2520 °C
Densité à l'état liquide (660 °C)	2.385
Chaleur massique (0-100°C)	0,944 kJ/kg.K
Coefficient de dilatation moyen entre 20 et 300°C	2.55 10 ⁻⁵ / °C
Chaleur spécifique de 0-100 °C	917 J/Kg.K
Conductivité thermique de 0-100 °C	238 W/m.K
Résistivité électrique à 20 °C	2.67 μΩ

II- Propriétés physiques du Titane

Masse atomique	47.88 g/mole
Structure cristalline (< 882 °C)	réseau HC (a=0,323 nm, c=0.468 nm)
Masse volumique	4500 Kg/m ³
Point de fusion	1667 °C
Point d'ébullition	3285 °C
Densité à l'état liquide (1685 °C)	4.11
Chaleur massique (20 °C)	520 J/kg.K
Coefficient de dilatation moyen entre 0 et 100°C	8.9 10 ⁻⁶ / °K
Chaleur spécifique de 0-100 °C	528 J/Kg.K
Conductivité thermique de 0-100 °C	16 W/m.K
Résistivité électrique à 20 °C	54 μΩ

REFERENCES

1. R.W.Siegel, « synthesis and properties of nanophase materials», Nanostructured Materials, Volume 3, 1993.
2. Moussa GRAFOUTE, « étude des propriétés structurales et modélisations de poudres nanostructurées de fer obtenues par broyage mécanique », thèse de doctorat, Université du Maine, France, 2004.
3. J.S. Benjamin, « Dispersion strengthened superalloys by mechanical alloying ». Metallic Transactions, volume 1, p. 2943, 1970.
4. C.C. Koch, O.B. Cavin, C.G. McKamey and J.O. Scarbrough, « Preparation of amorphous Ni₆₀Nb₄₀ by mechanical alloying », Applied Physics Letters, volume 43, pp.1017-1019, 1983.
5. E. Hellstern and L. Schultz, « Glass formation in mechanically alloyed transition-metal-Zr alloys », Philosophical Magazine, volume 56, pp.443-448, 1987.
6. D. Shechtman, I. Blech, D. Gratias and J.W. Cahn, « Metallic phase with long-range orientational order and no translational symmetry », Physics Review Letters, volume 53, pp.1951- 1953, 1984.
7. J. Eckert, L. Schultz and K. Urban, « Formation of quasicrystals by mechanical alloying », Applied Physics Letters 55, pp.117-119, 1988.
8. H. Bakker and L.M. Di, « Atomic disorder and phase transitions in intermetallic compounds by high energy ball milling », Materials Science For volume 88, pp.27-34, 1992.
9. E. Gaffet, F. Bernard, J.-C. Niepce, F. Charlot, C. Gras, G. Le Caër, J.- L. Guichard, P. Delcroix, A. Mocellin and O. Tillement, « Some recent developments in mechanical activation and mechanosynthesis », Journal Materials Chemical, volume 9, pp.305-314, 1999.
10. H.J.Fecht, « Synthesis and properties of nanocrystalline metals and alloys prepared by mechanical attrition », Nanostructural Materials, volume 1, pp.125-130, 1992.
11. G.Valdrè, G.A. Botton and L.M. Brown, « High spatial resolution peels characterization of FeAl nanograins prepared by mechanical alloying », Acta Materialia, Volume 47, pp.2303-2311, 1999.

12. J.Eckert, J.C.Holzer, C.E. krill III, and W.L. Johnson, « Structural and thermodynamical properties of nanocrystalline fcc metals prepared by mechanical attrition », *Journal of Materials Research*, volume 7, pp.1751-176, 1992.
13. E.Hellstern, H.J. Fecht, Z. Fu and W.L. Johnson, « Structural and thermodynamic properties of heavily mechanically deformed Ru and AlRu », *Journal of Applied Physics*, volume 1, pp.305-310, 1989.
14. E. Bonetti, E.G. Campari, L. Pasquini, E. Sampaolesi and G. Valdre, « Structural and elastic properties of nanocrystalline iron and nickel prepared by ball milling in controlled thermodynamic environment », *Materials Science*, Volume 272, pp.1005-1010, 1998.
15. Y. Kimura and S. Takari, « Microstructural changes during annealing of workhardened mechanically milled metallic powders », *Materials Transactions. JIM*, volume 36, pp.289-296, 1995.
16. T. Ziller, « Etude du mélange à l'état solide lors de la mécanosynthèse d'alliages Fe- X (X = Cr, Mn, V, Mo) et étude de la mise en ordre d'alliages Fe-V élaborés par cette technique », Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Lorraine, France, 2000.
17. H.J. Fecht, E. Hellstern, Z. Fu and W.L. Johnson, « Nanocrystalline metals prepared by high-energy ball milling », *Metallic Transactions*, volume 21, pp.2333-2337, 1990.
18. Y.H. Zhao, H.W. sheng and K. Lu, « Microstructure evolution and thermal properties in nanocrystalline Fe during mechanical attrition », *Acta Materialia*, volume 49, pp.365-375, 2001.
19. D D.M. Goodrich and M. Atzmon, « Microstructural evolution in ball-milled iron powder », *Materials Science*, Volume 227, pp.223-228, 1996.
20. J. Xu, G.S. Collins, L.S.J. Peng and M. Atzmon, « Deformation-assisted decomposition of unstable Fe₅₀Cu₅₀ solid solution during low-energy ball milling », *Acta Materialia*, volume 47, pp.1241-1253, 1999.
21. P. Pochet, « Etude expérimentale et modélisation des changements de phases sous broyage à haute énergie », Thèse de doctorat de l'Université de Lille, France, 1997.
22. Y.chen, R.Le Hazif et G.Martin, « Competitive gas-solid reactions realized by ball milling of Zr in ammonia gas », *journal physics*, Volumes 88-90, pp.35-42, 1992.
23. C. Suryanarayana, « Mechanical alloying and milling », *Progress in Materials Science*, volume 46, pp.1-184, 2001.

24. N.Burgio, A.Iasonn, M.Magini, S.Maetelli et F.Padella, II Nuovo, «Magnetic hardening induced by ferromagnetic-antimagnetic in mechanical alloying », Cimento, Volume 13, 1992.
25. M.Magini, A. Iasonna, « Energy Transfer in Mechanical Alloying (Overview) », Metallic Transactions , volumes 27, pp. 153–160, 1992.
26. M. Abdellaoui and E. Gaffet, « A mathematical and experimental dynamical phase diagram for ball-milled Ni₁₀Zr₇ », Journal of Computational Physics, volume 209, pp.351-361 1994.
27. C.C.Koch, « Etude par spectrométrie Mössbauer du mécanisme de formation des alliages nanocristallins de FeCr élaboré par mécanosynthèse », Journal of Non-Crystalline Solids, volume 117/118, pp.670-678,1990.
28. A.K.Bhattacharya et E.Arzt, « temperature rise during mechanical alloying », scripta Metallurgica and Materialia, Volume 27, pp.749-754, 1992.
29. D.R Maurice, TH.Courteney, « Development of composite materials by mechanochemical treatment of post-consumer plastic waste », Metallic Transactions, volume 22, p 299, 1990.
30. C.C. Koch, « Mechanochemical. Mechanical. Alloying », International Journey, p 56 1994.
31. C.C. Koch, D. Pathak, K. Yamada, in: J.J. de Barbadillo et al. (Eds.), « Mechanical Alloying for Structural Application », ASM International, Materials Park, OH, p 205, 1993.
32. T. Klassen, U. Herr, R.S, « Forced mixing and nanoscale decomposition in ball-milled Cu–Ag characterized by APFIM », Acta Materialia, volume 45, p 145, 1999.
33. J. Schilz, M. Riffel, K. Pixius, H.-J. Meyer, « Synthesis of thermoelectric materials by mechanical alloying in planetary ball mills », powder technology, volume 105, pp.149-154, 1999.
34. Young-Soon Kwon, Konstantin B. Gerasimov, Sok-Keel Yoon, « Ball temperatures during mechanical alloying in planetary mills », Journal of Alloys and compounds volume 346, pp.276–281,2002.
35. Swati M. Umbrajkar, Mirko Schoenitz, Steven R. Jones, Edward L. Dreizin, « Effect of temperature on synthesis and properties of aluminium », Journal of Alloys and compounds, volume 402, pp.70–77, 2005.
36. A. Révész, P. Henits, Zs. Kovacs, « High temperature behavior of ball-milled Al–Ni Ce–Co alloys », Journal of alloys and compounds, University of Budapest, Hungry, p 4, 2006.

37. A.K.Bhattacharya and E.Arzt, « Max Planck-Institut Fur Metallforschung », SeeStrasse, Journal of alloys and compounds, volume 92, 7000 stuttgart1, Germany, 1992.
38. D.Maurice et T.Courtne, « Mechanical Alloying of Nitrogen into Iron Powders », Metall.Trans.A, Volume 2, pp.289-303, 1990.
39. P.P. Chattopadhyay, I. Manna S. Talapatra, S.K. Pabi, « Milling criteria for the synthesis of nanocrystalline NiAl by mechanical alloying », journal of alloys and compounds , volume 68, pp. 85, 2001.
40. C.C. Koch, in: R.W. Cahn, P. Hassan, E.J. Kramer (Eds.), «Materials Science and Technology», Volume 15, VCH, Weinheim, pp. 192, 1991.
41. T.H. Courtney, Mater, « Decomposition of FeSn intermetallic induced by mechanical Milling », Material Transactions. JIM, volume 27, p 124, 1995.
42. N. Burgio, A. Iasonna, M. Magini, S. Martelli, F. Padella, « Different Pathways of Phase Transition in a V–Si System Driven by Mechanical Alloying », Nuovo Cemento, volume 12, p 441, 1991.
43. M. Abdellaoui, E. Gaffet, « X-ray diffraction and Mössbauer studies of mechanically alloyed Fe–Ni nanostructured powders », Acta Metallic Materiala, volume 44, p 1087, 1995.
44. E. Gaffet, « Milling conditions effect on structure and magnetic properties of mechanically alloyed Fe–10% Ni and Fe–20% Ni alloys », Material Science Engineering , volume 122 , p181, 1991.
45. E. Gaffet, M. Abdellaoui, N. Malhouroux-Gaffet, « Les nanomatériaux : une caractérisation difficile », Matériel Transactions. JIM, volume 26, p 198, 1995.
46. D. Basset, P. Matteazzi, F. Miani, « Mechanosynthesis of Nanophase Powders », Material Science Engineering, volume 156, p 53, 1994.
47. M. Magini, A. Iasonna, «Mechanochemical synthesis of complex oxides», Material Transactions. JIM, volume 26, p122, 1995.
48. A. Iasonna, M. Magini, « Ball milling sound statistical analysis and its relationship with the mechanical work intensity », Acta Materiala, volume 45, p 1109, 1996.
49. M. Magini, C. Colella, A. Iasonna, F. Padella, « Effects of rotational direction and rotation-to-revolution speed ratio in planetary ball milling », Acta Materiala, volume 46, p 2841 ,1998.
50. R. Watanabe, H. Hashimoto, G.G. Lee, « Size dependent magnetic properties », Material Science Engineering, volume 156, p 53, 1994.

51. M.P. Dallimore, P.G. McCormick, « Dry mechanochemical synthesis of hydroxyapatites from DCPD and CaO: influence of instrumental parameters on the reaction kinetics », *Material Transactions. JIM* 27, p 1091, 1996.
52. P. Le Brun, L. Froyen, L. Delaey, «Mechanochemical synthesis of intermetallic compounds», *Material Science Engineering*, volume 143, p 75, 1992.
53. M. Abedellaoui et E.Gaffet, « Structure and properties of Cu », *Acta Metallurgica et Materialia*, volume 26, pp.2921-2931, 1992.
54. M. Abedellaoui et E.Gaffet, « la revue de métallurgie -CIT/Science et génie des matériaux », pp.1199 septembre 1992.
55. N.Burgio, A.Iasonna, M.Magini, S.Martelli et F.Padella, *Il Nuovo Cimento*, « Mechanical alloying of the Fe– Zr system. Correlation between input energy and end products », *Material Science Engineering*, volume 13, p 459, 1991.
56. X.D. Liu, H.Y. Zhang, K. Lu, Z.Q. Hu, «The lattice contraction of nanometre-sized Sn and Bi particles produced by an electrohydrodynamic technique», *Journal of physic: condensed material* , volume 6, p 497,1994 .
57. B.Swarz and C, « formation of amorphous alloys by the mechanical alloying of crystalline powder of pure metals and powder of intermetallics », *Applied Physics Letters*, volume 61, pp.157-160, 1986.
58. H.V, Atkinson and B.A. Rickinson, Hot isostatic processing, in J. Wood (Ed), «The Adam Hilger Series on New Manufacturing Processes and Materials », Adam Hilger, Bristol, Philadelphia and New York, pp 34-38,1991.
59. B Schaffer and P.G, « Mechanical alloying », *Matter Forum*, volume 16, pp.91-97, 1993.
60. G. Mc. Comick, V.N. Wharton M.M Royhani and G.B. Shaffer, in D.C Van Aken.Ghosh (Eds), « Microscopic and Nanophase Material », TMS, Warrendale, Pennsylvania, p.65, 1991.
61. Lu. M.O. Lai and S.Zhang, « Synthetisis of Cu-basead shape memory alloy powder », *Mater. Week*, 94, Chicago, Illinois, UAS, pp. 517-522, 2-6 October 1994
62. D.A porter and K.E Easterling, « phase transformation in Metals and Alloys», VanNostrand Reinhold (UK), pp. 66-68, 1980.
63. L.Lu and M.O.Lai, « Formation of new material in solid state by mechanical alloying », *Materials Design*, volume 16, pp. 33-39, 1995.
64. M. RAFOUTE, « Physique des Matériaux et des Surfaces », thèse de doctorat de l'Université du Maine, France, 2004.

65. J. R. HARRIS, J. A. D. WATTIS and J. V. WOOD, « A comparison of different models for mechanical alloying », *Acta materialia*, volume 6, pp.6491-6503, 2001.
66. D. Maurice et Courtney, «The physics of mechanical alloying », *Metallic Transaction*, Volume 31, pp.389-303, 1990.
67. J.Taine et J.P. Petit, Transfert thermique, « Mécanique des fluides anisothermes », Dunod Université, Bordas, Paris, 1989.
68. Ghoul Amine, « Etude phénoménologique et aspect thermique du procédé de Mécanosynthèse », thèse d'ingénieur - institut d'aéronautique, université de Blida, 2003.
69. Taine J, Petit J-P, «Transferts thermiques, cours et données de base », édition Dunod, 1995.
70. Chevrier J-C, « Transfert de chaleur par rayonnement », Ecole des Mines, Nancy, France, 1979.
71. Retsch GmbH, « Broyer et homogénéiser avec les broyeurs à billes », Catalogue, Rheinische Straße 36 42781 Haan – Allemagne.
72. Mio, H, Kano, J., Saito, F., Kaneko, K., « Effect of rotational direction and rotation-to-revolution speed ratio in planetary ball milling », *Materials Science and Engineering*, volume 332, pp.75-80, 2002.
73. John R. Brown, « Non-Ferrous Foundryman's Handbook », British Library Cataloguing, 1999.