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

UNIVERSITE SAAD DAHLEB DE BLIDA

Institut D'Aéronautique et des Etudes Spatiales

MEMOIRE DE FIN D'ETUDES

En vue de l'obtention du Diplôme

MASTER EN AERONAUTIQUE

Spécialité : Structure Avions

Etude d'influence des paramètres de broyage dans un broyeur planétaire

Présenté par :

- + Nini Ismain Brahim
- + Djertli Houssam Eddine

Encadré par :

Dr .ZIDANE DJILALI

BLIDA SEPTEMBRE 2019

REMERCIEMENTS :

Tout d'abord nous tenons à remercier dieu clément et Miséricordieux de nous avoir donné la force et la volonté d'achever ce travail

Nos remerciements les plus vifs s'adressent aussi à Mr. Zidane

Qui nous a proposé le sujet de notre thèse et qui a bien voulu être notre promoteur

Nous adressons, également nos sincères remerciements à nos familles ainsi que tous ceux qui ont contribué à notre formation de près ou de loin, Nos remerciements vont également aux membres du jury qui ont accepté d'examiner notre travail,

Enfin, nous présentons nos remerciements les plus distingues et nos salutations les plus chaleureuses à l'ensemble des enseignants du département d'aéronautique et des études spatiales de Blida

Cette liste de remerciements n'est pas exhaustive, que tous ceux avec lesquels j'ai interagi lors de ce travail, sans toutefois les citer-dessus, sachent que leur contribution à la réalisation de ce mémoire a été grandement appréciée.

<u>Résumé:</u>

La mécanosynthèse ou le broyage à haute énergie est un procédé permettant d'agiter plus ou moins violemment une poudre et des billes à l'intérieur de l'enceinte de broyage. Les particules de poudre sont ainsi, soumises alternativement à des déformations plastiques, à des fragmentations et soudage à froid résultant d'un nouveau matériau en poudre nanométrique à l'état métastable. Nous présentons dans cette étude, l'influence des paramètres de broyage sur la synthèse des matériaux de poudre dans un broyeur planétaire dont la géométrie du plateau et le rapport des vitesses angulaires du plateau et de la jarre jouent, un rôle crucial dans les performances de broyage. L'objectif de ce travail est de calculer la taille granulométrique et l'énergie d'impact ainsi que la fréquence de broyage des billes.

ABSTRACT

Ball milling by mechanical or high energy alloy is a process that allows more or less violent shaking of a powder and balls inside a pot in which a powder collides. The powder particles subjected alternately to plastic deformations, are fragmentations. And cold welding resulting from new nanometric materials in the metastable state. We present in this study, the influence of the grinding parameters on the synthesis of materials in a planetary mill which see the geometry and the ratio of the angular velocities of the sun gear and the wheel system play on one side, a crucial role in the performances grinding and secondly. The objective of this work is to complete the experimental studies by the theoretical ones, in particular the calculation of the contact speed of the impact of the balls in simulates mathematical models.

Table des matières

REMERCIEMENTS :	1
Résumé:	2
Introduction :	8
CHAPITRE I :	10
I.1. Nanomatériaux :	11
I.2. Classification :	13
I.3. Domaines d'application des matériaux nanostructurés dans l'aérospatial :	17
3.1. Cellule et composants :	
3.2 Revêtements tribologiques et anticorrosion :	21
3.3. Moteurs :	22
3.4. Composants électriques / électroniques et matériel :	23
3.5 Protection thermique et contrôle :	23
I.4. Origine de la différence de propriétés :	24
I.5. Méthodes d'élaboration des matériaux nanostructurés :	27
Chapitre II :	
II.1. Introduction :	31
II.2. Formulation Mathématique :	
2.1. Cinématique du mouvement :	
2.2. Critère détachement :	35
2.3. Cinématique d'impact :	
2.4. Mouvement de la bille :	
2.5. Fréquence d'impact :	
2.6. Dynamique de l'impact de la bille :	
ChapitreIII:	40
Introduction :	41
III.1. Les méthodes mécaniques:	41
1.2. Elaboration par mécanosynthèse:	41
1.3. Principe du mécanosynthèse:	42
1.3.1. Stade initial:	43
1.3.2. Stade intermédiaires:	43
1.3.3. Stade final:	43
1.3.4. Les paramètres impliqués dans la mécanosynthèse :	45
1.3.4.1. L'énergie du broyeur:	45
1.3.4.2. La nature des billes et des jarres :	45
1.3.4.3. Le rapport masse bille/masse poudre :	45
1.3.4.4. Le degré de remplissage :	45
1.3.4.5. L'atmosphère :	45

1.3.4.6. Temps de broyage:	46
1.3.4.7. Broyage continu ou séquentiel:	46
1.3.4.8. La température:	46
1.3.4.9. La contamination:	46
1.3.5.1 Broyeur Horizontal :	48
1.3.5.2 Broyeur à tambour tournant ou broyeur à boulets :	48
1.3.5.3 Broyeurs attriteurs :	49
1.3.6. Autres techniques basées sur le choc :	50
1.3.6.1 Procédé Cold Stream:	50
1.3.6.2 Broyeurs à marteau et à barreaux :	51
1.3.6.3 Broyeur planétaire :	51
1.3.7. Les billes :	52
1.3.7.2. Types des billes :	53
2. Etude du transfert d'énergie et de la taille des grains de poudre :	54
2.1. Introduction	54
2.2. Expérience:	57
2.3. La simulation par ordinateur sur la base de DEM :	57
2.3.1. Résultats et discussion expérimentaux:	59
2. Conditions de broyage :	60
4. Programme de calcule :	61
5. Conclusion :	61
CHAPITRE IV:	63
ORGANIGRAMME DE CALCULE	64
4.1. Influence de temps du broyage :	67
4.2. La courbe de la puissance d'impact des billes en, J/s.g en fonction de la vitesse de rotation du plateau en, tr/min :	70
4.3. La courbe de la fréquence de broyage en, 1/s. En fonction de la vitesse de rotation du plateau en, tr/min :	73
4.4. La courbe de la puissance d'impact des billes en, J/s.g en fonction de la distance du centre de l jarre au centre du plateau en, m:	la 75
4.5. La courbe de l'Energie d'impact des billes en, J/s.g en fonction du rayon de la jarre en, m :?	77
4.6. La courbe de la fréquence de broyage de la bille en, 1/s en fonction de la puissance d'impact des billes en, J/s.g.	79
CONCLUSION GENERALE:	82
LISTE DES SYMBOLES ET DES ABREVIATION :	84
Table des References: 8	86

LISTES DES FIGURES ET TABLEAUX :

Figure 1.1 : l'arrangement de matériaux nanostructures à deux dimensions13
Figure 1.2 : Classification des nanostructures selon leur dimensionnalité14
Figure 1.3: Les approches « Bottom-up » et « top-down »16
Figure 1.4 : Classification des architectures de nanomatériaux magnétiques suivant l'ordre de la dimensionnalité du nano-objet et de la topologie17
Figure 1.5 : Polymère Renforcé par Nanotube (CNTFRP)18
Figure 1.6 : Les métaux nanostructures en vrac présentent des propriétés mécaniques et une résistance à la corrosion bien supérieures à celles de leurs homologues dotés de structures cristallines plus grandes
Figure 1.7 : Evolution du pourcentage d'atomes situés en surface en fonction du nombre d'atomes constituant la nanoparticule
Figure. 1.8 : Représentation schématique d'une nanostructure 3D, où les grains cristallisés (en blanc) sont liés par des joints de grains (en noir) possédant un ordre topologique et /ou chimique différent
Figure. 2.1 : Schéma de principe montrant les positions de la bille sur la surface de la jarre au niveau du point d'ouverture de son mouvement ($a t = 0$), le détachement ($a t = t1$) et de collision
Figure 3.1 : Exemple de broyeur vibratoire48
Figure 3.2 : Broyeur à tambour tournant49
Figure 3.3 : Dessin d'un Attrister50
Figure 3.4 : schématisation d'un broyeur planétaire et de l'action des billes pendant le processus
Figure 3.5 : des billes et des jarres52
Figure 3.6: Billes avec couvercle à vis emboîté53
Figure 3.7 : Billes avec couvercle
Figure 3.8 : Voigt. (A) une force de compression, (b) une force de cisaillement58
Figure 3.9 : Broyeur Planétaire Type PM 40060
Figure 4.1 : fraction de la taille de poudre, Dt/D0 en fonction du temps de broyage pour des billes en acier dur inoxydable et pour trois poudres à broyer : l'aluminium le titane et le niobium

TABLEAUX :

Tableau 3.1: propriétés des billes et des poudres61
Tableau 4.1 : fraction de la taille de poudre, Dt/D0 en fonction du temps de broyage pour des billes en acier dur inoxydable et pour trois poudres à broyer : l'aluminium le titane et le niobium
Tableau4.2 : fraction de la taille de poudre, Dt/D0 en fonction du temps de broyage et pour trois densités des billes, d=7.85, 6 et 3.9, respectivement l'acier dur inoxydable, la zircone et l'alumine
Tableau4.3 : Puissance d'impact des billes en fonction de la vitesse de rotation du plateau pour des billes en acier dur inoxydable et pour la poudre à broyer est l'aluminium de masse M=12 g et 20 g
Tableau 4.4 : Fréquence de broyage de la bille en fonction de la vitesse de rotation du plateau pour des billes en acier dur inoxydable et pour la poudre à broyer est l'aluminium de masse M=12 g et 20 g
Tableau 4.5 : Puissance d'impact des billes en fonction de la distance entre le centre de la jarre et le centre du plateau pour des billes en acier dur inoxydable et la poudre à broyer est l'aluminium de masse M=12 g et 20 g
Tableau 4.6 : Energie d'impact des billes en fonction du rayon de la jarre pour des billes en acier dur inoxydable et la poudre à broyer est l'aluminium de masse M=12 g et 20 g
Tableau 4.7 : Fréquence de broyage de la bille en fonction de la puissance d'impact des billes pour des billes en acier dur inoxydable et la poudre à broyer est l'aluminium de masse M=12 g et 20 g

Introduction :

Introduction :

La recherche dans le domaine de sciences des matériaux est motivée par l'espoir de découvrir de nouvelles architectures des matériaux offrant de meilleures performances que les matériaux déjà existants. Les nanomatériaux représentent un domaine de la matière condensée en fort développement depuis plusieurs années. L'intérêt d'étudier les matériaux à l'échelle nanométrique réside dans le fait que de nombreux phénomènes physico-chimiques ont une grandeur caractéristique de l'ordre du nanomètre. Par conséquent, réduire la taille d'un matériau jusqu'à quelques nanomètres permet de modifier et de contrôler de nombreuses propriétés. Qu'ils soient sous forme de particules, de films minces ou d'échantillons massifs, les nanomatériaux ouvrent des perspectives prometteuses en termes d'applications dans divers domaines à savoir, le magnétisme, la mécanique, la catalyse et l'optique.

L'engouement pour les nanomatériaux s'explique aussi comme conséquence naturelle de la miniaturisation continue des dispositifs de certaines industries notamment la microélectronique. Les matériaux nanostructurés sont des solides dans lesquels un paramètre au moins, tel que l'orientation du réseau cristallin, la composition chimique ou la densité atomique varie sur une échelle de l'ordre de quelques nanomètres. Ces matériaux peuvent ainsi se présenter sous diverses formes selon la dimensionnalité du caractère nanostructuré. On peut distinguer nanoparticules, films minces et multicouches, poudres nanostructurées (particules microniques constituées de grains nanométriques), alliages nanocristallins (nanograins cristallins au sein d'une matrice métallique amorphe), clusters dispersés dans une matrice, De par l'effet de confinement, ces matériaux recèlent une proportion atomique importante comprise dans les surfaces (nanoparticules), les interfaces (multicouches, nanocristallins) et au sein des joints de grains (poudres nanostructurées) ; ils possèdent des propriétés physiques par conséquent très différentes de celles des matériaux microcristallins ou « massifs » et revêtent un aspect fondamental important.

De nombreuses méthodes peuvent être utilisées pour produire de matériaux nanostructurés, sol-gel, évaporation-condensation, jets atomiques, dépôt de plasma, processus de convections, broyage haute énergie (Mécanosynthèse...).

Dans ce travail, nous nous sommes intéressés à déterminer la taille nanocristalline de la poudre à broyer dans un broyeur mécanique du type planétaire, elle consiste

Introduction :

également à mettre un petit poids de la poudre et plus un ensemble de billes de taille homogène à l'intérieur de l'enceinte de broyage qui appelée communément la jarre avec en plus, un niveau de remplissage du volume de la jarre pour cela, nous avons opté à estimer de manière approximative la taille des grains de poudre sachant que plusieurs paramètres de broyage sont pris en considération, à savoir, la vitesse de la bille, le rapport des vitesses de rotations de la jarre et du plateau et la distance du centre du plateau u centre de la jarre, qui peuvent avoir une influence sur l'évolution de la taille des grains des particules de poudre, mais également, un phénomène inéluctable qui est l'échauffement excessif et qui est suivi par des pics de température à l'intérieur de la jarre, lesquels peuvent éventuellement provoquer le phénomène de fusion de la poudre et même probablement les billes servant de broyage. Par ailleurs, une partie de cette énergie d'échauffement qui est vraisemblablement issue de l'anergie par effet de joule et qui sert aussi, dans l formation des phases intermétallique pour l composition d'un alliage de nouvel de la poudre et ayant une certaine propriété meilleure.

CHAPITRE I :

GENERALITES SUR LES MATERIAUX NANOSTRUCTURES

Introduction :

De nombreux travaux sur la synthèse et les applications technologiques des matériaux nanostructurés se sont rapidement développés au cours de ces deux dernières décennies. Cet intérêt provient de la découverte que leurs propriétés physiques, approchées par une grande variété de méthodes expérimentales, diffèrent de celles des solides de tailles conventionnelles.

Dans ce premier chapitre, nous nous proposons de définir dans une première partie les différentes catégories des matériaux nanostructurés en indiquant leurs modes d'élaboration correspondants ; nous développerons plus particulièrement la microstructure de poudres à nanograins obtenus par broyage haute énergie et ainsi que quelques domaines d'applications.

I.1. Nanomatériaux :

Durant les dernières décennies, les nanomatériaux connaissent un grand intérêt scientifique et technologique, en raison de leurs propriétés remarquables qui différent de celles des matériaux massifs de même composition [1]. Les matériaux nanocristallins posent un problème sur le plan de la compréhension des phénomènes par ce que la plupart Des lois physiques ont été établies et validée sur des matériaux classiques avec des tailles de cristallites micrométriques.

L'effet de la nanostructuration sur les propriétés physiques est tout à fait notable, ne serait-ce qu'en raison de l'importante fraction de matériau que représentent les interfaces (Faible degré d'ordre, brisure de symétrie...). De plus, l'étude des nanomatériaux a démontré qu'il était possible de maîtriser leurs propriétés chimiques, mécaniques, électriques, magnétiques et optiques en contrôlant la taille, la morphologie et la configuration des entités qui les composent [1-3]. Les propriétés magnétiques des nanomatériaux sont également influencées par l'état nanocristallin comme l'aimantation à saturation Ms. et la température de transition ferromagnétique/paramagnétique qui diminue considérablement [4-6].

(Faible degré d'ordre, brisure de symétrie...). De plus, l'étude des nanomatériaux a démontré qu'il était possible de maîtriser leurs propriétés chimiques, mécaniques, électriques, magnétiques et optiques en contrôlant la taille, la morphologie et la configuration des entités qui les composent [1-3]. Les propriétés magnétiques des nanomatériaux sont également influencées par l'état nanocristallin comme l'aimantation à saturation, Ms, et la température de transition ferromagnétique/paramagnétique qui diminue considérablement [4-6]. Les propriétés des nanomatériaux proviennent essentiellement de la taille nanométrique des cristallites (allant jusqu'à 100 nm) et la présence d'une fraction d'atomes associés à une zone inter faciale avec un arrangement désordonné appelée joint de grains (Figure I.1). Par exemple dans un matériau dense, la forte fraction de joint de grains change notablement les propriétés mécaniques et électriques (l'allongement à la rupture, la dureté, la résistivité augmente d'une valeur d'un facteur 2 à 3). Dans le domaine de magnétisme, les propriétés magnétiques relèvent de couplage à des distances plus grand comme couplage d'échange (10 - 100 nm dans les matériaux doux) ou des interactions dipolaires. Il existe notamment une transition de phase magnétique pour une taille de grains inférieur à la longueur d'échange : l'anisotropie magnéto-cristalline se trouve moyennée dans l'espace et disparait si les cristaux sont orientés aléatoirement modèle d'anisotropie aléatoire (Random Anisotropy Model).



Figure I.1 : L'arrangement de matériaux nanostructures à deux dimensions.

Les nanomatériaux peuvent être obtenus par l'incorporation de nombreux défauts tels que les lacunes, les interstices, les joints de grains, les dislocations etc. Afin de fabriquer ces nanostructures et nanomatériaux, plusieurs technologies ont été explorées.

I.2. Classification :

Les nanomatériaux peuvent être classés en quatre familles selon leurs formes (Figure I.2) :

-Les matériaux de *dimension 0* qui sont constitués de grains nanométriques dispersés de façon aléatoire ou organisée dans une matrice. On les retrouve par exemple dans les cristaux colloïdaux utilisés en optique et dans les fluides magnétiques ;

- Les matériaux de *dimension 1* qui sont sous forme de nanofils ou de nanotubes ;
- Les matériaux de *dimension 2*, élaborés en forme de couche ultrafine par dépôts d'agrégats ou d'atomes.
- Les matériaux de *dimension 3* qui se présentent sous une forme compacte et sont composés de grains mono ou polyphasés.



Figure I.2 : *Classification des nanostructures selon leur dimensionnalité* [7]. I.2.1. Les nanostructures de dimension 0 :

En dimension 0, ce sont les agrégats d'atomes ou des nanoparticules isolées obtenus à partir d'une phase vapeur sursaturée. Les agrégats d'atomes sont des particules de petites tailles contenant des atomes ou molécules.

L'étude de leurs propriétés chimique et physique permet d'explorer la transition progressive des systèmes atomiques ou moléculaires vers la matière condensée. Ils fournissent de ce fait un système unique pour la compréhension des mécanismes tels que la nucléation, l'adsorption ou les transitions de phases.

I.2.2. Les nanostructures de dimension 1 :

Les systèmes à une dimension regroupent les nanofils et les nanotubes. Les nanofils sont généralement des nano-objets longilignes dont les dimensions vont d'un nanomètre à quelques dizaines de nanomètres pour la section et de 500 à 10.000 nanomètres pour la longueur. Ils sont généralement utilisés pour la transmission de signaux électriques, optiques et même chimiques.

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

I.2.3. Les nanostructures de dimension 2

Cette catégorie regroupe les multicouches, dans lesquels la dimension nanométrique caractérise l'épaisseur ; il est important de signaler que la couche est soit homogène soit constituée de nano-blocs. La caractéristique principale de ces multicouches est la haute densité d'interface. Généralement, les multicouches possèdent des interfaces dont la nature et la composition chimique peuvent différer de celles des couches individuelles. Notons aussi que la faible distance entre les interfaces successives entraîne une perturbation de la majorité des propriétés physiques. Les structures multicouches revêtent un intérêt théorique, notamment sur les mécanismes quantiques élémentaires, ainsi qu'un fort intérêt technologique, du fait de leurs propriétés particulières, telle que la magnétorésistance géante. Les techniques couramment employées pour la préparation des nano couches sont :

- ✓ l'épitaxie par jet moléculaire
- ✓ l'électrodéposition;
- ✓ La technique de spin coating pour les films minces de polymères
- ✓ L'irradiation d'un matériau cible par une impulsion laser.

I.2.4. Les nanostructures de dimension 3 :

Ce sont essentiellement les matériaux nanophasés constitués de grains mono ou polyphasés dont la taille caractéristique est de l'ordre de 1 à 100 nm. En général, ils sont constitués de deux grandes familles d'atomes : ceux appartenant aux grains cristallisés et ceux appartenant aux interfaces et présentant une distribution déférente. L'élaboration de tels matériaux repose sur plusieurs méthodes comme par exemple

La mécanosynthèse. Deux approches complémentaires ont été développées pour synthétiser les matériaux nanostructures (**FigureI.3**).

Dans la première approche dite « bottom-up », les matériaux nanostructures sont assemblés à partir d'atomes individuels ou des blocs nanométriques tels que les nanoparticules. Les travaux du groupe de Gleiter [8] sont les premiers basés sur cette approche. Parmi les méthodes technologiques permettant d'obtenir ce type de nanostructuration, on peut citer : - le compactage de la poudre,

- la synthèse chimique et tous les types de dépôts.

La seconde approche est la démarche descendante dite « top-down » qui implique la diminution de la taille des objets. Les nanomatériaux sont produits par fractionnement des matériaux de plus grande taille. Cette approche est bien connue dans les domaines de la microélectronique et des microsystèmes.



Figure I.3 : Les approches « Bottom-up » et « top-down ».

L'approche « top-down »a besoin de technologies de précision telle que la nanolithographie [9]. Cette technique qui utilise la lumière visible, permet de graver des motifs de 100 nm. En remplaçant la lumière visible par des rayonnements de longueur d'onde plus courte comme les ultraviolets ou les rayons X, il est actuellement possible de graver des motifs encore plus petits de l'ordre de 10 à 20 nm. Cependant, pour les nanostructures magnétiques, cette classification des nanomatériaux proposée par Seigel au début des années 90 s'avère incomplète Selon

Mazaleyrat [10], elle ne distingue pas la dimensionnalité de l'objet et la topologie, Il propose donc une nouvelle classification tenant compte de tous ces critères. Un nano objet peut aussi avoir une ou deux dimensions « non-nanométriques », tout en présentant des structures typiques des nanomatériaux. On parle alors de dimensionnalité d'ordres 2, 1 ou 0 selon que l'objet comporte 1, 2 ou 3 dimensions nanométriques (en ce sens on peut dire qu'un objet non-nano a une dimensionnalité d'ordre 3). L'organisation des nano objets est aussi extrêmement importante car elle conditionne le comportement collectif. On parlera de topologie d'ordres 0, 1, 2 ou 3 selon que les objets sont isolés, organisés en chaînes, en plan ou en réseau tridimensionnel (**Figure I.4**).



Figure I.4 : Classification des architectures de nanomatériaux magnétiques suivant L'ordre de la dimensionnalité du nano-objet et de la topologie [8].

I.3. Domaines d'application des matériaux nanostructurés dans l'aérospatial :

On identifie certains des défis techniques et les principaux Recherchent dans le domaine des nanomatériaux pour les applications aérospatiales.

Plus précisément, il se concentre sur les polymères renforcés de nanotubes de carbone et Matériaux produits par déformation plastique sévère (SPD). Sélectionné les projets européens et les conférences mondiales liées à l'aéronautique inclus. L'état de l'art de la recherche nanocomposite polymère est également Examiné.

Dans l'industrie aérospatiale, il y a un grand besoin de nouveaux matériaux qui présentent des propriétés mécaniques améliorées. Les matériaux possédants dès la force à une masse réduite et la taille font des avions plus légers avec moins de carburant Consommation. Le développement de nouveaux matériaux avec des propriétés sur mesure est l'un des principaux objectifs de la science et de l'ingénierie des matériaux d'aujourd'hui.

3.1. Cellule et composants :

Les nanomatériaux peuvent améliorer les propriétés de presque tous les matériaux utilisés dans la construction d'aéronefs.

Polymères renforcés par des fibres :

• Nanotubes de carbone (CNT) : tubes creux d'un tube (SWCNT, simple paroi) nanotubes de carbone) ou plus (MWCNT, nanotubes de carbone à parois multiples) couche (s) de graphite. La réduction possible de la masse des aéronefs composants utilisant des matériaux composites renforcés de carbones nanotubes (NTC) peut atteindre 60-70% par rapport aux technologies existantes. Polymères renforcés de fibres de carbone.



Figure I.5 Polymère Renforcé par Nanotube (CNTFRP)

Nanotube Composites d'aluminium renforcé (CNT / Al) par rapport à un composite avancé composite de polymère renforcé de fibres de carbone (IM7 CFRP) (Boehm) Les principaux obstacles empêchant une utilisation plus large des NTC (non seulement dans le secteur aérospatial) sont la multiplication par 10 000 du prix par rapport à fibres standard et absence de production appropriée à l'échelle industrielle méthode. Les problèmes techniques incluent l'absence de méthodes permettant d'atteindre des objectifs spatiaux. Alignement des NTC, une bonne adhésion à la matrice polymère et la réalisation d'un taux de chargement élevé.

<u>Métaux :</u>

• Les propriétés des métaux sont régies par la relation Hall-Petch – comme la taille des grains diminue, la force augmente. Les matériaux nanocristallins sont caractérisés par des augmentations significatives de la limite d'élasticité et de la traction force et dureté. Par exemple, la durée de vie en fatigue peut être augmentée de 200 à 300% en utilisant des nanomatériaux ayant une valeur significative réduction de la taille des grains par rapport aux matériaux conventionnels.

• Les métaux nanostructurés, en particulier les alliages d'aluminium et de titane, peuvent améliorer les propriétés mécaniques et améliorer la résistance à la corrosion.

• Les métaux peuvent être renforcés par des fibres céramiques telles que le carbure de silicium, oxyde d'aluminium ou nitrure d'aluminium. Avantages de ces soi-disant Les composites à matrice métallique (MMC) ont une grande stabilité thermique, une faible densité, haute résistance, haute conductivité thermique, et une contrôlable dilatation thermique. MMC ont le potentiel de remplacer le magnésium et des pièces en aluminium à l'avenir.

Matériaux composites :

• L'éblouissement - un stratifié composé de fibres de verre et d'aluminium - est aussi résistant qu'aluminium mais plus léger et résistant à la corrosion. Cependant, c'est beaucoup plus cher.

La liaison entre les feuilles métalliques et les fibres peut être amélioré par des nanoparticules.

Applications :

Applications où les nanomatériaux peuvent contribuer à la construction aéronautique sont principalement dans la structure de la cellule, mais aussi à l'intérieur :

• La cellule est la principale cible d'utilisation des nanomatériaux, visant à une réduction de poids et donc une consommation de carburant réduite et coûts en raison de la résistance des nanomatériaux décrite ci-dessus.

• Une autre raison d'utiliser des matériaux plus résistants est d'améliorer confort. Par exemple, les cabines des avions de ligne sont pressurisées pour éviter le besoin de masques à oxygène, mais l'air à bord est encore beaucoup plus mince que sur le sol - typiquement, l'ambiance de la cabine est équivalente à une altitude de 8 000 pieds. En maintenant la pression de la cabine au niveau du sol, le corps en aluminium de l'avion devrait être beaucoup plus épais, de façons prohibitives lourdes. Le nouveau Boeing 787 sera construit à partir d'un composé de fibre de carbone plus fort, de sorte qu'il peut permettre une plus grande à bord pression équivalente à être à l'extérieur à 6 000 pi d'altitude. C'est attendu En conséquence, les passagers seront beaucoup moins fatigués. Comme mentionné ci-dessus, les nanomatériaux pourraient donner naissance à des matériaux composites encore plus solides que ceux fabriqués avec des fibres de carbone traditionnelles, et pourrait permettre la pression à bord doit encore être augmentée. (Robbins, 2006)

• La substitution d'un matériau plus résistant du même poids peut augmenter la résistance aux chocs de la peau• Les idées visionnaires incluent des matériaux tolérants aux fautes et à guérison automatique. Il a été démontré que des nanoparticules dispersées dans un matériau peuvent migrer vers les fissures, donnant potentiellement lieu à des composites auto-cicatrisants (si une migration suffisante se produit pour colmater les fissures). Par exemple des expériences sont été entreprises avec des particules sphériques d'environ cinq nanomètres sous l'oxyde de silicium. Avec le bon revêtement, les nanoparticules migrer automatiquement vers les fissures dans l'oxyde de silicium. Le Max-Le Planck-Institut für Eisenforschung travaille sur des nanocapsules remplies dans Enduits de zinc pour l'auto-guérison sur les bords coupés.

3.2 Revêtements tribologiques et anticorrosion :

Une autre tendance majeure dans les matériaux utilisés dans les aéronefs concerne les nanocouches pour améliorer la durabilité des métaux. En particulier, les alliages de magnésium, beaucoup plus légers que l'acier ou l'aluminium, sont sujets à la corrosion en raison de la forte réactivité chimique du magnésium. Les revêtements peuvent aider à prévenir la corrosion, mais le type généralement utilisé contient des complexes de chrome qui sont un polluant hautement toxique.

Les matériaux utilisés pour ces nouveaux revêtements nanographiques anti-corrosion comprennent les oxydes de silicium et de bore et les nanocristaux de cobalt-phosphore. Les nanocoatages sont également utilisés sur les aubes de turbines et autres composants mécaniques qui doivent résister à des températures élevées et à l'usure par frottement. Les revêtements tribologiques peuvent réduire considérablement le coefficient de frottement et améliorer la résistance à l'usure, ce qui améliore considérablement l'efficacité des moteurs.



Figure I.6 : Les métaux nanostructurés en vrac présentent des propriétés mécaniques et une résistance à la corrosion bien supérieures à celles de leurs homologues dotés de structures cristallines plus grandes.

De nombreux matériaux de revêtement nanostructurés et nanométriques ont été suggérés comme agents de modification du frottement possibles, tels que les carbures, les nitrures, les métaux et diverses céramiques.

3.3. Moteurs :

Les moteurs sont toujours alimentés par des hydrocarbures. La combustion de carburant a été réduite dans le passé par des améliorations aérodynamiques, par une réduction de poids et par des moteurs et des systèmes plus économes en carburant. Cependant, le coût de La carburante aviation représente toujours une part importante des coûts d'exploitation des avions.il faut améliorer l'efficacité des moteurs d'avion. Les matériaux permettent d'améliorer l'efficacité des moteurs d'avion qui permettent des températures de fonctionnement plus élevées, des poids de moteur plus bas pressions et augmentation des contraintes de fonctionnement du rotor.

• L'application de matériaux nanométriques à haute température aux aéronefs moteurs peut entraîner une augmentation du rapport poussée / poids pouvant aller jusqu'à50% et une économie de carburant de 25% pour les moteurs conventionnels.

• Les nanomatériaux sont appliqués en tant que revêtements sur les aubes de moteurs d'avions. Des recherches sont en cours pour manipuler les propriétés des revêtements vers les basaux niveaux Moléculaire en les faisant adhérer plus fermement à la surface de la lame métallique et permettant aux moteurs de chauffer plus chaud.

• Les céramiques en phase nanométrique sont en train d'être testées pour une utilisation en tant que barrière thermique revêtements (à confirmer). Les revêtements protecteurs améliorés TBC ont une large application dans les moteurs d'avion, les structures aéronautiques, les moteurs à turbine et les produits chimiques. En traitement. Le système de revêtement consiste en une couche externe qui est résistant aux produits chimiques, déposé sur une couche sous-jacente résistante à la traction qui peut se déformer sans se fissurer. Les deux couches sont en pérovskite couches de céramique oxyde. En cas de succès, une plus grande efficacité énergétique peut être atteinte en raison de TBC plus durables qui ne se décolle pas.

3.4. Composants électriques / électroniques et matériel :

Des systèmes nanoélectroniques sont en cours d'élaboration pour le Secteur de la communication. Les résultats peuvent être utilisés aussi pour des applications dans avion. Encore une fois, l'industrie aéronautique n'est pas le principal moteur et applications en astronautique sont beaucoup plus ambitieuses en raison de plus fort contraintes de poids et un environnement de rayonnement plus dur.

• Le principal moteur du secteur de l'aviation est l'amélioration du confort dès les passagers. Pour les systèmes de divertissement, des écrans plats améliorés et des systèmes de stockage de données miniaturisés et économes en énergie seraient utiles.

Par exemple, des écrans plats utilisant des nanotubes de carbone ont été développés, qui consomment moins d'énergie, une vision plus large angle et un affichage plus léger par rapport aux écrans LCD.

• Les systèmes nanoélectroniques intégrés permettront l'ouverture de « "the office And home in the sky".

• Les économies de poids ne pourraient être atteintes uniquement par les économies d'avions cadre, mais aussi en remplaçant les lourds fils de cuivre des avions par des nanotubes améliorés fils en plastique.

• Des plastiques conducteurs améliorés par des nanotubes peuvent être utilisés pour les travaux électrostatiques Dissipation dans les dispositifs électroniques et blindage contre les ondes électromagnétiques.

3.5 Protection thermique et contrôle :

En raison des conditions extrêmes dans l'espace, la protection thermique est un facteur important Sujet. Par des systèmes de protection thermique améliorés pour les engins spatiaux réutilisables les coûts du transport spatial pourraient être réduits, et de plus, un une plus grande flexibilité et sécurité de la mission dans les voyages spatiaux habités pourraient être obtenu. Dans la gamme des systèmes de protection thermique, notamment en céramique les matériaux pour les couches de protection ou les composites de fibres sont importants. Les composites en que les buses ou les chambres de combustion de la fusée moteurs ou boucliers thermiques des systèmes spatiaux de rentrée. • Des feuilles de substrat en céramique oxydent pour des couches de réflecteur (par exemple internes isolation multi-écrans, développée pour le planeur orbital HERMES sur la base d'une procédure sol gel).

• Formation d'une matrice céramique à partir d'oligo- et de polymères silico-organiques précurseurs pour structures complexes

• Nanopoudre (SiC, Al2O3) en tant que composant de matrice

• Fibres céramiques nanostructurées

• Revêtements de fibres à texture nanométrique Le contrôle thermique des systèmes spatiaux est un autre sujet extrêmement pertinent.

Cela concerne, entre autres, la protection des composants électroniques sensibles contre les grandes variations de température. Ceci comprend par exemple un rayonnement efficace de dissipation de puissance électronique, qui représente un problème dans la miniaturisation des satellites. Les nanomatériaux offrent différentes approches pour améliorer la surveillance thermique des systèmes de déplacement dans l'espace. Par exemple, des couches de carbone de type diamant nanostructurées peuvent améliorer les systèmes de contrôle thermique des nanosatellites, car elles possèdent une capacité d'env. Conductivité thermique quatre fois supérieure à celle du cuivre (Rossoni et al. 1999). Au-delà, les couches de carbone ressemblant à un diamant offrent également protection contre la corrosion, par ex. contre l'oxygène atomique et sont stables dans une large plage de température.

I.4. Origine de la différence de propriétés :

L'origine de la différence de propriétés entre les matériaux massifs et les nanomatériaux est liée au nombre très important d'atomes appartenant aux surfaces et interfaces dans les matériaux de taille nanométrique. En effet, lorsque la taille d'une particule diminue, le nombre de particules par gramme croît considérablement : ce nombre est multiplié par 106 lorsque le diamètre d'une particule évolue de 100 nm à 1 nm. D'autre part, la diminution du diamètre des particules conduit à une augmentation de la proportion d'atomes présents en surface (5% des atomes d'une particule de 30 nm sont en surface contre 20% pour une particule de 10 nm et 50% pour une particule de 3 nm). La figure I.7 donne un exemple de l'évolution du

pourcentage d'atomes situés en surface en fonction du nombre d'atomes constituant la nanoparticule.

Pour certains nanomatériaux obtenus par les procédés "top-down", il existe en plus des atomes situés en surface, ceux appartenant aux interfaces et qui présentent une distribution atomique très différente de celle du grain cristallin. Parmi ces nanomatériaux, le trifluorure de fer (FeF₃) occupe une place importante non pas à cause de ses applications technologiques mais à cause de son polymorphisme qui en fait un cas d'école pour certaines propriétés (toutes ses formes sont magnétiquement différentes).

Il apparaît que les joints de grains peuvent avoir une proportion importante dans les poudres nanostructurées et influencent fortement leurs propriétés. De ce fait, l'étude et la caractérisation de ces joints de grains revêtent alors une importance capitale. Plusieurs études ont été faites dans le but de décrire et de caractériser la structure des joints de grains dans les matériaux nanostructurés, mais les résultats restent quelque peu ambigus voire contradictoires pour certains matériaux [09].

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

Figure I.7 : Évolution du pourcentage d'atomes situés en surface en fonction du nombre d'atomes constituant la nanoparticule [10].

Les propriétés et la structure des nano grains ne dépendent pas seulement de la composition chimique, de la taille et de la forme des grains ; elles dépendent également du mode d'élaboration [11]. Par exemple, l'utilisation de la mécanosynthèse (broyage) ou de l'irradiation à très haute énergie entraîne l'introduction par des déformations d'une Très grande densité de défauts (dislocations, impuretés ou lacunes) dans les grains microcristallins, conduisant à des nano grains cristallins séparés par des joints de grains. La caractéristique commune de ces systèmes est la forte influence des zones inter faciales et superficielles sur les propriétés macroscopiques. L'effet de surface ou interface confère alors au matériau un caractère biphasé. Il devient nécessaire de déterminer la composition chimique et la structure de la surface ou du joint de grain : nombre de proches voisins et densité. Par ailleurs, l'orientation cristallographique varie d'un grain à un autre.

Sur **la figure I.8** ci-dessous est présenté un modèle de nanostructure 3D composé de grains cristallins séparés par des joints de grains [12].



Figure. I.8:*Représentation schématique d'une nanostructure 3D, où les grains* <u>cristallisés (en blanc) sont liés par des joints de grains (en noir) possédant un ordre</u> <u>topologique et /ou chimique différent [13].</u>

I.5. Méthodes d'élaboration des matériaux nanostructurés :

Plusieurs techniques de synthèse ont permis l'obtention de matériau nanocristallins reproductibles avec contrôle des paramètres nanostructuraux.

On peut classer les techniques en deux catégories [14] :

- Les méthodes à une étape qui produisent directement des matériaux solides à structure nanocristalline ; on peut citer en exemple la méthode d'électrodéposition, la recristallisation à partir de l'état amorphe ou la déformation plastique.
- Les méthodes à deux étapes consistent en la synthèse de poudres ultrafines, suivie de leur compactage pour constituer un matériau nanocristallin.

Parmi ces techniques à deux étapes on peut citer la méthode de condensation en gaz inerte. Cette méthode présente quelques inconvénients (fragilisation et

corrosion), notamment l'introduction du gaz inerte et d'autres gaz résiduels tels que l'oxygène et l'hydrogène dans le matériau final.

On peut aussi classer les techniques d'élaborations des matériaux nanostructurées en trois grandes catégories : voie physique, voie chimique et procédés mécaniques.

Par voie physique, l'élaboration des nanoparticules peut être réalisée à partir d'une phase vapeur extraite d'un matériau source par chauffage (fusion en creuset ou sans creuset) ou 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 le matériau est collecté sur une paroi froide. Une autre voie d'obtention de nano poudres consiste à utiliser l'action de micro-ondes sur des poudres de taille millimétrique. Des couches minces d'épaisseur nanométrique peuvent également être réalisées par la voie PVD (Physical Vapor Deposition) ou par croissance épitaxique. Les nanotubes de carbone, enfin, peuvent être obtenus par ablation laser, décharge plasma ou décomposition catalytique.

Par voie chimique, plusieurs techniques de fabrication sont couramment utilisées dans l'industrie. Dans 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 réactions en milieu liquide donnent lieu à des synthèses et sont le plus souvent effectuées 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 physicochimique, soit par co-précipitation chimique, soit par hydrolyse. Enfin, les techniques sol-gel permettent de produire des nanomatériaux (optique, magnétique, électronique, catalyseur, énergie, capteurs...) par le biais de réactions de polymérisation inorganiques.

Parmi les techniques d'élaboration par voie mécanique, la technique dite de mécanosynthèse consiste généralement à broyer des poudres micrométriques (1 à 30 μ m), dans cette technique, les nano grains sont obtenus par décomposition d'une poudre composée de grains microcristallins.

Les techniques de densification consistent à convertir un matériau pulvérulent en une pièce massive et comporte deux étapes : une opération de compactage mécanique et une opération de frittage. La compression isostatique à chaud permet de réaliser ainsi ces deux opérations en une seule étape.

Des techniques de forte déformation (torsion, extrusion...) sont également développées pour l'obtention de nano cristaux et de nanostructures. Un des avantages des méthodes mécaniques est de pouvoir s'appliquer aux poudres d'alliages métalliques contenant deux ou plusieurs constituants.

Chapitre II :

La cinématique et dynamique du broyeur mécanique du type planétaire

II.1. Introduction :

Mécanosynthèse (MA) est une voie de synthèse polyvalent à l'état solide de matériaux nouveaux nanométriques avec microstructure métastable et la composition [15]. Il est connu que le broyage à boulets à haute énergie dans un broyeur planétaire conduit à MA des poudres constitutives par un procédé impliquant une déformation répétée, la fragmentation et le soudage à froid [15]. Dans le passé, plusieurs tentatives ont été faites pour simuler la dynamique de ce processus de fraisage en termes de vitesse de la bille, la fréquence de l'impact et de puissance / énergie cinétique transférée à la charge de poudre pendant le fraisage [16-28]. Maurice et Courtney [16] et Courtney [17] ont simulé la mécanique de broyage sur la base du critère Hertzienne d'impact perturbé pour prédire le volume de matériau affecté par l'impact, la durée de l'impact, à taux de contrainte de traction /, élévation de la température et de la vitesse de refroidissement. Ces deux analyses portent sur les aspects phénoménologiques de collision entre deux billes et / ou une boule et paroi de la jarre plutôt que la cinématique du mouvement de la bille. D'autre part, Burgio et al. [18] ont dérivé un ensemble d'équations cinématiques pour calculer la vitesse et l'accélération de la bille dans un broyeur planétaire, et par conséquent, estimer l'énergie transférée aux particules de poudre. La distribution de bille à l'intérieur du broyeur est considérée comme indépendante de la cinématique du mouvement de la bille

Toutefois, l'analyse ne fournit pas un principe directeur de prévoir une condition de broyage optimale.

Par la suite, Abdellaoui et Gaffet [19], Gaffet [20] et Gaffet et al. [21] ont suggéré par des analyses plus rigoureuses que la puissance d'impact de la bille plutôt que l'énergie cinétique ou de la fréquence peut déterminer les produits finaux et l'efficacité du processus de fraisage. Ces modèles, toutefois, donnent des paramètres cinématiques importants tels que la variation angulaire de la vitesse d'impact dans la détermination de la quantité efficace de puissance / énergie transférée aux particules de poudre au cours d'un événement de collision donnée. À cet égard, et al Besset. [22] ont proposé que la vitesse d'impact puisse être déterminée expérimentalement à partir de la taille de l'indentation sur une surface métallique. Magini et Iasonna [23], Iasonna et Magini [24] et Magini et al. [25] ont considéré proposé plus tôt les mêmes conditions cinématiques

par Burgio et al. [18], et calculé l'énergie transférée par effet de comparer cette dernière à la puissance déterminée expérimentalement électrique / mécanique consommée. Malgré une telle approche élégante, l'analyse n'a pas donné une condition optimale de fraisage en termes de puissance/énergie pour une condition de mécanosynthése donnée. Watanabe et al. [26] ont simulé la cinématique et la trajectoire du mouvement lié à billes pour une variété de dispositifs de broyeur à boulets en utilisant le modèle-amortisseur à ressort de Kelvin. L'analyse ainsi que l'observation photographique de [26]

Rotation et parallèle compteur) détermine la nature de la trajectoire de la bille.

Par la suite, Dallimore et McCormick [27] ont prédit le mouvement de milieu de broyage dans un broyeur planétaire à boulets par une méthode des éléments discrets à deux dimensions de l'analyse par ordinateur. Ils ont comparé les modèles viscoélastiques Kelvin et Maxwell et modèle de rendement élastique / plastique, pour caractériser les impacts normaux et tangentiels. En outre, ils ont également examiné la variation en mouvement de la bille et la dissipation d'énergie en cas de collision pour faire varier l'état de fraisage en termes de la synthèse de réaction CuO / Ni [27]. En ce qui concerne la nature de la collision, Le Brun et al. [28] ont exprimé les événements de collision et leur efficacité pour mécanosynthése par un paramètre cinématique (Rayon critique) sans définir sa signification en termes de mécanisme de collision. Il ressort des résultats antérieurs [16-28] que la plupart des enquêtes menées jusqu'à présent dans le domaine de la dynamique de fraisage planétaire à billes ont soit étudié le rôle de la puissance totale de l'impact (Pt) pour mécanosynthése ou ont tenté de prédire la trajectoire du mouvement de la bille à l'intérieur de la jarre. Cependant, une enquête plus approfondie est justifiée pour explorer les conditions les plus favorables pour MA dérivées en fonction des paramètres de fraisage. De plus, l'influence du milieu (impact sur billes et jarres) pour déterminer la cinétique de mécanosynthése n'a pas encore été analysée théoriquement. Une enquête plus approfondie est justifiée pour explorer les conditions les plus favorables pour MA dérivées en fonction des paramètres de fraisage. De plus, l'influence du milieu (impact sur billes et jarres) pour déterminer la cinétique de MA n'a pas encore été analysée théoriquement. Une enquête plus approfondie est justifiée pour explorer les conditions les plus favorables pour MA dérivées en fonction des paramètres de fraisage. De plus, l'influence du milieu (impact

sur billes et jarres) pour déterminer la cinétique de MA n'a pas encore été analysée théoriquement.

Dans la présente enquête, nous avons présenté une analyse cinématique en termes d'un seul cadre de référence cartésien tant pour le disque rotatif et la jarre. Le présent modèle définit explicitement le rôle de paramètres d'usinage dans la détermination du critère pour le détachement de la bille de la paroi du jarre en rotation avant l'impact, de sorte que l'angle de détachement ne prend jamais une valeur réaliste dans l'analyse ultérieure. Pour la première fois, l'effet de la composante tangentielle de la vitesse d'impact de la bille au moment de l'impact a également été pris en compte dans une condition de non-glissement pour établir le critère de l'impact effectif. Enfin, la présente analyse démontre que la puissance consommée par la déformation élastique (Pd) de la bille, qui est déterminée par ses propriétés élastiques, garantit en considération lors de l'opération de broyage.

II.2. Formulation Mathématique :

2.1. Cinématique du mouvement :

La présente analyse de l'opération de broyage planétaire, en conformité avec les modèles antérieurs pertinents [18,19], considère l'ensemble du processus impliquant un certain nombre de billes dans la jarre comme équivalent à l'effet cumulatif des impacts récurrents d'une seule boule sur la fiole mur. En d'autres termes, les boules sont supposées ne pas interférer avec le mouvement de l'autre, et par conséquent, la cinématique et la dynamique d'une seule balle pourrait, en principe, représenter l'ensemble du processus de mécanosynthèse (MA) dans un broyeur planétaire à billes. Pour estimer l'effet d'un impact individuel, la quantité efficace de puissance / énergie transférée par les billes sur le volume de la poudre piégée entre la bille et la paroi de la jarre a besoin d'une bonne évaluation. À cet égard, on suppose que l'énergie cinétique de l'impact est conservée dans les corps qui entrent en collision.

À la suite d'Abdellaoui et Gaffet [19], une seule bille est conçue comme une masse ponctuelle se déplaçant sur la paroi de la jarre sous la condition de "non-glissement. En outre, la présente analyse ne considère que le mouvement de la bille comme un événement périodique initiation à partir d'un point donné de la paroi de la jarre qui offre

une force de réaction maximale à la bille. La cinématique du mouvement de la bille, contrairement à celui présenté dans Réf. [19], a été traitée ici en termes d'un cadre de référence global ayant son origine (O) situé au centre du disque (Fig. 1). Ici, troisième et r_v sont les distances entre l'origine et le centre (C) de la fiole, et celui-ci et une bille, respectivement. La vitesse de rotation du disque, déterminé par la vitesse de rotation de la ligne OC, est ω d dans le sens anti-horaire (ou positif). Conformément au mouvement planétaire de l'usine, la vitesse de rotation de la cuvette dans le sens horaire par rapport à la ligne OC est ω_v . Ici, P (x_0 , y_0) est un point sur la surface de la jarre se trouvant sur la ligne OC, qui est pris comme le point de l'initiation du mouvement de la bille. A tout instant t, la position des vecteurs x_1 et y_1 (Fig. 1) de la bille à un moment donné (t) peut être exprimé en tant que :

$$x_{1} = r_{d} \cos \omega_{d} t + r_{v} \cos (\omega_{d} - \omega_{v}) t$$
(01)

$$y_1 = r_d \sin \omega_d t + \sin r_v (\omega_d - \omega_v) t$$
(02)



 Fig. II.1. Schéma de principe montrant les positions de la bille sur la surface de la jarre au niveau du point d'ouverture de son mouvement (à t = 0), le détachement (à t = t₁) et de collision (t = t₁ + t₂)

Par conséquent, les composantes de vitesse respectives dans les directions x et y, V_x et V_y , peuvent être obtenus comme suit :

$$Vx = \frac{\partial x_1}{\partial t} = -\omega_d r_d \sin \omega_d t - (\omega_d - \omega_v) r_v \sin(\omega_d - \omega_v) t$$
(03)

Et

$$Vy = \frac{\partial y_1}{\partial t} = \omega_d r_d \cos \omega_d t + (\omega_d - \omega_v) r_v \cos(\omega_d - \omega_v) t \tag{04}$$

2.2. Critère détachement :

Définition de la force centrifuge provenant de la rotation de la jarre et le disque le long de la direction P_1C_0 sur la figure (01) donne la réaction agissant net (N) sur la bille à une position donnée sur la paroi du jarre en tant que :

$$N = m \left[r_v (\omega_d - \omega_v)^2 + r_d \omega_d^2 \cos \phi \right]$$
(05)

 ϕ Est la distance angulaire décrit par la bille à un moment donné au cours de son mouvement sur la paroi de la jarre à partir de P₀ sur la Fig. 1, et m la masse de la bille. Initier son mouvement de P₀, la bille reste en contact avec la paroi de la jarre tant que N est positif. Cela Donne (équation (5)) :

$$cos\phi \ge -\frac{rv(\omega d - \omega v)2}{rd\omega d^2}$$
 (06)

Au niveau du point de détachement, soit à $\phi = \phi_1$, la réaction résultante sur la bille est réduite à zéro, à savoir N = 0. En conséquence, il est évident de l'équation. (6) ce qui suit :

$$\cos\phi_1 \ge -\frac{r_v(\omega_d - \omega_v)2}{r_d \omega_d^2} \tag{07}$$

On peut noter qu'une expression similaire a été obtenue dans une analyse antérieure [19]. Cependant, la valeur limite de $\cos (\geq -1)$ exprimée par l'équation. (7) est utilisé ici pour définir un paramètre de détachement (S) en tant que :

$$S = \frac{r_v(\omega_d - \omega_v)^2}{r_d \omega_d^2} \tag{08}$$

Comme S doit être contenue dans la limite $0 \le S \le 1$, il peut dicter les valeurs possibles de combinaison / ω_d et ωv pour une usine donnée (par exemple des valeurs connues de
CHAPITRE I : Une étude cinématique et dynamique du broyeur mécanique du type planétaire.

va et e) de telle sorte que la bille est détachée de la paroi de la jarre à un point donné d'avoir un impact à un autre point sur la paroi de la jarre compte tenu de la condition exprimée par l'équation. (7) au niveau du point de détachement :

$$\phi_1 = \pi - \cos^{-1}S \tag{09}$$

Selon la Fig. 1, l'intervalle entre la bille en mouvement à partir de la position P₀ (x₀, y₀) de P₁ (x₁, y₁) sur la surface de la jarre peut être obtenu comme t₁ = ϕ_1/ω_v .Dans le même intervalle, si θ_1 est le déplacement angulaire de la ligne O_C, puis $\theta_1 = \phi_1\omega_d/\omega_v$. Au moment du détachement, la position de la bille P₁ (x₁, y₁) est un point sur la surface de la jarre dont le centre est situé à (X_{C1}, Y_{C1}). Par conséquent,

$$(x_1-x_{c1})^2 + (y_1-y_{c1})^2 = r_v^2$$
(10)

$$(Xc1 = r_d \cos \theta_1 \text{ et } y_{C1} = r_d \sin \theta_1)$$

2.3. Cinématique d'impact :

Après l'événement de détachement, la bille continue à se déplacer dans une trajectoire donnée et sa position en incréments de temps successifs est calculée à partir des composantes de vitesse dans la direction d'axes de coordonnées au moment du détachement. Le mouvement non accéléré de la bille se poursuit pendant un intervalle t_2 jusqu'à ce qu'il entre en collision avec la surface de la jarre (Fig. 1). Le pas de temps est limité de telle sorte que la distance du centre de la boule de la paroi de la jarre à l'étape finale, par exemple r_v doit être inférieur au rayon de la bille. Position de collision sur la surface de la jarre, P_2 (x_2 , y_2), est donnée par:

$$x_2 = x_1 + v_x t_2 \tag{11}$$

$$y_2 = y_1 + v_y t_2 \tag{12}$$

$$(x_1 + v_x t_2 - x_{c2})^2 + (y_1 + v_y t_2 - y_{c2})^2 = (x_1 - x_{c1})^2 + (y_1 - y_{c1})^2$$
(13)

 X_{c2} et Y_{C2} sont les coordonnées de position du centre de la fiole à instant de collision (Fig. 1). Substituant ($X_{C1}^2 + y_{c1}^2$), ($x_{c2}^2 + y_{c2}^2$), X_{C2} et Y_{C2} obtenus en termes de r_d , Eq. (13) peut être réécrite (t2>0) en tant que :

$$(v_x^2 + v_y^2)t_2^2 + 2(x_1v_x + y_1v_y)t_2 - 2\{x_1rdcos(\varphi_1 + \omega_d t_2) + y_1r_dsin(\varphi_1 + \omega_d t_2)\} - 2\{v_xr_dcos(\varphi_1 + \omega_d t_2) + v_yr_dsin(\varphi_1 + \omega_d t_2)\}t_2 + 2(x_1x_{c1} + y_1y_{c1}) = 0$$

$$(14)$$

CHAPITRE I : Une étude cinématique et dynamique du broyeur mécanique du type planétaire.

Il est intéressant de noter ici que seulement à P_1 (x_1 , y_1) et P_2 (x_2 , y_2) la bille reste attachée à la paroi de la jarre et l'équation. (14) est satisfaite. A tout autre point de la trajectoire de la bille lors de t_2 , le côté gauche de l'équation. (14) donnerait une valeur négative, ce qui indique que la bille ne reste pas fixée sur la jarre. Dans le cas d'une collision, la vitesse résultante (v) de l'impact de la bille est obtenue à partir de l'équation. (14) en tant que :

$$v_{2} = \omega_{d2}r_{d2} + (\omega_{d} - \omega_{v})^{2}r_{v}^{2} + 2\omega_{d}(\omega_{d} - \omega_{v})r_{v}r_{d}\cos\varphi_{l} = v_{r}^{2} + v_{t}^{2}$$
(15)

 v_r et v_t , respectivement, sont les composantes radiale et tangentielle de la vitesse d'impact et l'angle d'incidence (γ) sur la figure 1 est exprimée en tant que:

$$\gamma = \tan^{-1} \frac{v_t}{v_R} = \tan^{-1} \frac{(y_2 - y_{C_2})}{(x_2 - x_{C_2})} - \tan^{-1} \frac{v_y}{v_x}$$
(16)

2.4. Mouvement de la bille :

Après un choc, la bille doit se déplacer vers un point situé à la surface de la jarre sur la ligne O_C pour initier le cycle suivant. Le temps écoulé (t₃) pour ce mouvement est donné par : α

$$t_3 = \frac{\alpha}{w_v} \tag{17}$$

$$\{\alpha = [2\pi - (\varphi_1 + \omega_v t_2)]\}$$

2.5. Fréquence d'impact :

Le temps total pour un cycle complet du mouvement de la bille est déterminé par le temps à travers lequel la bille est en contact sur la paroi de la jarre (t_1) , l'intervalle entre un détachement et le rattachement subséquent à la paroi de la jarre (t_2) et le temps écoulé entre une collision et l'initiation ultérieure du cycle suivant de mouvement (t_3) . Période de temps pour un cycle complet peut donc être exprimée comme suit :

$$t_{\rm f} = t_1 + t_2 + t_3 \tag{18}$$

Par conséquent, la fréquence de collision est donnée par :

$$f = \frac{1}{t_f} \tag{19}$$

<u>CHAPITRE</u> <u>I</u> : Une étude cinématique et dynamique du broyeur mécanique du type</u> <u>planétaire.</u>

<u>2.6. Dynamique de l'impact de la bille :</u>

Considérant que la bille ne change pas sa vitesse lors d'un vol le long du chemin libre, l'énergie cinétique disponible (E_t) de la boule de masse (m) en cas d'impact est exprimé comme suit :

$$E_t = 0.5 \ mv^2 \tag{20}$$

Ainsi, la puissance totale (Pt) transmis par la bille par impact est obtenue sous la forme :

$$P_{t} = f E_{t} \tag{21}$$

Certaines des études antérieures [17,18] ont considéré la collision de bille-paroi avoir lieu sous une condition d'impact Hertzienne [19], et dans l'analyse présente aussi, cette condition a été adoptée. Considérant une zone circulaire de l'impact, la composante radiale de la force d'impact, à partir de la théorie de l'impact d'Hertz [15], peut être obtenue comme suit :

$$Fr = \binom{4}{3} r_B^{1/2} \binom{y}{1-v^2} \delta^{3/2}$$
(22)

 r_b est le rayon de la bille, S la distance d'approche de la bille en direction de la surface de la jarre, Y le module d'élasticité, et v coefficient de Poisson. Par conséquent, on obtient la pression normale (p_n) en tant que :

$$Pn = \frac{Fr}{\pi a^2} \tag{23}$$

a est le rayon de la zone d'impact circulaire obtenue à partir Réf. [15]. Si la déformation de la bille est considérée comme réversible dans la nature, peut être obtenu la durée de l'impact (t_i) de Réf. [19] en tant que :

$$ti = 2.94 \frac{\delta r}{v_r} \tag{24}$$

Par conséquent, en prenant la nature réversible de l'impact en compte, le temps de compression peut être obtenue comme tc = ti/2.

CHAPITRE I : Une étude cinématique et dynamique du broyeur mécanique du type planétaire.

Dans la présente analyse, la masse et le rayon de courbure de la fiole sont considérés comme étant l'infini par rapport à ceux de la bille. Ainsi, une modification appropriée de l'expression de la quantité de mouvement dans les rendements en direction tangentielle [19] :

$$F_t = m \frac{\partial}{\partial t} (v_t + w_r r_B) \tag{25}$$

 F_t est la composante tangentielle de la force d'impact, v_t la composante tangentielle de la vitesse au moment de la collision, et w_r la vitesse angulaire relative. Modification similaire pour la conservation du moment de l'élan [19] de la bille autour de l'axe perpendiculaire au plan de mouvement passant par le point de rendements d'impact :

$$\frac{\partial}{\partial t}[mv_t r_B + m(r_b^2 + r_g^2)\omega_r] = 0$$
(26)

 r_g est le rayon de giration de la bille autour de son centre de masse. L'élimination $\boldsymbol{\omega}_r$ d'Eq. (25) et (26), Ft peut être obtenue comme suit :

$$Ft = -\frac{m}{\left(1 + \frac{r_b^2}{r_g^2}\right)} \left(\frac{dv_t}{dti}\right)$$
(27)

CHAPITREIII: Etude du transfert d'énergie et de la taille des grains de poudre dans un broyeur planétaire

Introduction :

III.1. Les méthodes mécaniques:

Parmi les techniques d'élaboration par méthode mécanique, la technique dite mécano synthèse qui consiste généralement à broyer des poudres micrométriques (1 à 30 μ m) de plusieurs alliages. Elle permet l'obtention de nano précipités ou nano objets dispersés de façon homogène au sein de la matrice. Les techniques de densification consistent à convertir un matériau pulvérulent en une pièce massive et comporte deux étapes : une opération de compactage mécanique et une opération de frittage. La compression isostatique à chaud permet de réaliser ainsi ces deux opérations en une seule étape. Des techniques de forte déformation (torsion, extrusion.....) Sont également développée pour l'obtention de nanocristaux et de nanostructures.

1.2. Elaboration par mécanosynthèse:

La mécanosynthèse est un procédé de la métallurgie de poudres. Comme son nom l'indique, il consiste à utiliser l'énergie mécanique pour réduire la taille de grains du matériau, et réaliser un mélange à l'échelle du grain ou produire un véritable alliage [29]. Il procède par succession de fractures et soudures provoquées lors de choc mécanique. De façon générale, le produit final se présente sous la forme de grains de poudres nanométriques (c'est-à-dire la taille des grains est de l'ordre de 10nm,) [30]. Le broyage mécanique a une grande importance dans l'industrie des poudres. C'est en fait la principale technique pour la fabrication de poudre de métaux. Le broyage de compacts obtenus à partir de poudre produite par réduction, atomisation ou électrolyse est également une opération très classique.

Le broyage permet également de réaliser le mélange simple de deux ou plusieurs matériaux, le mélange à une échelle très fine ou même la constitution d'alliage à l'état solide (mécano synthèse). Il peut permettre la fabrication de phases hors équilibre telles que des alliages amorphe, des solutions solides étendue et des structures nanocristallines. Une opération de broyage est la conjonction de plusieurs phénomènes (fracturation, déformation et soudage à froid des particules) dont l'importance relative

dépend des propriétés physiques et chimiques de la poudre broyée, du milieu dans lequel le broyage est effectué (vide, gaz, liquide) et des conditions de broyage.

1.3. Principe du mécanosynthèse:

D'après Abdellaoui (1994) [31] quatre éléments sont nécessaires pour élaborer des matériaux par mécanosynthèse

- Des poudres élémentaires ou préalliées 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 les palettes (cas des attriteurs) ou mouvement de collagedécollage (cas des broyeurs planétaires, broyeurs horizontaux et vibratoires).
- Un container dans lequel se fait la mécanosynthèse (des jarres dans le cas des broyeurs planétaires, des cylindres dans le cas des broyeurs horizontaux, attriteurs et verticaux (vibratoires à une dimension) et enfin des cellules dans le cas des broyeurs vibratoires à une dimension type "spex").

La mécanosynthèse est une technique de broyage qui permet d'élaborer toute sorte de matériaux (de métalliques à ioniques, cristallins ou non), notamment des matériaux difficiles à synthétiser tels que des solutions solides étendues, des alliages d'éléments immiscibles, des composés métastables [29]. Les particules sont aplaties, fracturées puis soudées (collage-décollage), le collage- décollage

est les événements de base dans l'élaboration des alliages nanostructurés par mécanosynthèse. L'évolution de la mixture des poudres passe par quatre stades [32].

1.3.1. Stade initial:

Durant ce stade, des particules de poudres sont aplaties par la force de compression due à la collision des billes puisque le matériau est généralement doux à ce stade. Le micro forgeage entraîne un changement de la forme des particules individuelles, des clusters ou agglomérats de particules. Pour les systèmes ductiles-ductiles, une structure lamellaire avec une séparation claire entre les différents éléments se développe au début du broyage.

1.3.2. Stade intermédiaires:

Le changement significatif qui se produit durant ce stade est mis en évidence par la différence de la morphologie des particules par rapport à celle du stade initial. Le processus de soudage est important et la déformation plastique conduit à la formation de structure lamellaire dans le cas du mélange ductiles ductiles. Les processus de fracture et de soudage sont dominants à ce stade (orientation aléatoire des lamelles). Ainsi, le phénomène de fracture entraîne la diminution de l'épaisseur des lamelles et des dislocations peuvent prendre place.

La composition chimique de la poudre est toujours non homogène à ce stade.

1.3.3. Stade final:

Un affinement considérable et une diminution de la taille des grains sont évidents à ce stade. La microstructure parait plus homogène à l'échelle macroscopique que celle de stade initial et stade intermédiaire. Aucune structure lamellaire n'est observée et l'alliage est déjà formé. Ce dernier à une composition identique à celle du mélange initial et dont la taille des grains est de l'ordre de quelques nanomètres. Ce stade est caractérisé par un équilibre entre les processus de fracture et de soudage. Sachant que les forces de liaisons des particules de poudre sont plus fortes lorsque la taille des grains

est faible, les déformations ne sont plus possibles car elles nécessitent une grande force pour fracturer les particules.

Ce cas peut être bien décrit par la relation de HALL-Petch [33]

$$\boldsymbol{\sigma} = \boldsymbol{\sigma}_0 + \mathbf{K} \mathbf{d}^{-1/2} \tag{01}$$

Où

 $\boldsymbol{\sigma}$: contrainte minimale nécessaire pour déformer plastiquement un matériau

 σ_0 : contrainte initiale, N/m²

K : constante dépendant du matériau

d : taille moyenne des grains, m

En basant sur ces différents éléments nécessaires pour réaliser une mécanosynthèse, différents types de broyeurs ont étés développés

Lors du broyage, les particules de poudre s'écrasent entre billes-billes où billes parois des jarres puis s'allongent sous l'effet de la pression. L'énergie transférée à la poudre au cours des chocs produit des déformations importantes accompagnées du phénomène de durcissement et d'élévation de la température locale. Cette élévation peut être significative et favorise certaines transformations. Il a été montré l'existence de deux seuils énergétiques au cours des chocs billes-billes ou billes-parois. Le premier se présente comme étant le minimum nécessaire pour amorphies un système donné et le deuxième comme étant un maximum au-delà duquel le système se recristallise partiellement (fracture et soudure)

Ces mécanismes répétés conduisent à la formation de structures de plus en plus fines dans lesquelles prennent place des relations à l'état solide jusqu'à l'obtention du produit final qui a une composition proche de celle du mélange initial [34]

1.3.4. Les paramètres impliqués dans la mécanosynthèse :

1.3.4.1. L'énergie du broyeur:

Dépend de chaque type de broyeur. En principe une énergie élevée conduit à une obtention plus rapide du produit final [35]. L'énergie du broyeur nous donne un autre paramètre important : la vitesse de broyage. Une vitesse trop grande fait que les billes restent collées sur les parois sans agir sur la poudre et fait croître la température de la jarre, avec des effets négatifs sur le produit final (par exemple oxydation) [36,37].

1.3.4.2. La nature des billes et des jarres :

Considère le type d'acier des billes, leur dimension et leur nombre qui ont des influences sur l'efficacité du broyage [36, 37,38]

1.3.4.3. Le rapport masse bille/masse poudre :

Influence la formation des phases dans les poudres broyées. Il peut varier entre 1/1 jusqu'à 220/1, avec la croissance de ce rapport il est possible de réduire le temps nécessaire pour obtenir le produit final [36,37, 38]

1.3.4.4. Le degré de remplissage :

La jarre remplie de billes est un autre facteur important dans le broyage mécanique. Un remplissage trop faible ou trop grand diminue l'efficacité du processus ; un taux optimal de remplissage est trouvé à 50 - 60 % du volume du jarre. Le produit final peut dépendre du taux de remplissage de la jarre avec les billes [36, 37,38].

1.3.4.5. L'atmosphère :

Dans laquelle s'effectue le broyage peut influencer la nature du produit final, mais aussi sa taille. En général, des gaz inertes est utilisés (Ar, He) pour éviter la contamination, mais aussi l'air, N2 ou H2 pour produire des nitrures, hydrures, oxydes, etc. [36, 37]. Il a été trouvé que les gaz inertes peuvent créer des défauts dans la poudre finale, mais aussi qu'ils peuvent être « emprisonnés » dans le composé final [38]. En

fonction de la nature de l'atmosphère de broyage la mécanosynthèse peut être réalisée en environnement sec (air, Ar, He, N2 ou H2) ou humide (des composés organiques peuvent être introduits par exemple dans l'atmosphère de gaz inerte)

1.3.4.6. Temps de broyage:

C'est le paramètre qui décrit l'intervalle de temps nécessaire pour obtenir le l'alliage final. Il dépend du type de broyeur utilisé, du mode d'action des billes sur la poudre (chocs élastiques ou frottements) et de la température de broyage [39].

1.3.4.7. Broyage continu ou séquentiel:

Le broyage continu peut conduire à l'obtention d'un produit différent de celui obtenu pour un broyage avec des pauses [40].

L'utilisation des agents de contrôle du processus peut conduire à une taille de cristallite déterminée, par la régulation des processus de soudage à froid, mais avec des effets contaminants sur la poudre finale [36,37]

1.3.4.8. La température:

De broyage a aussi une influence sur la formation de l'état final du produit. Une température élevée fait que la taille des cristallites augmente mais réduit leurs contraintes et la solubilité dans l'état solide [36,37]. La température varie pendant le processus de broyage ; une température plus haute pendant la période de formation du produit final est observée. Il est constaté l'existence d'une différence entre la température des billes et celle de la paroi et entre différents types des poudres broyées (ductiles, fragiles) [34].

1.3.4.9. La contamination:

Elle est le grand défi de la mécanosynthèse, parce qu'elle est toujours présente. Parmi les facteurs qui contribuent à la contamination des poudres :

•les billes et les jarres

•contamination en fer, dépendante de l'énergie du broyeur, du temps de broyage et de la température qui est atteinte dans la jarre [36,37].

•les poudres broyées, la nature de ces poudres, la dimension des particules, le type de poudre (fragile, ductile) [42].

•l'atmosphère de broyage, réaction avec la poudre broyée et obtention des produits non désirés.

•agents de contrôle du processus, généralement des produits organiques ajoutés en proportion de 1 - 5 % massique aux poudres broyées qui forment des produits incorporés dans le composé final [36,37].

•température de broyage.

•temps de broyage.

Une méthode de réduction de la contamination sans trop diminuer le rendement des broyeurs est proposée dans la référence [43].

1.3.5. Différent type de broyeurs:

Le principe de ce broyeur est basé sur un mouvement vibratoire à haute fréquence d'un cylindre contenant la poudre et les billes. [44]. Ce dernier peut traiter une certaine quantité de poudre dans un temps relativement court, voir figure (3.1)

Ils se présentent le plus souvent sous la forme d'un cylindre à axe horizontal animé d'un mouvement vibratoire. Les mouvements des billes et des particules de poudre dépendent de nombreux facteurs, dont la fréquence et l'amplitude de vibration, la courbure des parois de l'enceinte, etc.. Les forces d'impact dépendent également de la masse des éléments broyant. Un broyage très énergétique peut être obtenu en utilisant des fréquences élevées et des amplitudes faibles. 1es billes utilisées sont généralement plus petites que dans un broyeur à tambour. Ces broyeurs très énergétiques sont très efficaces pour produire des alliages àl'état solide et des métaux renforcés par dispersion d'oxydes.



Figure (3.1) : Exemple de broyeur vibrant [45]

1.3.5.1 Broyeur Horizontal :

Dans un tel type de broyeur les poudres et les billes (on utilise parfois des barreaux, à la place des billes), sont mis dans un cylindre de diamètre supérieur à un mètre en général. Le cylindre tourne autour de son axe central à une vitesse de rotation inférieure à la vitesse critique qui correspond au collage des billes (ou des barreaux) contre la surface intérieure du cylindre. Les broyeurs horizontaux permettent de traiter une grande quantité de poudre de l'ordre de 1 tonne avec un ajout de 10^6 billes (avec une masse de 10 tonnes). Cependant, ce broyeur est aussi bien adapté à la production industrielle que pour la recherche et développement.

1.3.5.2 Broyeur à tambour tournant ou broyeur à boulets :

Ces broyeurs sont des tambours tournants cylindriques a axe horizontal figure (3.2). Le mouvement des billes à l'intérieur de l'enceinte dépend de la vitesse de rotation {généralement quelques dizaines de tr/min} elles peuvent soit rouler en rangées parallèles le long de la paroi en écrasant la poudre contre celle-ci, soit tombé en chute libre sur les autres billes et les particules au fond du tambour. Des arêtes peuvent être

placées à l'intérieur de la cuve pour favoriser l'entraînement des billes et de la poudre. Les billes ont généralement un diamètre de 6 à 25 mm pour un diamètre de broyeur compris entre 1,2 et 1,8 m. Les durées de broyage sont plus longues que dans un Attriteur ou un broyeur vibrant, mais la productivité est nettement supérieure. Ces broyeurs sont habituellement utilisés pour broyer des métaux, en utilisant un adjuvant destiné à empêcher l'agglomération par soudage et limiter l'oxydation.



Figure 3.2 : Broyeur à tambour tournant

<u>1.3.5.3 Broyeurs attriteurs :</u>

Les broyeurs de ce type sont constitués d'une cuve cylindrique munie d'un arbre tournant vertical sur lequel sont fixés des bras horizontaux entraînant les billes dans leur mouvement (figure 3.3). Le broyage s'effectue par impact et par cisaillement. Les attriteurs utilisent des billes plus petites (quelques millimètres) et des vitesses de rotation (de l'arbre) nettement plus grandes (60 à 400 tr/min) que les broyeurs tambour.

Pour les matériaux durs (céramiques, carbures ou métaux durs), les attriteurs sont plus efficaces que les broyeurs tournants ou vibrants. Dans des mélanges de carbure de tungstène et de cobalt utilise pour la fabrication d'outils coupants, ils permettent d'obtenir rapidement une poudre très fine ($< 1\mu m$) avec une excellente répartition du cobalt. Ces broyeurs peuvent aussi être utilisés pour broyer des poudres métalliques sous atmosphère inerte, par exemple pour réaliser le mécano synthèse, mais ils sont

dans ce cas nettement moins intéressants du point de vue économique que les gros broyeurs tournants ou vibrants.



Figure 3.3: Dessin d'un Attriteur [36].

1.3.6. Autres techniques basées sur le choc :

1.3.6.1 Procédé Cold Stream:

Dans ce procède, le matériau à pulvériser est entraîné par un jet de gaz et projeté à grande vitesse sur une cible fixe- La poudre obtenue est tamisée et les particules grossières sont réintroduites dans l'enceinte pour subir un nouvel impact sur la cible. La détente adiabatique des gaz à la sortie de la buse créant un effet de refroidissement très important (supérieur à l'énergie générée par le choc), Ce procédé est utilisé pour pulvériser des matériaux durs, abrasifs et coûteux comme le carbure de tungstène, les alliages de tungstène, le molybdène, les aciers à outils, le béryllium... il permet de transformer rapidement une poudre grossière en une poudre inférieure à un micron. Les avantages de ce procédé sont la simplicité, le faible coût d'utilisation et la basse température qui limite l'oxydation. Pour des matériaux plus classiques, l'utilisation de ce procédé peut être justifiée pour la production de poudres plus fine que celles commercialement disponibles en partant de poudres atomisées.

1.3.6.2 Broyeurs à marteau et à barreaux :

Ces broyeurs sont utilisés dans l'industrie de la métallurgie des poudres pour broyer de grosses quantités de frittés qui sont des produits intermédiaire dans la production de poudre métalliques par réduction de leurs oxydes. Les broyeurs à marteau et à barreaux permettent de broyer é une taille d'environ 150 à 200µm tout en limitant l'écrouissage et la densification, ce qui est favorable pour conserver une bonne compressibilité et une tenue à cru élevée.

1.3.6.3 Broyeur planétaire :

Les broyeurs planétaires sont des broyeurs ayant connu au cours des onze dernières années les développements les plus importants. Dans de tels types de broyeurs connus comme broyeurs centrifuges, les jarres dans lesquelles on met les billes sont fixées sur des satellites tournants, qui sont montés sur un plateau tournant lui aussi. Les jarres tournent avec une vitesse angulaire (1), le plateau tourne avec une vitesse angulaire Ω . Dans ce type de broyeur la vitesse angulaire du plateau Ω est opposée à celle des satellites . L'échantillon utilisé dans un broyeur planétaire est mis dans les jarres sous forme de poudres puis on rajoute les billes et on ferme les jarres. Les broyeurs planétaires les plus utilisés dans les laboratoires sont de type fritch pulvérisée P5 et P7 (figure 3.4). Les deux broyeurs fonctionnent selon le même principe. Dans ces deux machines les vitesses de rotation des satellites (sur lesquels sont fixés les jarres) et plateau Ω sont mécaniquement couplées. La seule différence entre les deux broyeurs (P5 etP7) réside dans leurs capacités et leurs vitesses de rotation.



Figure 3.4 : schématisation d'un broyeur planétaire et de l'action des billes pendant <u>le processus</u>

1.3.7. Les billes :

Le choix des bols et de leur charge de billes déterminent le rendement et le résultat du traitement. Les bols sont sélectionnés en fonction de la quantité alimentée ainsi que des exigences à satisfaire en matière de finesse finale et de pureté de la matière destinée aux analyses ultérieures.

Le rapport de vitesses de rotation (bol / roue solaire) de 1 :-2 suffit dans la plupart des cas étant donné que les énergies d'impact générées par les billes sont assez fortes pour déformer les métaux et les souder entre eux. Lorsqu'il s'agit de matériaux durs et cassants, comme par exemple des semi-conducteurs à liaison covalente, des énergies encore plus fortes sont toutefois nécessaires. Dans ce cas, on peut recourir au broyeur PM 400 MA-type avec de plus grands rapports de vitesses 1:-2,5 ou 1:-3,0. Le rapport de vitesses optimal ainsi que tous les autres paramètres de broyage doivent être définis de manière expérimentale et spécifique au produit.



Figure 3.5 : des billes et des jarres

1.3.7.2. Types des billes :





Fig 3.6: Billes avec couvercle à vis

Avantages des bols de broyage à vis :

Fig 3.7 : Billes av avec couvercle emboît

- > Maniement particulièrement sûr et simple
- Etanches à la poussière et à l'air (pas de perte de matière, pas de fuite, par exemple d'atmosphère inerte)
- > Se prêtent aux broyages cryogéniques et à l'état humide.
- > Toujours bien en place grâce au centrage automatique et au blocage fiable.
- > Prises ergonomiques sur le bol et le couvercle.
- Gaine de protection en acier spécial (pour les bols en agate, oxyde de zirconium et carbure de tungstène.
- Les bols de broyage à vis ont été spécialement développés pour le vibro-broyeur MM 301. Les bols jusqu'à 10 ml, quel que soit le matériau, ainsi que les bols de 25 ml en acier inoxydable ou acier spécial peuvent aussi être utilisés sur le MM 200.

2. Etude du transfert d'énergie et de la taille des grains de poudre : 2.1. Introduction:

Le broyage par mécanosynthèse est une méthode relativement simple de traitement de la poudre pouvant être exploitée industriellement à différentes échelles. Dans une expérience typique de broyage par cette technique, l'enceinte de broyage est partiellement remplie de poudre et de billes qui servent de broyage ou un rapport de masse ou de volume souhaité. Le mouvement périodique de l'enceinte de broyage, permet aux billes d'entrer en collision les uns avec les autres où la poudre est prise en contact. Lors de chaque collision, une fraction de la charge de poudre est piégée entre les outils de broyage et qui est soumise à des efforts mécaniques générant des contraintes non hydrostatiques qui sont prises en contacts entres des particules de poudre. L'intensité de ces contraintes locales est suffisamment élevée pour induire le processus alternatif de déformation mécanique qui est accompagnée de soudure et de fracture des particules de poudre.

Des transformations physiques et chimiques de la poudre à broyer peuvent également avoir lieu, entraînées par la déformation mécanique répétée à des vitesses relativement élevées. Les métaux traités individuellement développent généralement une nanostructure dont la taille moyenne des grains se situe entre 5 et 20 nm, en fonction du métal et des conditions de traitement. Pour les mélanges de métaux, la réduction de la taille des grains peut s'accompagner d'un alliage mécanique, c'est-à-dire de la formation d'alliages cristallins et amorphes par dissolution progressive des métaux les uns dans les autres.

La formation d'une structure de taille nanométrique doit être liée aux conditions de traitement loin de l'équilibre rencontrées par les métaux. Ces derniers sont caractérisés par ces conditions en termes de quantités fondamentales et mettre en lumière les mécanismes fondamentaux des transformations qui sont une étape nécessaire pour favoriser des progrès concrets sur le terrain et répondre aux demandes croissantes d'applications technologiques réussies du procédé de mécanosynthèse. De ce but, diverses questions en suspens doivent être examinées. Par exemple, est-il possible de lier la cinétique de réduction de la taille des grains à des collisions individuelles?

Comment les propriétés des métaux affectent-elles ce processus? Dans le cas de mélanges binaires, quel est l'effet d'un métal donné sur l'affinement granulométrique de l'autre constituant?

Dans ce travail, une première réponse à ces questions est donnée par une étude systématique de l'affinage du grain de différents métaux et de mélanges de métaux à base de Cu. Un modèle phénoménologique a été utilisé pour décrire la cinétique de réduction de la taille des grains et pour analyser les données expérimentales. Il a été montré que la réduction de la taille des grains est régie par le volume de poudre effectivement synthétisé lors de chaque collision et la dureté des métaux synthétisés.

La cinétique de raffinement de la microstructure peut être efficace en tenant compte des caractéristiques fondamentales du broyage par mécanosynthèse. Celles-ci peuvent être résumées comme suit: (i) seule une petite quantité de poudre est synthétisée lors de chaque collision; (ii) la poudre est piégée en collision entre bille et bille ou entre bille et paroi de l'enceinte de broyage; et (iii) l'agitation est en continue du corps granulaire qui permet à la poudre synthétisée de maintenir un degré élevé d'uniformité chimique tout au long de la mécanosynthèse.

Les contraintes mécaniques résultant de chaque collision devraient induire des conditions de charges critiques (CLC) uniquement dans un sous-volume V* de la poudre piégée, liées à la géométrie des collisions, au diamètre des billes servant de broyage et au volume total de poudre V, à l'intérieur de l'enceinte de broyage. Ici, les CLC peuvent être définies comme les conditions de charge induisant une déformation mécanique suffisamment importante pour activer le processus de réduction de la taille des grains. Ensuite, V * peut également être considéré comme le volume de poudre effectivement synthétisé. La charge de poudre peut être divisée en éléments de volume égal V* ayant la même probabilité d'être synthétisé dans une collision donnée. La fraction volumique de la poudre effectivement synthétisée, K, est égale au rapport V*/V. Pour tout composant d'un mélange de poudre, la fraction volumique synthétisée au cours d'une collision unique est égale à K χ_0 , où χ_0 est la fraction volumique du composant.

Une simple analyse statistique du processus de mécanosynthèse indique que la fraction volumique χ_0 (n) de poudre non synthétisée après n collisions peut être exprimée comme suit:

$$\chi_0(n) = \chi_0(n-1) - K\chi_0(n-1)$$
⁽¹⁾

Cela signifie que, à chaque collision, $\chi 0$ (n-1) diminue de la fraction k $\chi 0$ (n-1). Au lieu de cela, l'expression de la fraction χi (n) de la poudre synthétisée i fois après n collisions est la suivante:

$$\chi_i(n) = \chi_i(n-1) - K\chi_i(n-1) + K\chi_{i-1}(n-1)$$
(2)

En résumé, cette étude fournit la première preuve expérimentale que la réduction de la taille des grains induite par mécanosynthèse dans les métaux dépend des caractéristiques intrinsèques de la méthode de synthèse mécanique, des quantités relatives de métaux dans le mélange et de la différence de dureté entre les métaux. Un mélange d'un métal avec un métal dur entraîne pour le Cu une diminution de la taille finale des grains de poudre et une augmentation de la constante de vitesse apparente du raffinement de la microstructure. L'autre métal dans le mélange présente le comportement opposé, montrant une taille de grain moyenne et finale plus grande et une constante de vitesse apparente plus faible.

En principe, ces résultats expérimentaux ne concernent que le Cu. Cependant, le comportement des autres métaux suggère fortement qu'une étude systématique de mélanges binaires pourrait confirmer et étendre la corrélation révélée par cet article entre la dureté et l'évolution de la microstructure.

$$V_{imp} = \frac{16\pi (H_j - R_b) r_0^2 \rho_b n_b R_b^3}{3\rho_p C_R (6D_j^2 H_j - 16n_b R_b^3)}$$
(3)

Où:

- H_j: Hauteur de la jarre ;
- R_b: Rayon de la bille ;
- r₀: Rayon de la surface de contact ;
- ρ_b : Masse volumique de la bille ;
- n_b: Nombre de billes ;
- ρ_p : Masse volumique de la poudre ;
- C_R: Rapport mase billes sur masse de poudre ;

D_i: Diamètre de la jarre.

Le rayon de la surface de contact :

$$r_c = g_r v_b^{0.4} (\rho_b / E)^{0.2} R_b \tag{4}$$

Avec:

$$g_r = 6.4034[(\chi - 1)/\chi]^{0.2}$$
 (5)
 $\chi = R_i/R_b$ (6)

2.2. Expérience:

Quatre différentes échelles de broyeur planétaire à billes ont été utilisées dans ce travail expérimental; la configuration schématique du broyeur planétaire. Ils ont été produits par Fritsch GmbH, Allemagne (Pulverisette-7 et Pulverisette-5 (petits ou grands jarres ont été installés)) et Seishin Enterprise Co., Ltd., Japon (PM-1200). Chaque broyeur se compose d'une paire de jarres en zircone installés sur un disque tournant; le milieu de broyage était des sphères de 10 mm mono-taille en zircone. Les jarres sont mis en rotation dans le sens inverse du disque. Le diamètre intérieur du jarre d_M, sa profondeur h, volume V_M, et le rayon de rotation R, pour toutes les broyeurs. Une poudre de gibbsite (Al (OH) 3, CHP340S, Sumitomo Chemical Co., Ltd., Japon) a été utilisé comme échantillon à la masse dans ce travail expérimental. Le poids de l'échantillon chargé dans la jarre a été mis dans deux conditions (petite et grande quantité) pour chaque broyeur. La taille moyenne (taille de particule de 50%) de l'échantillon initial, D₀, était 51.1. Les produits broyés ont été mesurés en utilisant un analyseur de distribution de taille de particule par diffraction laser (Laser Micronsizer, LMS-32, Seishin Enterprise Co., Ltd., Japon). Chaque taille médiane au temps de broyage D_t, a été déterminée à partir de la courbe de distribution de taille.

2.3. La simulation par ordinateur sur la base de DEM :

La simulation de broyage à boulets était basée sur DEM (Cundall et Strack, 1979). Le modèle Voigt a été utilisé pour le modèle de contact. Les forces de contact (Fn: force

de compression, Ft: force de cisaillement) ont été calculées à partir des équations suivantes à chaque pas de temps.

$$F_{n} = K_{n} \Delta U_{n} + \eta_{n} \frac{\Delta U_{n}}{\Delta t}$$

$$F_{t} = min\{\mu F_{n}, K_{t} \Delta (u_{t} + r_{B}\varphi) + \eta_{t} \frac{\Delta (u_{t} + r_{B}\varphi)}{\Delta t}$$

$$(8)$$

Où, K et son coefficient d'élasticité et le coefficient de dumping, les indices; n et t, représentent composantes normale et tangentielle. U et sont un déplacement relatif et un déplacement angulaire relatif, et est le coefficient de friction et Rb est un rayon de bille.

Mouvement en trois dimensions du milieu de broyage de l'échantillon de poudre dans un broyeur a été proposé en utilisant cette méthode (Kano et al. 1997). Propriétés physiques utilisées dans ce travail de simulation. Le coefficient de frottement a été supposé que 0.68, qui a été déterminée par la méthode d'ajustement de paramètre (Kano et al. 1997). La vitesse de collision d'une bille ou la force interactive peut être simulée, de sorte que le mouvement de la bille au cours du broyage est reproduit avec précision. L'énergie d'impact de balles, Ei, peut être calculée à partir de la vitesse relative V_r, entre deux billes qui entrent en collision ou d'une collision balle.



Fig. 3.8. Voigt. (A) une force de compression, (b) une force de cisaillement

Contre la paroi du broyeur en tant que donnée par l'équation. (9).

$$E_i = \sum_{j=1}^n \frac{1}{2} m v_{r,j}^2 \tag{9}$$

Où m est la masse de la bille, n désigne le numéro de la collision d'une balle contre les autres billes ou la paroi de l'usine dans une seconde. Quand un échantillon de poudre a été chargé dans le pot à une certaine quantité, W, l'énergie d'impact spécifique des billes, EW, peut être exprimée par l'équation. (10).

$$E_w = \sum_{j=1}^n \frac{1}{2W} m v_{r,j}^2$$
(10)

2.3.1. Résultats et discussion expérimentaux:

En utilisant le broyeur plus grand en fonction de la période de broyage de temps t, en fonction de la vitesse de rotation, Nr. l'équation empirique suivante (Eq (11)):

$$\frac{D_t}{D_0} = \left(1 - \frac{D_l}{D_0}\right) \exp\left(-K_{pt}\right) + \frac{D_l}{D_0},\tag{11}$$

Où D_l représente la taille médiane à la limite de meulage. Kp est le taux de meulage de l'échantillon dans chaque condition. Dt / D0 diminue rapidement dans la phase initiale de la meule; par la suite il a tendance à se stabiliser comme le meulage progresse. Les données expérimentales sont ajustées par l'équation (11). Cela donne Kp une valeur représentative de la friabilité dans les conditions actuelles de broyage.

2. Conditions de broyage :

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



caractéristiques de ce broyage

Figure 3.9: Broyeur planétaire type PM 400

			Dureté
Matériaux	Densité	Module d'young	
	[kg/m ³]	[N/m ²]	(Vickers -Pa)
Aluminium	2700	0.69 10 ¹¹	$167 \ 10^{6}$
Titane	4500	$1.14 \ 10^{11}$	970 10 ⁶
Acier inoxydable	7800	1.79 10 ¹¹	1569 10 ⁶
(billes)			
Niobium	8500	1.04 10 ¹¹	1320 10 ⁶
Zircone	6000	2 10 ¹¹	903 10 ⁶

Tableau 3.1: propriétés des billes et des poudres.

4. Programme de calcule :

Le programme de calcule a été élaboré avec logiciel **Maple**. Ce dernier permet d'étudier l'influence de la variation des différents paramètres physique sur la vitesse de broyage.

5. Conclusion :

Un travail qui consiste à déterminer la taille nanocristalline de la poudre à broyer dans un broyeur mécanique du type planétaire, elle consiste également à mettre un petit poids de la poudre et plus un ensemble de billes de taille homogène à l'intérieur de l'enceinte de broyage qui appelée communément la jarre avec en plus, un niveau de remplissage du volume de la jarre cela, nous avons opté à estimer de manière approximative la taille des grains de poudre sachant que plusieurs paramètres de broyage sont pris en considération, A savoir, la vitesse de la bille, le rapport des vitesses de rotations de la jarre et du plateau et la distance du centre du plateau au centre de la jarre, qui peuvent avoir une influence sur l'évolution de la taille des grains des particules de poudre, mais également, un phénomène inéluctable qui est l'échauffement les billes servant de broyage. Par ailleurs, une partie de cette énergie d'échauffement qui est vraisemblablement issue de l'énergie par effet de joule et qui sert aussi, dans la formation des phases intermétalliques pour la composition d'un alliage de nouvel de la poudre et ayant une certaine propriété meilleure.

Notre travail dans ce chapitre consistait à élaborer un programme qui permettra de calculer la vitesse d'impact et l'énergie 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 suivant :

- a) Paramètres géométriques :
- Diamètre de la bille D_B ;
- Position angulaire du plateau $\boldsymbol{\theta}$ par rapport à celle de la jarre $\boldsymbol{\Phi}$;
- Distance entre le centre du plateau et le centre de la jarre ;
- Rayon de la jarre.
- b) Paramètres dynamique :
- Rapport des vitesses de rotation de la jarre et du plateau, $\omega_{v/} \omega_{d}$;
- L'énergie cinétique de choc, Ec ;
- La fréquence de choc, f_{c :}
- La puissance de choc, p_c.

CHAPITRE IV:

Résultats et Discussions

ORGANIGRAMME DE CALCULE



- V_j : Volume de la jarre, 500 ML;
- R_j : Rayon de la jarre, 42.5. 10⁻³ m
- H_j : Hauteur de la jarre, 80. 10^{-3} m;
- R_b : Rayon de la bille, 5 mm ;
- r_c: Rayon de la surface de contact ;
- ρ_b : Masse volumique de la bille, 7850 Kg/m³;
- n_b : Nombre de billes, 20;
- ρ_p : Masse volumique de la poudre, 2700 Kg/m³;
- C_R : Rapport mase billes sur masse de poudre 1/20;
- χ : Rapport des rayons de la bille et de la jarre ;
- v_b : vitesse de la bille ;
- K : rapport des volumes de poudres piégée et échantillonnée ;
- E : Module d' Young des billes, $2 \ 10^{11} \text{ N/m}^2$;
- D_j : Diamètre de la jarre, 0.085 m ;
- D_1 : Taille moyenne limite du broyage de la poudre, 10^{-7} m ;
- D_t: Taille moyenne après un temps de broyage de la poudre (min), μm;
- D_0 : Taille moyenne à l'état initial de la poudre, 10^{-3} m ;
- e_p: Epaisseur de la poudre, 0.001 m ;
- n: Nombre de collisions.

1^{er} cas : Fraction de la taille de poudre en fonction du temps de broyage.

$$U = \frac{D_t}{D_0} = \left(1 - \frac{D_l}{D_0}\right)e^{-\kappa n} + \frac{D_l}{D_0}$$
$$UU = subs(n = \frac{\omega \cdot t}{60.2 \cdot \pi}, U)$$
$$UU = f(\rho_b, t)$$

On donne la valeur de ρ_b =7850 Kg/m³, 6000 Kg/m³ et 3900 Kg/m³ en fixant ρ_p =2700 Kg/m³, puis on varie t de 0 à 25 min. Aussi , la fréquence de rotation de la jarre : ω =2. $\omega_d.2\pi/60 = 440.2\pi/60$.

On obtient une courbe de l'inverse de la fonction exponentielle.

➢ 2^{ème}cas : Fraction de la taille de poudre en fonction du temps de broyage

$$UU = f(\rho_p, t)$$

On donne la valeur de ρ_p =2700 Kg/m³, 4500 Kg/m³ et 8600 Kg/m³, en fixant ρ_b =7850 Kg/m³.

Aussi,
$$\omega$$
=440 .2 π /60.

On obtient une courbe de la fonction inverse de l'exponentielle.

4.1. Influence de temps du broyage :

On fait varier la densité et on observe le développement de la taille en fonction du temps.

	Fraction de la taille de poudre Dt/D0		
Temps de broyage (min)	d=7.85	d=6	d=3.9
0	1.00000000	1.000000000	1.00000000
2	0.7037845955	0.6333927068	0.4953215322
4	0.4953215322	0.4011997625	0.2453688928
6	0.3486146150	0.2541389582	0.1215745844
8	0.2453688928	0.1609971092	0.06026284607
10	0.1727092027	0.1020051564	0.02989691650
12	0.1215745844	0.06464224651	0.01485755040
14	0.08558834262	0.04097822180	0.007408987615
16	0.06026284607	0.02599046880	0.003719930041
18	0.04243990200	0.01649788485	0.001892846585
20	0.02989691650	0.01048569945	0.0009879450274
22	0.02106972811	0.006677845506	0.0005397734742

Tableau4.1 : fraction de la taille de poudre, Dt/D0 en fonction du temps de broyage et pour trois densités des billes, d=7.85, 6 et 3.9, respectivement l'acier dur inoxydable, la zircone et l'alumine.



<u>Figure4.1 : fraction de la taille de poudre, Dt/D0 en fonction du temps de broyage et pour</u> <u>trois densités des billes, d=7.85, 6 et 3.9, respectivement l'acier dur inoxydable, la zircone et</u> l'aluminium

	Fraction de la taille de poudre Dt/D0		
Temps de broyage (min)	d=2.7	d=4.5	d=8.6
0	1.00000000	1.00000000	1.00000000
2	0.7053610212	0.5589287707	0.3289979723
4	0.4975428523	0.3124208270	0.1082846946
6	0.3509621404	0.1746513190	0.03568528523
8	0.2475741388	0.09765405445	0.01180509866
10	0.1746513190	0.05462146449	0.003950168232
12	0.1232165531	0.03057121007	0.001366439168
14	0.08693798985	0.01712989186	0.0005165709315
16	0.06134957435	0.009617745314	0.0002370230371
18	0.04330125743	0.005419321832	0.0001450711059
20	0.03057121007	0.003072887376	0.0001148252779
22	0.02159230598	0.001761501151	0.0001048764915

Tableau 4.2 : fraction de la taille de poudre, Dt/D0 en fonction du temps de broyage pour des billes en acier dur inoxydable et pour trois poudres à broyer : l'aluminium le titane et le niobium.



Figure 4.2 : fraction de la taille de poudre, Dt/D0 en fonction du temps de broyage pour des billes en acier dur inoxydable et pour trois poudres à broyer : l'aluminium le titane et le niobium.

Les figures 4.1 et 4.2 représentent les courbes de la fraction de la taille de poudre, Dt/D0 en fonction du temps de broyage. Les figures prennent l'allure de la fonction inverse de l'exponentielle qui tend vers zéro où c'est le cas de la réduction de la taille des grains de poudre pour un temps donné de broyage.

Dans la figure 4.1, on fait varier la densité des billes qui servent de broyage et qui sont l'acier dur inoxydable, la zircone et l'alumine, respectivement de masse volumique 7850 Kg/m³, 6000 Kg/m³ et 3900 Kg/m³, et ce pour une poudre à broyer de nature l'aluminium. On remarque bien que pour l'oxyde d'aluminium dont les billes sont constituées, le broyage de la poudre est plus important et plus intense, en raison de la dureté des billes qui est plus grande, ainsi la poudre subie de sévères déformations plastiques dues au choc mécanique alternatif et qui sont suivies par la formation de nombreux défauts ponctuels et des bandes de dislocations.

Dans la figure 4.2, on fait varier aussi la densité des poudres à broyer qui sont en occurrence : l'aluminium, le titane et le niobium, respectivement de masse volumique 2700 Kg/m³, 4500 Kg/m³ et 8600 Kg/m³. Ces dernières sont utilisées dans le domaine aéronautique. En plus, les billes servant de broyage sont de nature l'acier dur inoxydable, de cette figure, on remarque que les courbes tendent vers zéro pour une fraction de la taille de poudre Dt/D0 plus basse du broyage mécanique de la poudre ayant une densité plus grande comme le cas du niobium et pour un raffinement des particules de poudre.

L'une des particularités de la mécanosynthèse est la formation de nombreux défauts à l'échelle nanocristalline qui sont habituellement des défauts de points et des défauts de surfaces, et qui sont dus au choc alternatif des billes sur la poudre prise entre les billes ou entre les billes et la paroi de la jarre. Généralement, durant le procédé de mécanosynthèse, une élévation de la température locale qui se produit, et qui atteint un pic de température où le refroidissement est nécessaire.

4.2. La courbe de la puissance d'impact des billes en, J/s.g en fonction de la vitesse de rotation du plateau en, tr/min :

$$U = f.E_c = \eta_v.m_{billes}.\frac{2\omega_d}{2\pi}.\frac{n_b}{m_{poudre}}.\frac{1}{2}m.v_b^2$$

- R_d : Rayon du disque, 0.150 m;
- R_j : Rayon de la jarre, 42.5 10^{-3} m;
- R_b : Rayon de la bille, 0.005 m;
- ω_j : Vitesse de rotation de la jarre 220 tr/min ;
- m_{billes}: Masse des billes, 0.418879 g;
- η_v : Taux de remplissage des billes, 0.198 ;
- n_b : Nombre de billes 20 ;
- m: Masse d'une bille, $7850.\pi .0.010^{3}/6$ g ;
- m_{poudre}: Masses de poudre, 20 g et 12 g pour obtenir deux courbes;
- v_b: Vitesse de la bille qui est fonction de ces paramètres géométrique et dynamique.

On varie ensuite, ω_d de 150 à 390 tr/min pour la courbe de la puissance d'impact des billes.

	Puissance d'impact des billes (j/s*g)		
Vitesse de rotation de plateau (tr/min)	Mp=12	Mp=20	
130	0.7476268154	0.4485760892	
140	0.7704752869	0.4622851721	
150	0.8045632263	0.4827379357	
160	0.8505181477	0.5103108886	
170	0.9089675646	0.5453805387	
180	0.9805389900	0.5883233939	
190	1.065859938	0.6395159629	
200	1.165557924	0.6993347539	
210	1.280260459	0.7681562752	
220	1.410595057	0.8463570345	
230	1.557189235	0.9343135407	
240	1.720670502	1.032402301	
250	1.901666375	1.140999825	
260	2.100804367	1.260482620	
270	2.318711992	1.391227195	
280	2.556016763	1.533610057	
290	2.813346193	1.688007716	
300	3.091327798	1.854796679	
310	3.390589091	2.034353455	
320	3.711757583	2.227054549	
330	4.055460791	2.433276474	
340	4.422326228	2.653395736	
350	4.812981406	2.887788843	
360	5.228053840	3.136832304	
370	5.668171045	3.400902627	
380	6.133960532	3.680376319	
390	6.626049816	3.975629889	

Tableau4.3 : Puissance d'impact des billes en fonction de la vitesse de rotation du plateau pour des billes en acier dur inoxydable et pour la poudre à broyer est l'aluminium de masse M=12 g et 20 g.
Chapitre IV : Résultats et Discussions.



Figure 4.3 : Puissance d'impact des billes en fonction de la vitesse de rotation du plateau pour des billes en acier dur inoxydable et pour la poudre à broyer est l'aluminium de masse M=12 g et 20 g.

Cette dernière est une expression de l'énergie cinétique fois la fréquence de broyage et qui définit une quantité d'énergie dissipée par effet de joule qui résulte du broyage mécanique de la poudre à l'intérieur de l'enceinte de broyage appelée la jarre. Cette énergie produite est nécessaire dans la formation des phases intermétalliques amorphe et métastable de l'alliage en cours de la mécanosynthèse mais aussi, dans la formation et dans la composition du nouvel alliage formé. Ces résultats obtenus sont à comparaitre avec ceux des résultats d'Abdellaoui et al. 4.3. La courbe de la fréquence de broyage en, 1/s. En fonction de la vitesse de rotation du plateau en, tr/min :

$$V = \frac{2\omega_d}{2\pi} \cdot \frac{m}{m_{poudre}}$$

- m_{poudre}: Masses de poudre, 20 et 12 pour obtenir deux courbes;
- m : Masse d'une bille, $7850.\pi .0.010^{3}/6$ g ;

On varie ensuite, ω_d de 130 à 390 tr/min pour la courbe de la fréquence de broyage.

	Fréquence de broyage de la bille (s ⁻¹)	
Vitesse de rotation de plateau (tr/min)	Mp=12	Mp=20
130	0.01417361111	0.008504166664
140	0.01526388889	0.009158333331
150	0.01635416667	0.009812499998
160	0.0174444445	0.01046666666
170	0.01853472223	0.01112083333
180	0.01962500000	0.01177500000
190	0.02071527778	0.01242916666
200	0.02180555556	0.01308333333
210	0.02289583334	0.01373750000
220	0.02398611112	0.01439166666
230	0.02507638889	0.01504583333
240	0.02616666667	0.01570000000
250	0.02725694445	0.01635416666
260	0.02834722223	0.01700833333
270	0.02943750001	0.01766250000
280	0.03052777778	0.01831666666
290	0.03161805556	0.01897083333
300	0.03270833334	0.01962500000
310	0.03379861112	0.02027916666
320	0.03488888890	0.02093333333
330	0.03597916667	0.02158749999
340	0.03706944445	0.02224166666
350	0.03815972223	0.02289583333
360	0.03925000001	0.02354999999
370	0.04034027779	0.02420416666
380	0.04143055556	0.02485833333
390	0.04252083334	0.02551249999

Tableau 4.4 : Fréquence de broyage de la bille en fonction de la vitesse de rotation du plateaupour des billes en acier dur inoxydable et pour la poudre à broyer est l'aluminium de masseM=12 g et 20 g.



Figure 4.4 : Fréquence de broyage de la bille en fonction de la vitesse de rotation du plateau pour des billes en acier dur inoxydable et pour la poudre à broyer est l'aluminium de masse M=12 g et 20 g.

La fréquence de broyage définit une intensité et une efficacité du broyage de la poudre dont la jarre est entrainée par son mouvement de rotation qui contient la charge de poudre et les billes, ainsi il en résulte une grande puissance de choc des billes dans la jarre et une dissipation d'énergie par effet de joule, une partie de cette énergie sert dans la formation des phases intermétalliques et l'autre partie d'énergie favorise dans la composition de l'alliage de l'alliage final de poudre. Les résultats obtenus sont à comparaitre avec ceux de l'auteur Hiroshi Moi et al. <u>4.4. La courbe de la puissance d'impact des billes en, J/s.g_en fonction de la distance du centre de la jarre au centre du plateau en, m:</u>

$$U = f.E_c = \eta_v.m_{billes}.\frac{2\omega_d}{2\pi}.\frac{n_b}{m_{poudre}}.\frac{1}{2}m.v_b^2$$

- R_j : Rayon de la jarre, 42.5 10⁻³ m;
- R_b : Rayon de la bille, 5 mm ;
- ω_j : Vitesse de rotation de la jarre, 220 tr/min ;
- ω_d : vitesse de rotation du disque.
- m_{poudre}: Masses de poudre, 20 et 12 pour obtenir deux courbes;
- m_{billes}: Masse des billes, 0.418879 ;
- η_v : Taux de remplissage des billes, 0.198 ;
- n_b : Nombre de billes, 20;
- m : Masse d'une bille, $7850.\pi.0.010^3/6$;
- v_b: Vitesse de la bille qui est fonction de ces paramètres géométrique et dynamique.

On varie ensuite, R_d de 0 à 0.160 pour la courbe de la puissance d'impact des billes.

	Puissance d'impact des billes (j/s*g)	
Distance de la jarre au centre du plateau (m)	Mp=12	Mp=20
0	0.2227255354	0.1336353212
0.02	0.2438432158	0.1463059294
0.04	0.3071962570	0.1843177541
0.06	0.4127846589	0.2476707953
0.08	0.5606084217	0.3363650529
0.1	0.7506675452	0.4504005270
0.12	0.9829620295	0.5897772177
0.14	1.257491874	0.7544951247
0.16	1.574257080	0.9445542481

<u>Tableau 4.5 : Puissance d'impact des billes en fonction de la distance entre le centre de la jarre</u> et le centre du plateau pour des billes en acier dur inoxydable et la poudre à broyer est l'aluminium de masse M=12 g et 20 g.



Figure 4.5 : Puissance d'impact des billes en fonction de la distance entre le centre de la jarre et le centre du plateau pour des billes en acier dur inoxydable et la poudre à broyer est l'aluminium de masse M=12 g et 20 g.

Ce dernier est considéré comme un bras de levier, que plus on l'augmente plus on obtient une puissance de choc importante des billes dans la jarre et un broyage plus intense et plus efficace de la poudre, ce qui peut entrainer une grande dissipation d'énergie par effet de joule. Cette énergie créée présente l'avantage d'une part, dans la formation des phases intermétalliques et d'autre part, cette énergie participe dans la composition du nouvel alliage formé. En plus, une élévation de la température à l'intérieur de la jarre qui doit être contrôlé sinon on ne se trouve pas dans le procédé de mécanosynthèse ainsi, le broyage mécanique est suivi par des étapes d'arrêt et de marche du broyeur. 4.5. La courbe de l'Energie d'impact des billes en, J/s.g en fonction du rayon de la jarre en, m :

$$V = f.E_c = \eta_v.m_{billes}.\frac{2\omega_d}{2\pi}.\frac{n_b}{m_{poudre}}.\frac{1}{2}m.v_b^2$$

- R_d : Rayon du disque, 150 10⁻³ m;
- R_b: Rayon de la bille 5 mm;
- ω_j : Vitesse de rotation de la jarre, 220 tr/min ;
- ω_d : vitesse de rotation du disque.
- m_{poudre}: Masses de poudre, 20 g et 12 g pour obtenir deux courbes;
- m_{billes}: Masse des billes, 0.418879 ;
- η_v : Taux de remplissage des billes, 0.198 ;
- n_b : Nombre de billes 20 ;
- m: Masse d'une bille, $7850.\pi .0.010^{3}/6$ g ;
- v_b: Vitesse de la bille qui est fonction de ces paramètres géométrique et dynamique.

On varie ensuite, R_j de 0 à 50 mm pour la courbe de l'énergie d'impact des billes.

	Energie d'in	ie d'impact (j/s*g)	
Rayon de la jarre (m)	Mp=12	Mp=20	
0	0.1365478959	1.9456871207	
0.01	0.1756872367	1.9845689732	
0.02	0.3224785125	1.2294876358	
0.03	0.6741279368	1.2885261439	
0.04	1.3751269012	1.3799875296	
0.05	0.9135742183	1.5114785384	

<u>Tableau 4.6 : Energie d'impact des billes en fonction du rayon de la jarre pour des billes en</u> acier dur inoxydable et la poudre à broyer est l'aluminium de masse M=12 g et 20 g.



Figure 4.6 : Energie d'impact des billes en fonction du rayon de la jarre pour des billes en acier dur inoxydable et la poudre à broyer est l'aluminium de masse M=12 g et 20 g.

C'est à dire plus on augmente le rayon des jarres, plus le rebondissement des billes dans la jarre sera grand et le broyage de la poudre sera aussi plus intense qui engendre ainsi, une énergie d'impact plus importante des billes, qui est convertie en énergie dissipée sous forme de chaleur.

L'explication du 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 :

$$V_r = (R_j - R_b)(\Omega - \omega) \tag{4.1}$$

Où :

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

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 par effet de joule sera plus importante. 4.6. La courbe de la fréquence de broyage de la bille en, 1/s en fonction de la puissance d'impact des billes en, J/s.g.

$$U = f.E_c = \eta_v.m_{billes}.\frac{2\omega_d}{2\pi}.\frac{n_b}{m_{poudre}}.\frac{1}{2}m.v_b^2$$

- R_d : Rayon du disque, 150 10^{-3} m;
- R_j : Rayon de la jarre, 0.0425 m;
- R_b: Rayon de la bille 5 mm ;
- m_{poudre}: Masses de poudre, 20 g et 12 g pour obtenir deux courbes;
- m_{billes}: Masse des billes, 0.418879 g;
- η_v : Taux de remplissage des billes, 0.198 ;
- n_b : Nombre de billes 20 ;
- m: Masse d'une bille, $7850.\pi.0.010^{3}/6$;
- v_b: Vitesse de la bille qui est fonction de ces paramètres géométrique et dynamique.

On varie ensuite, ω_d de 5 à 390 avec un pas de 10 pour la courbe de la puissance d'impact des billes.

$$U1 = \frac{2\omega_d}{2\pi} \cdot \frac{m}{m_{poudre}}$$

- m_{poudre}: Masses de poudre, 20 et 12 pour obtenir deux courbes;
- m: Masse d'une bille, $7850.\pi.0.010^{3}/6$;

On varie ensuite, ω_d de 5 à 390 avec un pas de 10 pour la courbe de la fréquence de broyage. Finalement, on reporte la courbe de la fréquence de broyage en fonction de la puissance de broyage.

	Fréquence de broyage de la bille (S ⁻¹)	
puissance d'impact des billes (j/s*g)	Mp=12	Mp=20
1	0.0031547926	0.0158461378
2	0.0275369715	0.0217549635
3	0.0327856147	0.0227331521
4	0.0367931279	/
5	0.0379648236	/
6	0.0425592783	/

Tableau 4.7 : Fréquence de broyage de la bille en fonction de la puissance d'impact des billespour des billes en acier dur inoxydable et la poudre à broyer est l'aluminium de masse M=12 get 20 g.



Figure 4.7 : Fréquence de broyage de la bille en fonction de la puissance d'impact des billes pour des billes en acier dur inoxydable et la poudre à broyer est l'aluminium de masse M=12 g et 20 g.

Sachant qu'on a pris les mêmes conditions de broyage que précédemment pour les mêmes paramètres géométriques et dynamiques de broyage, on obtient les courbes de la fréquence de broyage en fonction de la puissance d'impact des billes pour deux masses de poudre d'aluminium à broyer de masse M=12 g et 20 g dont les billes servant de broyage sont de nature l'acier dur inoxydable, les courbes augmentent proportionnellement avec la puissance d'impact des billes et en fonction exponentielle. Ainsi, une grande dissipation d'énergie par effet de joule du choc mécanique des billes dans la jarre, qui est suivie d'une élévation de la température locale qui devra être évitée par des étapes d'arrêt et de marche du broyeur ou par un refroidissement conditionnel des jarres. L'énergie produite dans la jarre est utile d'une part, dans la formation des

phases intermétalliques de l'alliage de poudre en cours de broyage et d'autre part, dans la composition du nouveau alliage de poudre.

L'énergie spécifique d'impact varie proportionnellement avec la fréquence de broyage. La fréquence de broyage dépend bien de l'énergie spécifique d'impact pour des courbes croissantes en exponentiel et proportionnelles.

La pente de la courbe signifie que le broyage de la poudre dépend des propriétés physiques du matériau et de la taille initiale des particules de poudre. La fréquence de broyage peut être déterminée à partir de l'équation (4.2). On en conclut ainsi, que E_w est un facteur clé pour l'évaluation des conditions de broyage et le type du broyeur mécanique.

$$K_p = k.E_w \tag{4.2}$$

CONCLUSION GENERALE:

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

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

Ce travail a été consacré à l'étude d'un broyeur planétaire type 400 dont la jarre contenant des billes tournant en mouvement de rotation et dans le sens opposé du plateau sur lequel la jarre se fixe, conçu à l'élaboration des nanomatériaux par la technique de mécanosynthèse, en tenant compte de plusieurs paramètres de broyage dans le but de déterminer la granulométrie des poudres, déterminer aussi la puissance d'impact des billes en watt et par gramme de poudre qui se convertie en une énergie de dissipation par effet de joule et la fréquence de broyage sans oublier l'énergie cinétique de choc des billes avec le choc entre elles ou le choc des billes avec la paroi interne du cylindre.

En effet, cette étude consiste à faire varier quelques paramètres de type géométrique et dynamique ainsi que thermophysique qui influent sur le mouvement des billes pour le broyage mécanique, à savoir : la masse de poudre qui dépend du rapport RBP (masse billes sur masse poudre), les densités des billes et des poudres, les vitesses de rotations des jarres et du plateau, la distance entre le centre du plateau et le centre de la jarre et la rayon de la jarre .

Ce type de broyeur présente plusieurs avantages par rapport à d'autres broyeurs mécaniques utilisés en mécanosynthèse car, le mouvement des billes est soumis à des forces centrifuges qui adhèrent les surfaces de la génératrice de la jarre, ce qui rend le choc mécanique des billes assez important avec la paroi interne de la jarre et la poudre, par conséquent une grande intensité et une efficacité du broyage.

Dans le dernier chapitre, un programme de calcul a été développé par logiciel **MAPLE** qui a permis de calculé la vitesse de choc des billes et la puissance fournie par les billes. Ce programme est basé sur la théorie cinématique et dynamique du broyage mécanique.

LISTE DES SYMBOLES ET DES ABREVIATION :

Rd: Rayon du disque

- R_j: Rayon de la jarre
- R_b: Rayon de la bille
- mpoudre: Masses de poudre
- m_{billes} : Masse des billes
- η_v : Taux de remplissage des billes
- n_b : Nombre de billes
- m: Masse d'une bille
- v_b : Vitesse de la bille qui est fonction de ces paramètres géométrique et dynamique.
- ω_j : Vitesse de rotation de la jarre
- ω_d : vitesse de rotation du disque
- ρ_b : Masse volumique de la bille
- n_b: Nombre de billes
- ρ_p : Masse volumique de la poudre
- C_R: Rapport mase billes sur masse de poudre
- χ : Rapport des rayons de la bille et de la jarre
- v_b : vitesse de la bille
- K : rapport des volumes de poudres piégée et échantillonnée
- E: Module d' Young des billes
- D_j : Diamètre de la jarre

- D₁: Taille moyenne limite du broyage de la poudre
- Dt: Taille moyenne après un temps de broyage de la poudre (min), µm
- D₀: Taille moyenne à l'état initial de la poudre
- e_p: Epaisseur de la poudre
- n : Nombre de collisions.
- V_j : Volume de la jarre
- H_j: Hauteur de la jarre
- r_c: Rayon de la surface de contact
- J : rapport de remplissage de billes,%
- Dl : la taille médiane de l'échantillon à la limite de meulage, m
- Dt : la taille médiane de l'échantillon après le broyage pour t min, m
- D0 : la taille médiane de l'échantillon initial, m
- Ei : l'énergie d'impact, J / s
- EW : l'énergie d'impact spécifique J / (sg)
- α : l'accélération de la bille m/s²
- t : Temps de broyage
- t₁ : Temps de vol de la bille
- t₂ : Temps de détachement de la bille
- t3 : Temps de collision de la bille
- Fr : Force radiale d'impact de la bille
- F_t : Force tangentielle de la bille

Table des References:

[1] H. Fecht, J.Nanophase, G.C. Hadjipanayis, R. W. Siegel, Kluwer Academic Publishers, (1994) 125.

[2] H.Gleiter, Prog. Mater. Sci. 33 (1989) 223.

[3] A.S. Edelstein, R.C.Cammarata, Institute of physics publisching, Bristol&Philadelphia (1996).

[4] C. Kuhrt, Magn. Magn. Mater. 235 (1996) 157.

[5] N. E. Fenineche, O.ElKedim, E. Gaffet, Met. Nano. Mat. 7 (2000) 41.

[6] B.Z. Cui, X.K. Sun, L.Y. Xiong, W. Liu, D.Y. Geng, Z.Q. Yang, Z.D, Zhang, AlloysComp. 340 (2002) 242.

[7] A. I. Gusev, Nanomaterials, Nanostructures, and Nanotechnologies (in Russian) //Fizmatlit, Moscow (2007) pp 416.

[8] K. Goser, P. Glosekotter, J. Dienstuhl. Springer-Verlag Berlin and Heidelberg. (2004)293.

[9] H.J. De Los Santos, Principles and applications of nanomemsPhysics (Micro-

systems) Application, (2005).

[10] F. Mazaleyrat. Contribution à l'étude des propiétés des matériaux magnétiques nanostructurés. Mémoire d'habilitation, Université Paris Sud Paris XI, février (2005).

[11] O. Fruchart. Technique de l'ingénieur, traité de magnétisme : Couches minces et nanostructures magnétiques (2007).

[12] K. Goser, P. Glosekotter, J. Dienstuhl. Fundamentals of Nano and Microengineering. (2004) 293.

[13] R. Waser. Nanoelectronics and Information technology. (2005)995.

[14] A.Rice, T.Volpp, E. Goring, W.M. Kuschke ,E. Arzt, NanoStructured Materials,
V.8, n° 7, (1997) 855.

[15] C.C. Koch, in: R.W. Cahn, P. Hassan, E.J. Kramer (Eds.), Materials Science and Technology, Vol. 15, VCH, Weinheim, 1991, 193 pp.

[16] D. R Maurice, T. H Courtney, Metall. Trans. A 22 (1990) 299.

[17] T.H. Courtney, Mater. Trans. JIM 37 (1995) 124.

[18] N. Burgio, A. Iasonna, M. Magini, S. Martelli, F. Padella, Il NuovoCemento 13D (1991) 459.

[19] M. Abdellaoui, E. Gaffet, Acta. Metall. Mater. 44 (1995) 1087.

[20] E. Gaffet, Mater. Sci. Eng. A 133 (1991) 181.

[21] E. Gaffet, M. Abdellaoui, N. Malhouroux-Gaffet, Mater. Trans. JIM 36 (1995)198.

[22] D. Basset, P. Matteazzi, F. Miani, Mater. Sci. Eng. A 174 (1994) 71.

[23] M. Magini, A. Iasonna, Mater. Trans. JIM 36 (1995) 123.

[24] A. Iasonna, M. Magini, Acta Mater. 45 (1996) 1109.

[25] M. Magini, C. Colella, A. Iasonna, F. Padella, Acta Mater. 46 (1998) 2841.

[26] R. Watanabe, H. Hashimoto, G.G. Lee, Mater. Sci. Eng. A 174 (1994) 71.

[27] M.P. Dallimore, P.G. McCormick, Mater. Trans. JIM 37 (1996) 1091.

[28] P. Le Brun, L. Froyen, L. Delaey, Mater. Sci. Eng. A 161 (1993) 75.

[29] G. Le Caër, T. Ziller, P. Delcroix and J. P. Morniroli in ''Mössbauer pectroscopy in Materials Science'' M. Miglierini and D. Petridis (eds), Kixwer Academic Publihers, (1999) 131

[30] R. B. Schwarz and C. C. Koch, Appl. Phys. Lett., 49 (1986) 146.

[31] M. Abdellaoui and E. Gaffet, Acta Metall. Mater., 43 (1995) 1087.

[32] T. H. Courtney, Mater. Trans., JIM 36 (1995) 110.

[33] H. J. Fecht, Nanostructured Mat., 1 (1992) 125.

[34] N. Burgio, A. Iassona, M. Magini, S. Martelli and F. Padella, NuovoCimento, 13 (1991) 459 [35] F. Delogu, M. Monagheddu, G. Mulas, L. Schiffini and G. Cocco, J. Non Crys. Solids, 232 (1998) 383.

[36] L. Schiffini and G. Cocco, J. Non Cryst. Solids, 239 (1998) 383.

[37] A. Iassona and M. Magini, ActaMater., 44 (1996) 1109.

[38] X. P. Nui, Ph. D. thesis-Kulenven- Belgique (1991) 34.

[39] J. Eckert, L. Schultz and K. Urban, Z. Metallkde., Vol. 81 (1990) 862.

[40] J. E, L. S and K. U, J. Mater. Sci., Vol. 26 (1991) 441. 36- J. Eckert, Mater. Sci.Forum, Vol. 88-90 (1992) 679.

[41] S. K. Burke, J. F. Cywinski, J. F. Davies and R. D. Rainford, J. Phys., F13 (1983) 451.

[42] R. O. Willams, Trans. Met. Soc. AIME., 212 (1958) 497.

[43] P. Champion, L. Guillet, Ph. Poupeau, dans ? Diagrammes de phases des matériaux cristallins? ed Masson (1981).

[44] H. Yang, Di LM and H. Bakker Intermetallics, 1. 29

[45] Benjamin, J.S., 1970. Dispersion strengthened superalloys by mechanical alloying. Metallurgical Transactions 1, 2943–2951.