

**République algérienne démocratique et populaire**  
**MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA RECHERCHE**  
**SCIENTIFIQUE**

**ÉCOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE**



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات  
Ecole Nationale Polytechnique

**DÉPARTEMENT DE METALLURGIE**

**PROJET DE FIN D'ETUDES**

**En vue de l'obtention du Diplôme d'Ingénieur d'Etat en génie des  
matériaux**

**DESINTEGRATION DU SABLE QUARTZEUX  
PAR LE PROCEDE COLD STREAM**

**Proposé et encadré par :**

Dr. A. KASSER

**Réalisé par :**

OUMAKHLOUF Rafik

ZAROURI Koussaila

**Promotion juin 2014**

## ملخص

عملية التيار البارد هي وسيلة واسعة لإنتاج المواد المسحوقة . الغرض من هذا العمل هو فهم تأثيرات بعض عوامل هذه العملية مثل عدد الدورات، طول مسافة التدفق وطبيعة الهدف ... الخ. الهدف من هذه الدراسة لهذا المشروع هو إنتاج مسحوق أكسيد السيليسيوم من رمل الكوارتز. هذا المسحوق موجه لاحقا (وليس في هذا المشروع) الى الفرن الدوار ذات الدرجات العالية لنزع اوكسيد الكربون للحصول على السيليسيوم النقي المستخدم في تصنيع الخلايا الضوئية لتوليد الطاقة الكهربائية من الطاقة الشمسية . لتتم هذه العملية قمنا بتصميم مرفق للتجريب وتفكيك الرمل باستعمال الهواء ذات الضغط المرتفع . قطر الرمل المتوسط الابتدائي المستعمل هو 1.8 مم ، بعد التفكك تم الحصول على قطر متوسط حوالي 0.5 ملم بعد 14 دورة إسقاط فقط ضد هدف ثابت

الكلمات الرئيسية: عملية التيار البارد، مسحوق المعادن، توصيف المسحوق، رمل الكوارتز، السليكا

## Agzul

Allal izir assemaḍ d tayara n tsseggiwit iwakken anferes tanga irzen ar wadyen. Iswi umahil aggi Yif n ugzu tazrirt nkra n imesktayen n wallal aggi am amdhan n tasufeght, asettum n yizir assemaḍ, agama n elqis...

Iswi umahil aggi d aseker n wadyen n loxyde n silicium s ujdi aquartzi. Adyen aggi ad twaoxydi s lcarbon g ufarnu itezin aken anferes silicium ametalurgi igtwaqdhcen g tabniqt thaphotovoltith aken anferes afud azḗuran idyussan g itij. iwakken adyeli waggi nseker yewen usbeddi aken anrez ijdi aggi s azwu aeeqqact g waddad 3layen. iziker igtwaqdacen ḍ ujdi aquartzi igs3an akdu alemas 1,8 mm. seld n taruzi akdu alemas adyuyal 0,5 mm seld kan 14 n tasufeghiwin nusenzer mgal lqis usbiḍ.

**Awal arezzam** : izir assemaḍ, adyen, tafza.

## Amawal amaziγ usnan

Iswi	but
Allal	procédé
Izir	jet
assemaḍ	froid
taYara	manière
tasseggiwit	extension
feres	produire
tanga	matière
irzen	casser

Yif	mieux
ugzu	comprendre
tazirt	influence
imesktayen	paramètres
amdhan	nombre
tasufeght	cycle
asettum	distance
agama	nature
adhYen	poudre
tiddi	Taille, microstructure
awezlan	Petit de taille
igtwaqdacen	utilisable
asiley	Mise en forme
afarnu	four
izɣuraren	Electriques
tamguri	Industrie
uzzal	Métal
Tazelya	Particule
Azal	Valeur
alemmas	Moyen
Infel	Varier
Tiyzi	Longueur
elqis	Cible
Ijdi aquartzi, tafza	Sable quartzeux

## Résumé

Le procédé cold stream est une manière étendue pour produire des matériaux pulvérisés en poudre. Le but du présent travail est de mieux comprendre l'influence de certains paramètres de ce procédé comme le nombre de cycle, la longueur du jet froid, la nature de la cible...etc sur le produit pulvérisé. L'objectif de ce projet de fin d'étude est l'élaboration d'une poudre d'oxyde de silicium à partir du sable quartzeux. Cette poudre est destinée à être plus tard (pas dans ce projet) désoxydée par le carbone à haute température dans un four rotatif pour obtenir le silicium métallurgique utilisé dans la fabrication des cellules photovoltaïques pour la production de l'énergie électrique d'origine solaire. Pour cela une installation expérimentale a été conçue et réalisée pour désintégrer le sable avec de l'air comprimé à haute pression. La matière première utilisée est un sable quartzeux de diamètre moyen 1,8 mm. Après désintégration un diamètre moyen de l'ordre de 500  $\mu\text{m}$  a été obtenu après seulement 14 cycles de projection contre une cible fixe.

**Mots Clés :** procédé cold stream, métallurgie des poudres, caractérisation des poudres, sable quartzeux, silice.

## **Abstract**

The cold stream process is a wide way to produce pulverized powder materials. The purpose of this work is to better understand the influence of some process parameters such as the number of cycles, the length of the cold stream, the nature of the target ... etc.. The aim of this final year project is the production of an oxide powder silicon from quartz sand. This powder is to be later (not in this project) des oxidized by carbon at high temperatures in a rotating tube furnace to obtain metallurgical grade silicon used in the manufacture of photovoltaic cells for generating electrical energy from solar sun shine light. To this end an experimental facility was designed and built to disintegrate the sand with high pressure compressed air. The starting material used is a quartz sand of an average diameter of about 1.8 mm. After disintegration an average diameter of about 500  $\mu\text{m}$  was obtained after only 14 cycles projection against a fixed target.

**Keywords:** cold stream process, powder metallurgy, powder characterization, quartz sand, silica.

# Remerciements

Tout d'abord nous remercions Allah le tout puissant de nous avoir donné le courage et la patience de mener à bien notre projet de fin d'études.

Au terme de ce travail, nous tenons à remercier notre encadreur Dr A.KASSER pour l'intérêt qu'il a porté à ce travail, pour sa disponibilité et ses conseils.

Nous remercions Monsieur Pr.DEMRI, de nous avoir fait l'honneur de présider notre jury de mémoire.

Nous remercions également Monsieur PR.SALHI ET Monsieur Dr.DELLALI, de nous avoir fait l'honneur d'être membre de jury.

Nous exprimons notre très sincère reconnaissance à Monsieur Pr.AMARA, Monsieur Dr.Belkacemi et Monsieur Dr.Bennour pour leurs aides et compréhension, ainsi qu'aux chefs des départements de mécanique, civil et minier.

Nous n'oublions pas de remercier tous les enseignants du département de métallurgie de l'ENP, pour avoir participé à notre formation.

**Oumakhlouf et Zarouri.**

# Dédicace

*Je dédie ce modeste travail avec toute mon  
affection aux êtres, qui me sont très chers au monde  
mes parents.*

*À mes chers frères : Akli et Mustapha.*

*À mes sœurs Nadia, Yamina, Kahina et son  
mari Hakim, Lejiga et son mari Abdour.*

*À toute La Famille ZAROURI*

*À mes amis surtout : Chamsddine, Mohamed,  
Ismail, Rafik, Amar, Karim, . . . .*

*Et toute la promotion 2014 d'Ingénieurs en  
Métallurgie de l'École Nationale Polytechnique  
d'Alger.*

*Koussaïsa*

# Dédicace

*Je dédie ce travail :*

*À mes chers parents.*

*À mon grand-père.*

*À ma grand-mère.*

*À toute ma famille.*

*À tous mes Amis.*

*À tous ceux qui comptent pour moi.*

*Et À la mémoire de matoub Lounes.*

*Rafik*

# SOMMAIRE

Introduction Générale.....	1
----------------------------	---

## Partie A : Etude bibliographique

I. Introduction à la métallurgie des poudres .....	2
II. Les méthodes d'élaboration des poudres métalliques et céramiques .....	3
II.1. Procédés Mécaniques (le broyage) .....	3
II.1.1. Procédé Cold Stream .....	3
II.1.2. Procédé Macro-Mesh .....	5
II.1.3. Le procédé Nitrofine Cold Grinding .....	5
II.1.4. La Mécanosynthèse .....	5
II.2. Procédés physiques .....	6
II.2.1. L'atomisation par un fluide .....	6
II.2.2. Procédé à électrode tournante.....	7
II.2.3. Procédé de l'hydrogène dissous .....	8
II.2.4. Atomisation par ultrasons.....	8
II.3. Procédés chimiques.....	9
II.3.1. Le procédé de réduction des oxydes .....	9
II.3.1.1. Le procédé suédois Höganäs .....	9
II.3.1.2. La réduction par l'hydrogène .....	9
II.3.2. Le procédé d'hydrométallurgie .....	9
II.4. Procédé électrolytique .....	9
III. Techniques de caractérisation des poudres métalliques .....	10
III.1. Techniques d'échantillonnage des poudres .....	10
III. 2. Caractérisation granulométrique.....	10
a. La technique de tamisage .....	11
b. Technique de microscopie .....	12
c. Caractérisation par sédimentation .....	12
d. La diffraction de la lumière laser .....	13
e. La technique dite <<air classification>>.....	13

f. La technique de mesure par compteur Coulter .....	13
g. La technique d'atténuation optique.....	13
III.3. Caractérisation de la forme des particules .....	14
III. 4. Caractérisation de la composition chimique des poudres.....	14
IV. Le Matériau étudié .....	15
IV.1. Introduction .....	15
IV.2. Le sable siliceux en Algérie .....	17
IV.3. Exploitation, traitement et valorisation des sables siliceux.....	17
IV.4. Elaboration du silicium pur .....	18
IV.4.1. Elaboration du silicium métallurgique.....	18
IV.4.2. Facteurs d'influence sur la pureté du silicium métallurgique.....	19
IV.4.3. Réduction carbothermique de la silice.....	20
IV.4.4. Purification par laitier .....	21
IV.4.5. Purification par voie gazeuse.....	21
IV.4.6. Procédé SIEMENS .....	21
IV.4.7. Le procédé Union Carbide.....	23
IV.4.8. Le procédé Ethyl Corporation.....	24
IV.4.9. Purification par plasma - Procédé PHOTOSIL.....	24
IV.5. Généralités sur le dioxyde de silicium .....	25
IV.5.1. Caractéristiques de la silice .....	26
IV.5.2. Structure du SiO <sub>2</sub> .....	26
IV.6. Propriétés du dioxyde de silicium .....	27
IV.6.1 propriétés électriques .....	27
IV.6.1.1. Diagramme de bandes.....	28
IV.6.1.2. Les propriétés piézo-électriques .....	28
IV.6.1.3. La conductivité et la dilatation thermique du Quartz .....	29
IV.6.2. Les propriétés chimiques du quartz .....	30
IV.7. Domaines d'applications .....	31

## **Partie B: Techniques expérimentales**

I. Introduction.....	32
II. Caractérisation par tamisage du sable quartzeux .....	32
II.1. Le tamisage .....	32

II.2. Matériels utilisés lors du tamisage .....	33
III. Désintégration du sable quartzeux par le procédé cold stream .....	35
IV. Description des éléments du procédé cold stream.....	37
a) Le sable quartzeux.....	37
b) Les cibles.....	38
c) Le compresseur d'air.....	39
V. Caractérisation du sable quartzeux utilisé.....	40
VI. Effet des variables de désintégration.....	41
a) Influence du nombre de cycle .....	41
b) Influence de la nature des cibles utilisées .....	45
c) Influence de la longueur du jet.....	53
d) Influence du diamètre du tube d'alimentation du sable .....	63

### **Partie C: Discussion des résultats**

I. Introduction.....	73
II. Analyse de l'effet des différents des variables des désintégrations .....	73
a) effet du nombre de cycle .....	73
b) Effet de la nature de la cible.....	74
c) Effet de la longueur du jet .....	74
d) Effet du diamètre d'alimentation.....	75
III. Analyse micrographique .....	76
Conclusion Générale .....	81
Perspectives.....	82
Références Bibliographiques.....	83

## Liste des figures

<b>Figure A.1.</b> Principe du procédé cold stream. ....	4
<b>Figure A.2.</b> (a) Broyeur à tambour tournant, (b) broyeur attracteur. ....	6
<b>Figure A.3.</b> Vue schématique d'un atomiseur .....	7
<b>Figure A.4.</b> Le procédé de l'électrode tournante. ....	7
<b>Figure A.5.</b> Pulvérisateur sous vide.....	8
<b>Figure A.6.</b> Méthode de caractérisation par tamisage des poudres métallique .....	11
<b>Figure A.7.</b> Les différentes variétés de forme des particules de poudre et leur méthode d'obtention .....	14
<b>Figure A.8.</b> Le sable quartzeux .....	16
<b>Figure A.9.</b> Les gisements de silices en Algérie .....	17
<b>Figure A.10.</b> Four de production de silicium métallurgique .....	19
<b>Figure A.11.</b> Représentation schématique d'un réacteur Siemens.....	23
<b>Figure A.12.</b> Les différentes étapes du procédé PHOTOSIL.....	24
<b>Figure A.13.</b> Motif de base de la silice.....	26
<b>Figure A.14.</b> Représentation plane du réseau de la silice (a) cristalline et (b) amorphe .....	27
<b>Figure A.15.</b> Diagramme de bandes du système Si-SiO <sub>2</sub> .....	28
<b>Figure B.1.</b> Balance de précision.....	33
<b>Figure B.2.</b> Une série de tamis (a) en vrac, (b) dans une tamiseuse.....	33
<b>Figure B.3.</b> Photographie réelle du microscope binoculaire. ....	34
<b>Figure B.4.</b> Photo réelle du système cold stream conçu et réalisé .....	35
<b>Figure B.5.</b> Schéma du procédé cold stream .....	36
<b>Figure B.6.</b> Photo réelle du sable quartzeux utilisé.....	37
<b>Figure B.7.</b> Cible métallique. ....	38
<b>Figure B.8.</b> Cible céramique.....	38
<b>Figure B.9.</b> Cible martensitique. ....	39

<b>Figure B.10.</b> Photo réelle du Compresseur d'air.....	39
<b>Figure B.11.</b> Distributions de la taille des particules du sable en fonction des ouvertures des tamis. ....	41
<b>Figure B.12.</b> Distributions de taille après 5 cycles.....	42
<b>Figure B.13.</b> Distributions de taille après 10 cycles.....	43
<b>Figure B.14.</b> Distributions de taille après 14 cycles.....	44
<b>Figure B.15.</b> Evolution du diamètre moyen du sable désintégré en fonction du nombre de cycle .....	45
<b>Figure B.16.</b> Distributions de taille après 5 cycles pour la cible métallique.....	46
<b>Figure B.17.</b> Distributions de taille après 5 cycles pour la cible céramique .....	47
<b>Figure B.18.</b> Distributions de taille après 10 cycles pour la cible métallique .....	49
<b>Figure B.19.</b> Distributions de taille après 10 cycles pour la cible céramique .....	50
<b>Figure B.20.</b> Distributions de taille après 14 cycles pour la cible métallique.....	51
<b>Figure B.21.</b> Distributions de taille après 14 cycles pour la cible céramique .....	52
<b>Figure B.22.</b> Variation du diamètre moyen du sable en fonction du nombre de cycle pour chaque cible.....	53
<b>Figure B.23.</b> Distributions de taille après 5 cycles pour une distance de 5 cm.....	54
<b>Figure B.24.</b> Distributions de taille après 5 cycles pour une distance de 10 cm.....	55
<b>Figure B.25.</b> Distributions de taille après 5 cycles pour une distance de 15 cm.....	56
<b>Figure B.26.</b> Distributions de taille après 10 cycles pour une distance de 5 cm.....	58
<b>Figure B.27.</b> Distributions de taille après 10 cycles pour une distance de 10 cm.....	59
<b>Figure B.28.</b> Distributions de taille après 10 cycles pour une distance de 15 cm.....	60
<b>Figure B.29.</b> Distributions de taille après 14 cycles pour une distance de 5 cm.....	61
<b>Figure B.30.</b> Distributions de taille après 14 cycles pour une distance de 10 cm .....	62
<b>Figure B.31.</b> La distribution de taille après 14 cycles pour une distance de 15 cm .....	62
<b>Figure B.32.</b> Distributions de taille en fonction de la longueur du jet après 5 cycles.....	63
<b>Figure B.33.</b> Distributions de taille après 5 cycles pour un flux $D_j = 8,5$ mm .....	64
<b>Figure B.34.</b> Distributions de taille après 5 cycles pour un flux $D_j = 7$ mm .....	65

<b>Figure B.35.</b> Distributions de taille après 10 cycles pour un flux $D_j = 8,5$ mm .....	67
<b>Figure C.36.</b> Distributions de taille après 10 cycles pour un flux $D_j = 7$ mm .....	68
<b>Figure B.37.</b> Distributions de taille après 14 cycles pour un flux $D_j = 8,5$ mm .....	69
<b>Figure B.38.</b> Distributions de taille après 14 cycles pour un flux $D_j = 7$ mm .....	70
<b>Figure B.39.</b> Evolution de taille des particules en fonction du diamètre de flux après 5 cycles de désintégration .....	71
<b>Figure B.40.</b> Evolution de taille des particule en fonction du diamètre de flux après 10 cycles de désintégration .....	72
<b>Figure B.41.</b> Evolution de taille des particule en fonction du diamètre de flux après 14 cycles de désintégration .....	72
<b>Figure C.1.</b> Micrographies montrant la forme et la taille des particules obtenues après 5 cycles avec un grossissement $G = 16x$ .....	76
<b>Figure C.2.</b> Micrographies montrant la forme et la taille des particules obtenues après 10 cycles avec un grossissement $G = 16x$ .....	77
<b>Figure C.3.</b> Micrographies montrant la forme et la taille des particules obtenues après 14 cycles avec un grossissement $G = 16x$ .....	77
<b>Figure C.4.</b> Micrographies montrant la forme et la taille des particules obtenues après 5 cycles avec un grossissement $G = 16x$ .....	77
<b>Figure C.5.</b> Micrographies montrant la forme et la taille des particules obtenues après 10 cycles avec un grossissement $G = 16x$ .....	78
<b>Figure C.6.</b> Micrographies montrant la forme et la taille des particules obtenues après 14 cycles avec un grossissement $G = 16x$ .....	78
<b>Figure C.7.</b> Micrographies montrant la forme et la taille des particules obtenues après 5 cycles avec un grossissement $G = 16x$ .....	78
<b>Figure C.8.</b> Micrographies montrant la forme et la taille des particules obtenues après 10 cycles avec un grossissement $G = 16x$ .....	79
<b>Figure C.9.</b> Micrographies montrant la forme et la taille des particules obtenues après 14 cycles avec un grossissement $G = 16x$ .....	79

## Liste des tableaux

<b>Tableau A.1.</b> Teneur en impuretés des matières premières.....	19
<b>Tableau A.2.</b> Concentrations en impuretés dans un lingot de qualité UMG1 selon le procédé Ferropem. ....	25
<b>Tableau B.1.</b> Résultats de tamisage du sable quartzeux.....	40
<b>Tableau B.2.</b> Résultats de tamisage après 5 cycles .....	42
<b>Tableau B.3.</b> Résultats de tamisage après 10 cycles .....	43
<b>Tableau B.4.</b> Résultats de tamisage après 14 cycles .....	44
<b>Tableau B.5.</b> Résultats de tamisage pour La cible métallique après 5 cycles .....	46
<b>Tableau B.6.</b> Résultats de tamisage pour La cible céramique après 5 cycles .....	47
<b>Tableau B.7.</b> Résultats de tamisage pour La cible métallique après 10 cycles .....	48
<b>Tableau B.8.</b> Résultats de tamisage pour La cible céramique après 10 cycles .....	49
<b>Tableau B.9.</b> Résultats de tamisage pour La cible métallique après 14 cycles .....	51
<b>Tableau B.10.</b> Résultats de tamisage pour La cible céramique après 14 cycles .....	52
<b>Tableau B.11.</b> Résultats de tamisage après 5 cycles pour une longueur de jet 5cm .....	54
<b>Tableau B.12.</b> Résultats de tamisage après 5 cycles pour une longueur de jet 10cm .....	55
<b>Tableau B.13.</b> Résultats de tamisage après 5 cycles pour une longueur de jet 15cm .....	56
<b>Tableau B.14.</b> Résultats de tamisage après 10 cycles pour une longueur de jet 10cm .....	57
<b>Tableau B.15.</b> Résultats de tamisage après 10 cycles pour une longueur de jet 15cm .....	58
<b>Tableau B.16.</b> Résultats de tamisage après 14 cycles pour une longueur de jet 10cm .....	60
<b>Tableau B.17.</b> Résultats de tamisage après 14 cycles pour une longueur de jet 15cm .....	61
<b>Tableau B.18.</b> Résultats de tamisage après 5 cycles pour un diamètre de flux $D_f = 8,5\text{mm}$ ....	64
<b>Tableau B.19.</b> Résultats de tamisage après 5 cycles pour un diamètre de flux $D_f = 7\text{mm}$ .....	65
<b>Tableau B.20.</b> Résultats de tamisage après 10 cycles pour un diamètre de flux $D_f = 8,5\text{mm}$ ....	66
<b>Tableau B.21.</b> Résultats de tamisage après 10 cycles pour un diamètre de flux $D_f = 7\text{mm}$ ...	67
<b>Tableau B.22.</b> Résultats de tamisage après 14 cycles pour un diamètre de flux $D_f = 8,5\text{mm}$	69
<b>Tableau B.23.</b> Résultats de tamisage après 14 cycles pour un diamètre de flux $D_f = 7\text{mm}$ ...	70

# **Introduction Générale**

## INTRODUCTION GENERALE

---

La métallurgie des poudres (MDP) est le domaine de la métallurgie traitant de la production des poudres des métaux et leurs alliages ainsi que d'autres matériaux dans le but de fabriquer des pièces mécaniques à partir de ces poudres. Généralement la matière de base utilisée en métallurgie des poudres est la poudre métallique produite par différentes techniques telles que la méthode mécanique, chimique ou physique.

Depuis une dizaine d'année l'industrie photovoltaïque connaît une croissance extrêmement forte, ce qui a créé une demande en silicium que les faibles capacités mondiale de l'offre ne pouvaient satisfaire. En plus de sa rareté, le silicium métallurgique élaboré par le procédé conventionnel d'enrichissement, fusion et solidification est extrêmement cher. Pour cela d'autre méthodes d'élaboration doivent être explorées afin de réduire les coûts et de vulgariser d'avantage la production et l'utilisation de l'énergie d'origine solaire.

La métallurgie des poudres est connue comme étant une méthode d'élaboration moins coûteuse des matériaux, grâce notamment à une réduction importante des étapes de production, et une consommation moindre d'énergie dans le processus de production. En utilisant le procédé cold stream de la métallurgie des poudres, on peut élaborer une poudre d'oxyde de silicium ( $\text{SiO}_2$ ) de taille convenable qui peut être désoxydée pour obtenir du silicium de grade métallurgique utilisé dans la fabrication des cellules photovoltaïques. Ce procédé est recommandé pour ce type de matériau, car il évite la contamination du silicium qui reste un problème majeur dans le processus d'élaboration de ce dernier. Le but du présent travail est donc de mieux comprendre l'influence de certains paramètres de ce procédé (nombre de cycles, longueur du jet froid, nature de la cible...etc) pour avoir une poudre de  $\text{SiO}_2$  de qualité meilleure.

Ce mémoire est divisé en deux parties :

- La première partie est une brève étude bibliographique où l'on a traité:
  - Des procédés de productions des poudres métalliques (le procédé électrolytique, le procédé chimique, le procédé physique et le procédé mécanique).
  - Des techniques de caractérisation des poudres métalliques.
  - Le Matériau étudié.
  
- La deuxième partie représente la partie pratique de ce mémoire où l'on a traité :
  - Des techniques expérimentales.
  - Des résultats et leurs interprétations.

Enfin, sur la base des résultats obtenus, nous présentons une conclusion générale qui regroupe les principaux points auxquels nous avons abouti.

**Partie A**

**ETUDE**

**BIBLIOGRAPHIQUE**

## I. Introduction à la métallurgie des poudres

La métallurgie des poudres (mdp) rassemble les procédés thermomécaniques d'élaboration et de mise en forme de matériaux métalliques à partir des poudres. Bien que les premiers objets métalliques artisanaux aient été obtenus dans la préhistoire par des techniques s'apparentant à la métallurgie des poudres et à la forge, l'industrie de la mdp est véritablement née au début du XXe siècle avec la fabrication de filaments de tungstène pour lampes à incandescence. Un peu plus tard, les premiers carbures cémentés et les coussinets en bronze autolubrifiants sont élaborés à partir des poudres. Mais c'est le développement de l'industrie automobile, à partir des années 1950, qui a donné véritablement son essor à cette activité de mise en forme des métaux. L'automobile reste, avec 85% du tonnage pour la France, le principal débouché pour cette technologie. La pénétration moyenne de la mdp est d'environ 7 kg par véhicule léger pour les constructeurs français, et beaucoup plus en Amérique du nord.

Mais l'équipement de bricolage, de sport, la bureautique, et même l'horlogerie et la lunetterie, font de plus en plus appel à cette technologie. C'est un métier dans lequel la place laissée à l'imagination technologique est grande. La recherche active (environ 200 chercheurs en France) et les collaborations internationales intenses, sont fortement intégrées à l'échelle européenne. Ces dix dernières années ont vu deux tendances contradictoires dans la structure de l'industrie de la métallurgie des poudres. Le regroupement à l'échelle de la France puis de l'Europe, et maintenant du monde, fait que des entreprises produisent des pièces mécaniques frittées par voie classique de compactage et de frittage. Une éclosion de nouvelles petites entreprises commencent à produire des pièces en moulage par injection.

Dans le domaine vaste de la métallurgie des poudres on peut distinguer deux filières principales :

1. Une filière traditionnelle pour la fabrication en grande série de pièces mécaniques aux tolérances précises dont la masse n'excède pas 1 kg et qui, pour la plupart, sont en acier peu allié. La densification est assurée à froid par pressage axial, puis par frittage. La technologie de moulage par injection, qui dérive de la plasturgie, se rattache aussi à la filière traditionnelle et convient surtout pour de petites pièces de forme complexe.

2. Une filière demi-produit pour la fabrication de grosses pièces pouvant dépasser une tonne entièrement denses mais en petite série. La densification à chaud par déformation plastique des poudres peut se faire par extrusion ou par compactage isostatique à chaud. Les ébauches obtenues sont ensuite découpées, forgées, ou usinées pour la mise en forme finale. Les constructions aérospatiale et navale ainsi que la pétrochimie, sont les principaux utilisateurs de pièces en acier inoxydables, aciers à outils ou en superalliages à base de nickel, dont le niveau de propriétés mécaniques est inégalé dans un environnement sévère.

Choisir la métallurgie des poudres de préférence aux autres technologies de mise en forme peut se justifier par des avantages économiques ou métallurgiques. Dans le premier cas, c'est par exemple l'élimination ou la réduction des gammes d'usinage dans la chaîne de production qui motive l'industrie automobile et ses fournisseurs. Dans le second, la meilleure homogénéité des produits frittés intéresse en particulier les producteurs d'outillage et l'industrie aéronautique [1].

# Etude bibliographique

---

La métallurgie des poudres reste cependant, une technique de mise en forme des métaux, encore insuffisamment exploitée. En terme de tonnage, et à l'échelle mondiale, sa part ne représente que 0,1% de celle des procédés qui reposent sur la fusion-solidification pour la première mise en forme de pièces. La comparaison de la mdp aux industries métallurgiques ou mécaniques concurrentes, ne doit pas s'arrêter à des considérations de volume de production. La mdp utilise un demi-produit souvent cher qu'est la poudre elle-même, mais elle permet sur pièces consolidées, de faire de réelles économies au niveau de l'usinage tout en garantissant une très bonne microstructure et un bon niveau de propriétés d'emploi [1].

Nombre de produits sont, de nos jours, fabriqués sous forme des poudres : pigments, encres, vernis, catalyseurs, explosif, produits chimiques, .....etc.

En fait, l'utilisation des poudres est devenue si importante qu'il est presque impensable, maintenant, de concevoir un procédé industriel sans elle.

Les méthodes de fabrication des poudres peuvent se classer en quatre procédés [1].

- Procédés mécaniques
- Procédés physiques
- Procédés chimiques
- Procédé électrolytique

## **II. Les méthodes d'élaboration des poudres métalliques et céramiques**

### **II.1. Procédés Mécaniques**

Les procédés mécaniques regroupent toutes les techniques basées sur le broyage des métaux fragiles tels que le manganèse le chrome et certains alliages de cuivre.

Si les matériaux à broyer sont ductiles, un traitement préalable de fragilisation à l'hydrogène peut être appliqué pour les rendre fragiles. Des systèmes tels que : Fe-Si, Fe-Cr, Fe-Al peuvent être transformés en poudre en utilisant plusieurs types de broyeurs, comme les broyeurs à boulets, à secousses, à marteaux, à cylindres, les tubes broyeurs, les broyeurs tourbillonnaires ainsi que divers désintégrateurs à choc. Les broyeurs à mâchoires, à marteaux et à cylindres sont très utilisés pour le broyage grossier. Le broyage fin suit fréquemment le concassage préliminaire, car celui-ci donne rarement une poudre immédiatement utilisable [2].

Quatre principaux procédés de broyage sont importants :

#### **II.1.1. Procédé Cold Stream**

Le procédé Cold stream est un processus à vitesse élevée, dans lequel le matériau est entraîné dans un courant de gaz et projeté contre une cible stationnaire. Après que le matériau ait frappé la cible puis fracassé, il est enlevé de la chambre d'impact par aspiration. Le matériau est ensuite transporté vers un classificateur qui permet aux produits de grosses tailles de tomber dans un récipient de stockage pour un impact ultérieur contre la cible. Le produit final

## Etude bibliographique

---

est séparé par le classificateur, puis transporté vers les conteneurs de collection. La chambre dans ce procédé est revêtue avec du carbure de tungstène ou un autre matériau résistant à l'usure. La lance supersonique et la cible sont en général fabriquées à partir de carbure de tungstène cémenté, mais les autres matériaux résistants à l'usure peuvent aussi être utilisés pour fabriquer ces composants. La figure A.1 montre un courant de matériau brut à grande vitesse percutant une cible en se fracassant.



**Figure A.1.** Principe du procédé cold stream [3].

La propagation rapide du gaz sortant de la lance, crée un grand effet rafraîchissant à travers l'expansion adiabatique. Cet effet est plus grand que la chaleur générée par la pulvérisation. Un compresseur débitant  $56 \text{ m}^3 \cdot \text{min}^{-1}$  d'air à 6.9 MPa est utilisé, et de tels compresseurs peuvent alimenter deux ou trois systèmes d'impact Cold stream simultanément. Le procédé d'impact cold stream est utilisé pour pulvériser les matériaux durs, abrasifs et relativement chers, comme les carbures de tungstène, les alliages de tungstène, le molybdène, les aciers à outil, le béryllium et d'autres alliages. Le processus convertit rapidement des particules assez grosses vers une taille de l'ordre du micron. Les avantages du procédé incluent : la simplicité, un bas coût des opérations, une basse température pendant les opérations (ce qui prévient l'oxydation), une aptitude à retenir une haute pureté et à contrôler la taille des particules à travers le temps du matériau en cours de pulvérisation. Le coût élevé du traitement additionnel cold stream est justifié par la production d'une poudre plus fine que celle disponible commercialement par atomisation. La plupart des poudres atomisées ont un film mince d'oxyde en surface des particules, ce qui est remarquable pour les poudres grossières d'acier de composition ou inoxydable. Durant leur traitement par le procédé cold stream, le film fragile d'oxyde est rayé du métal puis fracassé en fine poussière. Le procédé cold stream produit en général une poudre d'oxyde, qui est ultérieurement séparée de la poudre du métal produit [3].

### II.1.2. Procédé Macro-Mesh

General Motors a développé aux États-Unis un procédé de broyage de copeaux d'usinage d'acier ou de fonte malléable. L'utilisation de broyeurs à marteaux permet d'obtenir des poudres assez grossières de 0,2 à 0,7 mm. Elles peuvent servir à faire des pièces de grandes dimensions, soit par compactage à froid et frittage, soit encore mieux, par mise en forme et frittage simultanés (forgeage à chaud des poudres) [4].

### II.1.3. Le procédé Nitrofine Cold Grinding

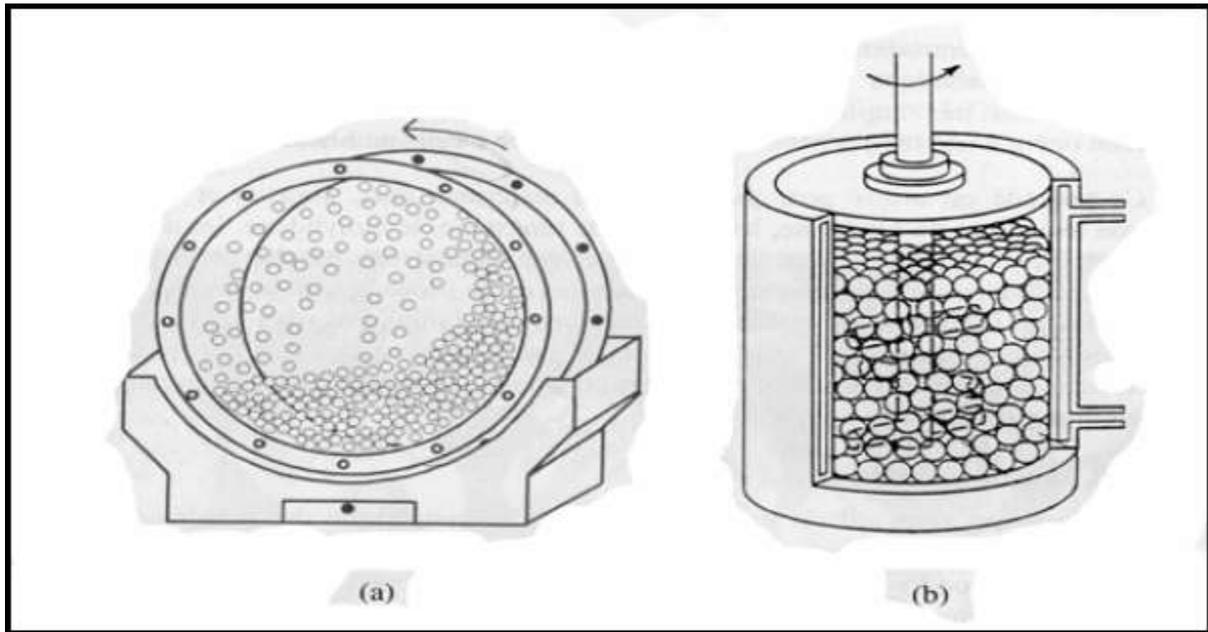
Ce procédé utilise également le broyage des copeaux d'usinage d'acier ou de fonte malléable dans des broyeurs à marteaux, ce qui permet d'obtenir des poudres d'aciers assez grossières pouvant servir à la fabrication des pièces de grandes dimensions [4]. Les copeaux préalablement triés, pré concassés, sont d'abord refroidis par l'azote gazeux froid, puis introduits dans un broyeur refroidi à l'azote liquide. La température de broyage étant bien au-dessous de la température de transition fragile-ductile de l'acier, fait qu'il faut assez peu d'énergie pour pulvériser les copeaux. La rupture étant fragile, les particules obtenues sont de forme angulaire et à arêtes vives, ce qui donne une poudre à très bonne compressibilité et à bonne résistance mécanique à l'état comprimé [5].

### II.1.4. La Mécanosynthèse

La mécano-synthèse (mechanical alloying) a été développée au début des années 1960 aux États-Unis pour combiner les avantages du durcissement par précipitation et du renforcement par dispersion d'oxydes pour des superalliages à base de fer et de nickel. Cette technique consiste en un broyage très énergétique de poudres métalliques additionnées éventuellement de poudres de céramiques dans le but de produire une poudre alliée ou composite. Les poudres de départ peuvent être des poudres de métaux purs, des alliages mère, des poudres pré alliées ou même des composés.

La forme des particules obtenues est une structure très particulière constituée des lamelles successives des différents éléments de départ. Avec l'avancement du broyage, cette structure lamellaire est progressivement affinée jusqu'à une taille de l'ordre de quelques nanomètres.

Les machines (figure A.2) les plus utilisées dans le procédé mécanique sont les broyeurs à tambour tournant (broyeurs à boulets), broyeurs attracteurs, broyeurs vibrants, à marteaux.....etc [1].



**Figure A.2.** (a) Broyeur à tambour tournant, (b) broyeur attracteur [1].

## II.2. Procédés physiques

Les procédés physiques de production des poudres métalliques sont basés sur la désintégration d'un jet de métal liquide en utilisant un fluide atomiseur. La solidification rapide des gouttelettes liquides dans l'espace transforme le métal liquide à masse initiale continue en une masse de poudre à particules fines solides et discontinues. Cette façon de produire des poudres est appelée atomisation [5].

### II.2.1. L'atomisation par un fluide

L'atomisation est le procédé dans lequel le métal liquide est désintégré par l'impact de jets d'un fluide liquide ou gazeux sous haute pression. La pulvérisation par l'eau, qui refroidit et solidifie très vite la gouttelette de métal liquide, donne des particules de forme irrégulière. Elle est habituellement moins coûteuse que les autres techniques d'atomisation en raison du faible coût du fluide, la faible énergie utilisée pour la pressurisation par rapport aux gaz et la très forte productivité qui peut être obtenue (jusqu'à 30 tonnes/heure). Dans les procédés d'atomisation par gaz, le métal liquide est atomisé au moyen d'un gaz (air, azote, argon ou hélium) animé d'une grande vitesse. Les poudres obtenues sont en général parfaitement sphériques et lisses avec dans certains cas, la présence de "satellites" qui sont de petites particules liées à des particules plus grosses [6]. L'atomiseur avec ses principaux détails, est présenté dans la figure A.3ci-dessous

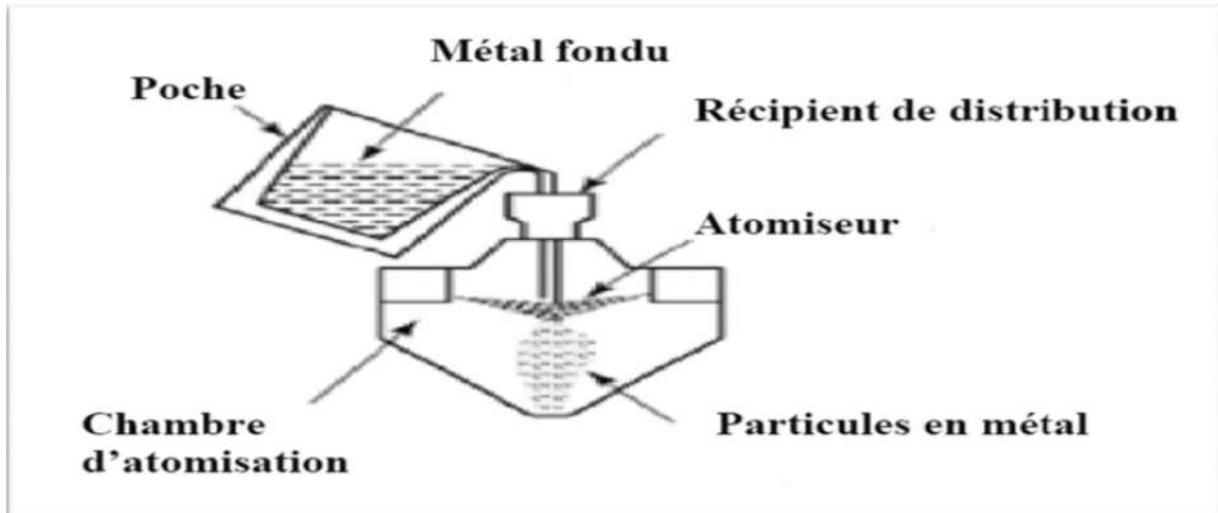


Figure A.3. Vue schématique d'un atomiseur [7].

### II.2.2. Procédé à électrode tournante

L'électrode tournante est un procédé de production des poudres métalliques qui consiste principalement, à faire tourner une barre cylindrique de nuance connue à une vitesse de l'ordre de 2000 tr/s, comme le montre la figure A.4 ci-dessous. La barre est chauffée par un arc électrique, plasma ou par bombardements électroniques. Le métal fondu est projeté en l'air sous forme de fines gouttelettes, par l'action des forces centrifuges. Des vitesses de refroidissement de l'ordre de  $10^3 \text{°C.s}^{-1}$  sont atteintes, lorsque les particules de poudre sont refroidies dans l'espace. Après solidification, les particules de poudre sont collectées au fond d'une chambre dont l'atmosphère est contrôlée. Les poudres produites ont une forme sphérique avec une surface lisse. Elles ne présentent aucun défaut de surface ni porosité [8].

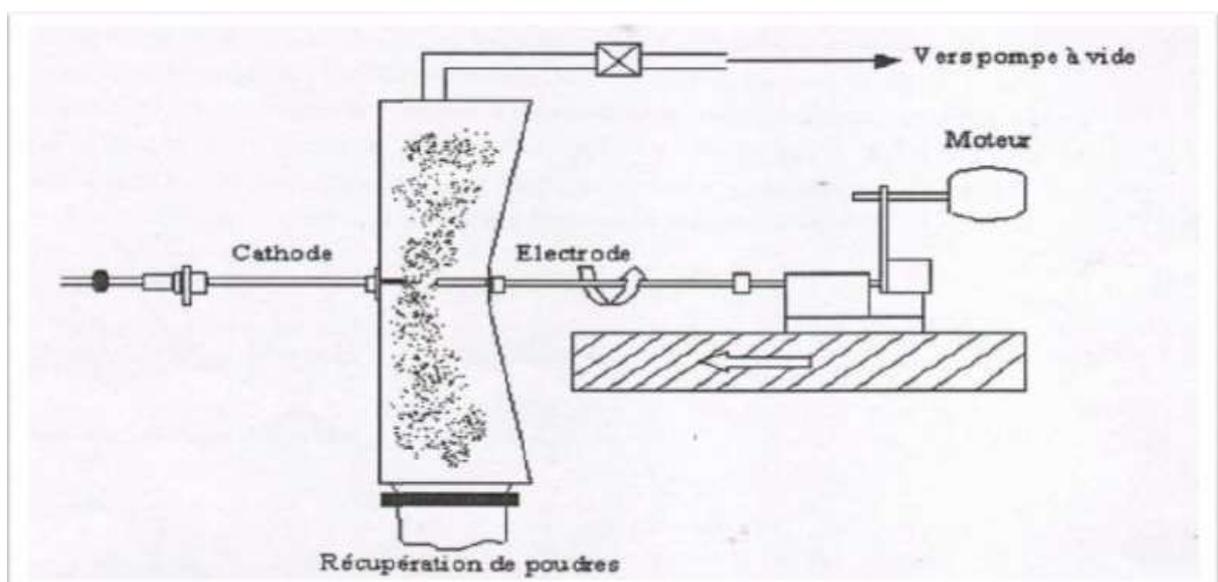


Figure A.4. Le procédé de l'électrode tournante [8].

### II.2.3. Procédé de l'hydrogène dissous

Ce procédé consiste à dissoudre une quantité d'hydrogène dans le métal liquide, puis verser ce métal liquide dans une chambre sous vide. Grâce au vide ambiant dans la chambre d'atomisation, le métal liquide explose par précipitation de l'hydrogène dissous. L'explosion du métal désintègre le métal liquide en fines gouttelettes, qui se solidifient rapidement dans l'atmosphère neutre de la chambre (figure A.5). La taille des particules ne peut être contrôlée par ce procédé. Par contre, la forme des particules est, soit sphérique ou sous forme de flocons [6].

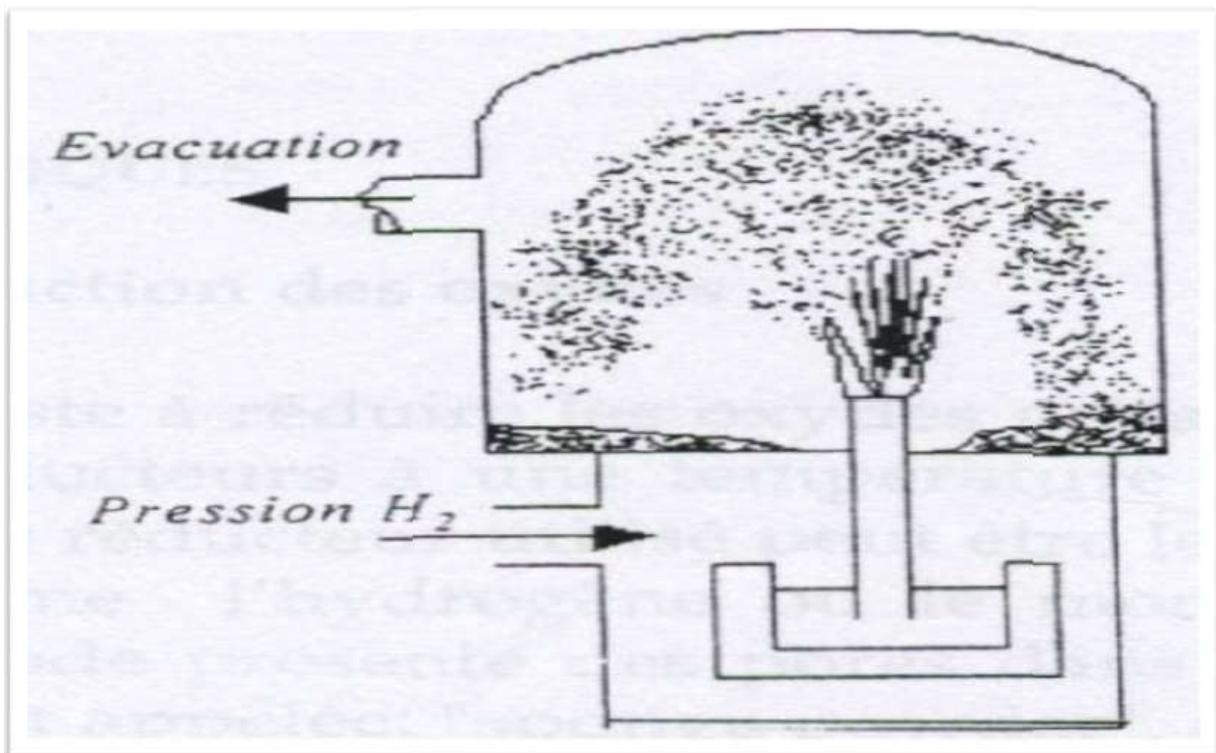


Figure A.5. Pulvérisateur sous vide [7].

### II.2.4. Atomisation par ultrasons

Le principe est qu'un jet métallique liquide vertical soumis à une vibration sonore suffisamment énergique forme des vagues de métal liquide à une fréquence de quelque KHz. Ses vagues se brisent ensuite en fines gouttelettes sous l'action de forces de cisaillement horizontales perpendiculaires au jet liquide. Cette technique est utilisée pour fabriquer des poudres pour pâtes de brasage en électronique. La productivité est faible (20-40Kg/h), mais les poudres produites ont une granulométrie très resserrée [1].

## II.3. Procédés chimiques

### II.3.1. Le procédé de réduction des oxydes

Le procédé consiste à réduire les oxydes métalliques (à l'état de minerais) en utilisant des agents réducteurs à une température inférieure à la température de fusion du métal. Citons quelques cas d'importances:

#### II.3.1.1 Le procédé suédois Höganäs

Ce procédé fournit la moitié de la poudre d'acier consommée dans le monde. Le minerai purifié (magnétite) est réduit vers 1200°C en présence de coke et de chaux. Le produit de réduction est sous forme de granules spongieux de fer qui, après broyages, et séparations magnétiques successives aboutit à une poudre de forme irrégulière de taille allant de 10 à 150µm. Cette poudre se caractérise par une grande porosité à cause de l'échappement des gaz (CO), et par une forme irrégulière des particules à cause de la déformation par broyage ce qui les rend très compressibles [9].

#### II.3.1.2. La réduction par l'hydrogène

La réduction des oxydes (MeO) par l'hydrogène est le procédé chimique le plus utilisé pour la production de poudres métalliques. La réaction chimique principale est de la forme:



Elle s'effectue à température inférieure au point de fusion du métal [2,5].

### II.3.2. Le Procédé d'hydrométallurgie

La production de la poudre de métal par le procédé d'hydrométallurgie est basée sur la filtration des minerais suivie par la précipitation du métal à partir de solution filtrée. On obtient des composés tels que les carbonates, les sulfates,...etc. La réduction de ces composés s'effectue selon l'une ou l'autre des procédures suivantes [7] :

- Par hydrogène selon la réaction suivante :  $\text{M}^{++} + \text{H}_2 \rightarrow \text{M} + 2\text{H}^+$
- Par une solution ammoniacale :  $\text{M}^{++} + 2\text{NH}_3 \rightarrow \text{M} + 2\text{NH}_3^+$

## II.4. Procédé électrolytique

L'électrolyse de solutions aqueuses des sels métalliques avec anode soluble ou non soluble est utilisée pour la production de plusieurs poudres métalliques de très haute pureté.

Telles que : Fe, Cu, Sn, Cr, Mn...etc.

Il existe deux méthodes pour l'électrodéposition.

## Etude bibliographique

---

- La déposition directe d'une poudre de faible adhérence donnant un dépôt spongieux qui est ensuite réduit en poudre fine par broyage mécanique suivi d'un criblage puis d'un recuit.
- La déposition du métal sous forme de couche dense, lisse et fragile qui est ensuite broyée en poudre fine. Les poudres de fer et de manganèse sont produites de cette façon. La qualité et la quantité du dépôt électrolytique obtenu dépendent des conditions d'électrolyse comme la composition chimique, la concentration de l'électrolyte, la température du bain, l'agitation de l'électrolyte et la densité du courant électrique appliquée. Des substances colloïdales qui servent de germes pour une précipitation plus rapide des cristallites, sont fréquemment ajoutées au bain liquide [4]. Les poudres électrolytiques se présentent souvent sous forme de grains à structure dendritique. Leur densité apparente est faible et leur coulabilité est médiocre. Elles s'agglomèrent facilement par imbrication de leurs rameaux dendritiques. Le plus souvent ces poudres sont broyées, recuites à moyennes températures puis tamisées pour donner la granulométrie désirée, et en même temps pour les rendre plus dense, plus plastique et par conséquent plus compressible si elles sont destinées pour le compactage [7].

### **III. Techniques de caractérisation des poudres métalliques**

La caractérisation des poudres est une opération qui consiste à déterminer toutes les caractéristiques apparentes et cachées d'une masse de poudre. Les principales caractéristiques à déterminer sont : la morphologie (taille et forme), la coulabilité, les densités apparente et tassée, la surface spécifique, la rugosité de surface, la distribution de tailles...etc. Ces caractéristiques sont souvent normalisées, et peuvent être utilisées pour classer les poudres selon leur utilisation dans l'industrie. Ainsi, d'autres propriétés comme la compressibilité, et la frittabilité sont toutes influencées par la forme et la taille des particules, ce qui nécessite une caractérisation profonde et détaillée de la poudre. Voici ci-dessous quelques méthodes de caractérisation de la taille.

#### **III.1. Techniques d'échantillonnage des poudres**

Pour faire une étude de caractérisation authentique, il faut d'abord s'assurer que l'échantillon prélevé est représentatif de la poudre à caractériser. Généralement l'échantillon est prélevé au hasard à travers la masse de poudre. Cela veut dire que de petits échantillons doivent être prélevés à des intervalles de temps réguliers si la poudre en question est collectée à travers une chute d'une machine de production, ou alors que ces échantillons doivent être prélevés à des distances et profondeurs régulières si la poudre est au repos. Les petits échantillons ainsi prélevés sont alors mélangés ensemble pour former l'échantillon représentatif de la population de poudre [10].

#### **III. 2. Caractérisation granulométrique**

La distribution granulométrique d'une poudre est d'une grande importance puisque l'essentiel des propriétés finales du produit fritté sont fonction de cette dernière. L'analyse

granulométrie consiste en la détermination de la distribution en tailles et l'estimation de la taille moyenne des particules de la poudre. Il existe une multitude de techniques permettant cette mesure ou chacune se distingue par le principe et le paramètre de mesure. Le paramètre de mesure peut être par exemple ; la surface projetée, le diamètre moyen, le volume, la longueur maximale,...etc. Parmi les techniques les plus utilisées on peut citer [11].

### a. La technique de tamisage

L'analyse par tamisage est l'une des plus anciennes méthodes d'analyse granulométrique la plus simple, la moins coûteuse et la plus utilisée pour la détermination rapide de la taille moyenne et la distribution de la taille des particules dans la masse d'une poudre [12]. L'analyse de la taille des particules à l'aide d'une série de tamis est rapide et simple à réaliser. La méthode est convenable surtout pour les particules supérieures à 20  $\mu\text{m}$  environ. Généralement la poudre est placée au-dessus d'une série de tamis dont la taille des ouvertures diminue de haut en bas. Une vibration mécanique ou sonore permet la séparation de la poudre en un certain nombre de fractions de taille (appelées refus) en une seule opération si les tamis sont placés verticalement les uns sur les autres. La durée de tamisage est choisie entre 10 à 15 minutes. Cette technique permet une mesure qualitative et une séparation en taille rudimentaire. Sa résolution et sa précision sont faibles. La taille des particules ainsi mesurée est définie comme étant celle de l'ouverture du tamis qui retient les particules en question si la différence entre deux ouvertures successives est petite. La figure A.6 ci-dessous montre le procédé.

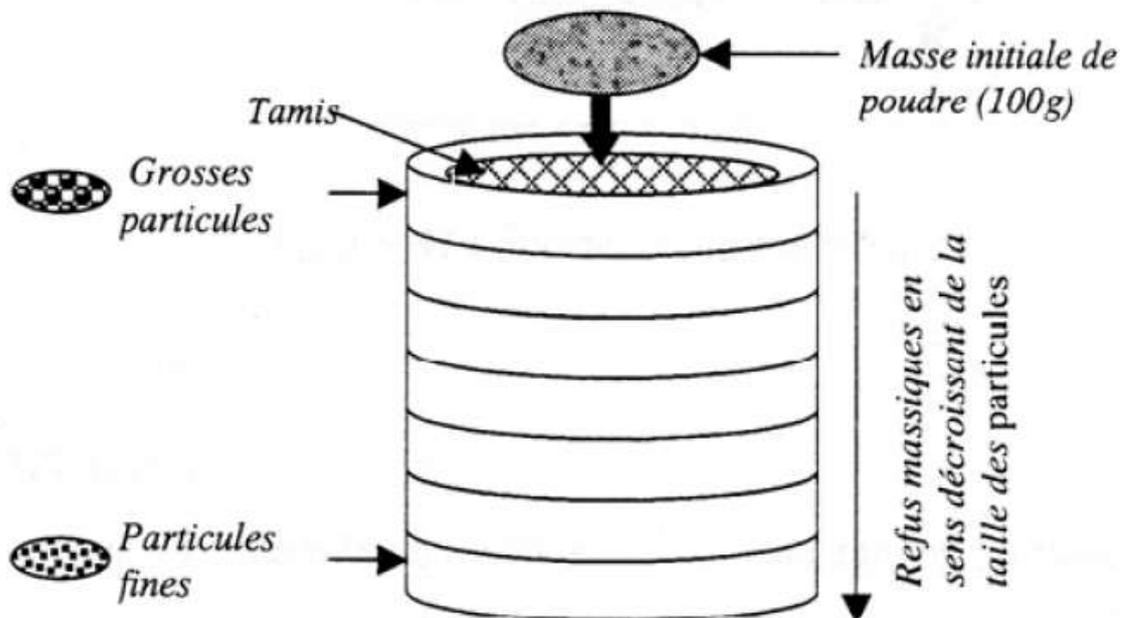


Figure A.6. Méthode de caractérisation par tamisage des poudres métallique [13].

## Etude bibliographique

---

En pesant les différents refus de masse ( $m_i$ ), et sachant la masse initiale ( $M$ ) de la poudre tamisée, on peut calculer le pourcentage relatif de chaque refus, ce qui permet d'en déduire la taille moyenne de la masse de poudre tamisée en utilisant la formule suivante :

$$\phi_{\text{moy}} = O_1 X_1 + \frac{O_1 + O_2}{2} X_2 + \frac{O_2 + O_3}{2} X_3 + \dots + \frac{O_n}{2} X_n$$

Où:

$\phi_{\text{moy}}$ : le diamètre moyen des particules de poudres

$O_1 ; O_2 ; \dots ; O_n$ : sont les ouvertures des tamis utilisés

$X_1 ; X_2 ; \dots ; X_n$ : sont les pourcentages relatifs des refus correspondants

$X_n$ : le pourcentage relatif de poudre retenue par l'assiette

Par ailleurs les pourcentages relatifs sont calculés par :  $X_i = m_i / M$

Ou' :

$m_i$ : la masse du refus de poudre retenue par chaque tamis

$M$ : la masse totale de la poudre tamisée [10].

### **b. Technique de microscopie/analyse d'image**

L'analyse microscopique consiste à faire déposer les particules de poudres sur une platine de verre. Une caméra de télévision balaie la surface recouverte de poudre. La photo est alors analysée afin de déterminer la distribution de taille et la taille moyenne des particules. Cette technique est appelée analyse d'image. L'image est générée par microscope optique. Dans le cas d'une poudre très fine on utilise la microscopie électronique. L'obtention d'un échantillon dispersé pour l'analyse est un problème majeur des techniques microscopiques. Souvent il y a agglomération des particules, ce qui rend difficile la distinction de la taille réelle de la particule ainsi que sa forme. La distinction entre les particules individuelles et agglomérées est un problème commun à toutes les méthodes d'analyse de la taille des particules [14].

### **c. Caractérisation par sédimentation**

Cette méthode permet de déterminer la taille des particules d'après leurs vitesses de précipitation au milieu d'un fluide. On pratique, la relation entre la taille et la vitesse de précipitation est une relation empirique. Les particules de poudre sont suspendues dans un fluide dont la densité est connue. Selon la loi de Stokes, la dynamique des fluides stipule qu'aux faibles vitesses, la force de frottement sur un corps sphérique se déplaçant à travers un fluide à vitesse constante, est proportionnelle aux produits de la vitesse, la viscosité du fluide et le rayon de la sphère. La sédimentation dans les liquides, permet de déterminer des tailles de particules allant jusqu'à 0.1  $\mu\text{m}$ . La loi de Stokes est également une fonction de la vitesse de l'accélération ainsi que de la densité du fluide et de sa viscosité. Le paramètre de mesure est le volume. La formule de Stokes qui permet de déduire la taille des particules, est donnée comme suit [10].

$$v = \frac{g(d - d_f)}{18.\mu} \cdot \chi^2$$

Où:

**V** : est la vitesse de précipitation (sédimentation) des particules dans les fluides ( $\text{ms}^{-1}$ ).

**d** et  $d_f$  : sont respectivement la densité des particules et celle du fluide utilisé ( $\text{gr.cm}^{-3}$ ).

**g**: est l'accélération de la pesanteur ( $\text{ms}^{-2}$ ).

**$\mu$**  : est la viscosité du fluide (poiseuille).

1 poiseuille =  $0,1 \text{ N m}^{-2}.\text{s}$

**$\chi$**  est le diamètre recherché de la particule (m).

### **d. La diffraction de la lumière laser**

Les particules circulant dans un fluide dispersant diffractent une lumière émanant d'un faisceau laser. L'intensité du signal diffracté est proportionnelle au diamètre de la particule, par contre, l'angle de diffraction est inversement proportionnel au diamètre. Le traitement du signal de diffraction par un ordinateur permet de remonter à la distribution granulométrique. Le paramètre de mesure est le volume [17].

### **e. La technique dite <<air classification>>**

Sous l'effet d'un jet d'air, la poudre heurte un disque tournant à une vitesse de 12 tours/min, ce qui permet la dispersion des particules de la poudre à des portées qui dépendent de leurs tailles. Les fractions de la poudre les plus fines sont récupérées près du disque, alors que les plus grosses sont récupérées plus loin. Le paramètre de mesure est le volume [17].

### **f. La technique de mesure par compteur Coulter**

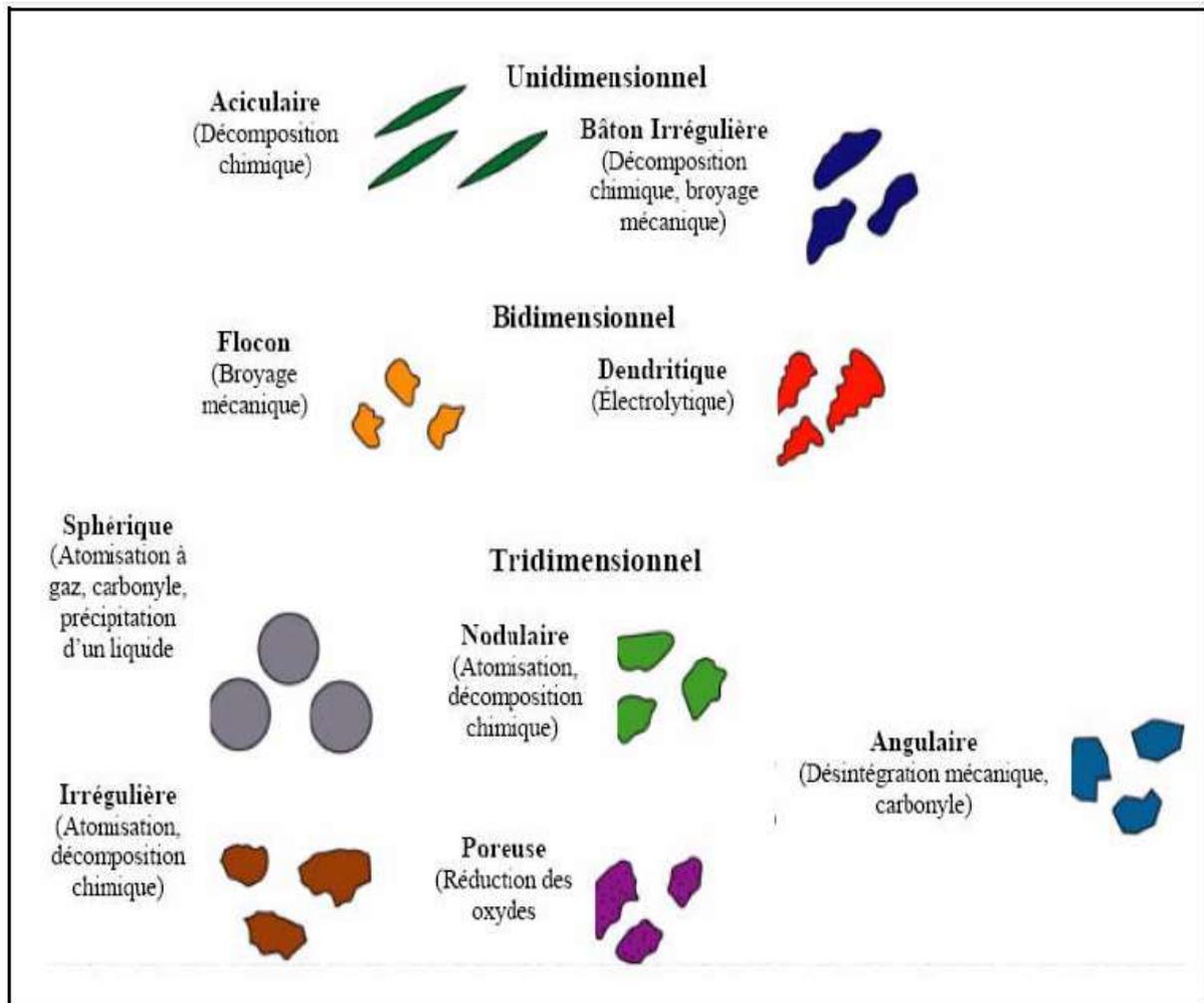
Elle est basée sur la mesure de la variation de la résistance électrique lorsque des particules, en suspension dans un électrolyte, passent une par une à travers une petite ouverture joignant les 2 électrodes. Au passage d'une particule à travers l'ouverture, la résistance augmente se traduisant par des pics de tension proportionnels au volume de la particule. La taille de particule est calculée comme la racine cubique du volume mesuré [15].

### **g. La technique d'atténuation optique**

Cette technique utilise l'intensité d'un faisceau de lumière envoyé à travers un nuage de poudre. La différence entre les intensités avant et après l'expérience est proportionnelle à la taille des particules [17].

## III.3. Caractérisation de la forme des particules

La forme des particules est une caractéristique importante dont il faut tenir compte pour une utilisation optimale des matériaux en poudre. Les comportements des poudres métalliques, tels que la compressibilité, la vitesse d'écoulement et la densité apparente sont tous influencés par la taille et la forme des particules. Cette dernière étant tributaire du procédé de fabrication. Un exemple de forme des particules les plus fréquentes en mdp est montré en figure A.7 [18].



**Figure A.7.** Les différentes variétés de forme des particules de poudre et leur méthode d'obtention [18].

## III. 4. Caractérisation de la composition chimique des poudres

Les tests chimiques ont pour objectif la caractérisation chimique de la poudre. Il s'agit de déterminer les teneurs en éléments chimiques, la teneur en oxygène et le taux des impuretés. La teneur en oxygène de la poudre est déterminée souvent par le test dit de pertes dans l'hydrogène. Ce test consiste à chauffer un échantillon de poudre dans un courant d'hydrogène pendant un temps et à une température donnée. On mesure alors la quantité d'eau formée par

la réaction de l'oxygène contenu dans la poudre et l'hydrogène ambiant. La perte de masse (de la poudre) qui résulte de cette réaction, donne une estimation de la teneur en oxygène dans la poudre.

Dans le cas de la présence de certains oxydes non réductibles dans les conditions opératoires, comme :  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  et  $\text{CaO}$ , la perte de masse serait inférieure à la valeur réelle. Des erreurs par excès peuvent en revanche, être commises dans le cas d'existence de composés volatils avec l'hydrogène tel que : le soufre, le carbone ou d'éléments métalliques volatils à la température de travail.

Pour la détermination des impuretés, on procède à la dissolution de la poudre dans l'acide. Pour l'acier on utilise l'acide chlorhydrique et pour le cuivre l'acide nitrique [16]. Les précipités insolubles constituant les impuretés sont recueillis, filtrés, séchés puis pesés. La pesée de ces précipités nous permet de déterminer leurs pourcentages dans le matériau en question. Les précipitations sont généralement des silicates, des alumines, des argiles et autres matériaux réfractaires qui ont pour effet d'accélérer l'usure des outils de compactage.

## IV. Le Matériau étudié

### IV.1. Introduction

Une énergie renouvelable est une source d'énergie qui n'est pas diminuée par son utilisation, et dont la ressource se renouvelle sans arrêt. Il n'y a donc pas de risque d'en manquer pour les générations futures. C'est aussi une énergie propre. Il existe plusieurs types d'énergies renouvelables. On trouve l'énergie éolienne (vent), hydraulique, biogaz (biomasse), marées (vagues), hydrogène (pile à combustible), géothermie (chaleur de la terre), et surtout l'énergie solaire. Le sable quartzique est le matériau de base utilisé dans la fabrication des équipements de captage du rayonnement solaire qui seront transformés en énergie électrique. Selon sa teneur en silice, le sable est utilisé dans d'autres domaines tels que la verrerie, la fonderie, etc..., qu'on appelle sable siliceux ou sable industriel [19].

#### ▪ C'est quoi le sable ?

Le terme sable est généralement utilisé pour désigner un mélange de grains meubles n'ayant aucune cohésion et dont la dimension des grains est généralement comprise entre 0,062 et 5 mm. Du point de vue géologique, le terme sable recouvre deux aspects : un aspect granulométrique (taille des grains) et un aspect minéralogique (nature minéralogique des grains). Une particule individuelle est appelée grain de sable.

Le sable peut avoir une origine naturelle ou artificielle ; d'origine naturelle, il provient de la désagrégation naturelle de roches au cours de leur processus d'érosion, artificiel, il est obtenu par broyage de roches massives après des opérations de concassage et de criblage, il est appelé aussi sable de carrière, il est caractérisé par des grains aux aspérités marquées.

La composition du sable varie d'un endroit à l'autre selon la nature des roches. Dans l'industrie du verre, de la fonderie et d'autres domaines, le sable recherché est celui qui a une

## Etude bibliographique

---

grande teneur en silice, un bon classement et des grains arrondis ou subarrondis. Ces sables sont appelés sables siliceux ou sables industriels [18].

- **Le sable siliceux**

L'industrie du verre et de la fonderie a besoin de gisements de sable qui possède une très haute teneur en silice dépassant 98 %, un bon classement, et des grains arrondis ou subarrondis. Ces sables peuvent être lavés, traités, tamisés et purifiés pour répondre aux exigences des consommateurs.

La silice ou oxyde de silicium, de formule  $\text{SiO}_2$  est composée de deux éléments : le silicium (Si) et l'oxygène (O). C'est le minéral le plus abondant de l'écorce terrestre, elle constitue 12% (en masse) de la lithosphère. La silice est le composant majeur des roches cristallines, et le constituant essentiel des roches détritiques. Le minéral à base de silice le plus connu est le quartz.

Combinée avec d'autres éléments tels que l'aluminium, le magnésium, le fer, le calcium, le sodium, le potassium, la silice forme un groupe de minéraux appelés silicates, qui constituent la majeure partie de la croûte terrestre.

Selon les conditions de sa formation (pression et température), la silice se présente sous diverses variétés polymorphes quartz, calcédoine, opale, tridymite, cristobalite, coésite, stishovite [18]. La figure A.8 ci-dessous montre les différents constituants d'un sable quartzéux.



**Figure A.8.** Le sable quartzéux [18].

### IV.2. Le sable siliceux en Algérie

On trouve en Algérie des gisements importants de matériaux siliceux, notamment dans l'est du pays, où ils sont liés aux dépôts de sables éoliens. Ce sont surtout ces gisements qui sont exploités pour la production du verre. Les gisements algériens de silices sont surtout représentés par les dépôts de sables quaternaires, mais aussi par des matériaux variés : grès quartzeux, quartzites, quartz filoniens, etc. Dans la partie nord du pays, les réserves géologiques connues sont de plus de 150 Mt de roches siliceuses pures à teneur en silice élevée ( $> 97\% \text{ SiO}_2$ ) et plus de 100 Mt de roches siliceuses industrielles à plus de 90 % de  $\text{SiO}_2$ . Les ressources potentielles en matériaux siliceux sont très importantes grâce à leurs répartitions, leurs extensions et à la diversité des gisements de roches siliceuses sous forme de sable, grès quartziques, quartzites, filons de quartz et en bassins sédimentaires [19]. La figure A.9 ci-dessous montre les principaux gisements du sable quartzeux en Algérie.

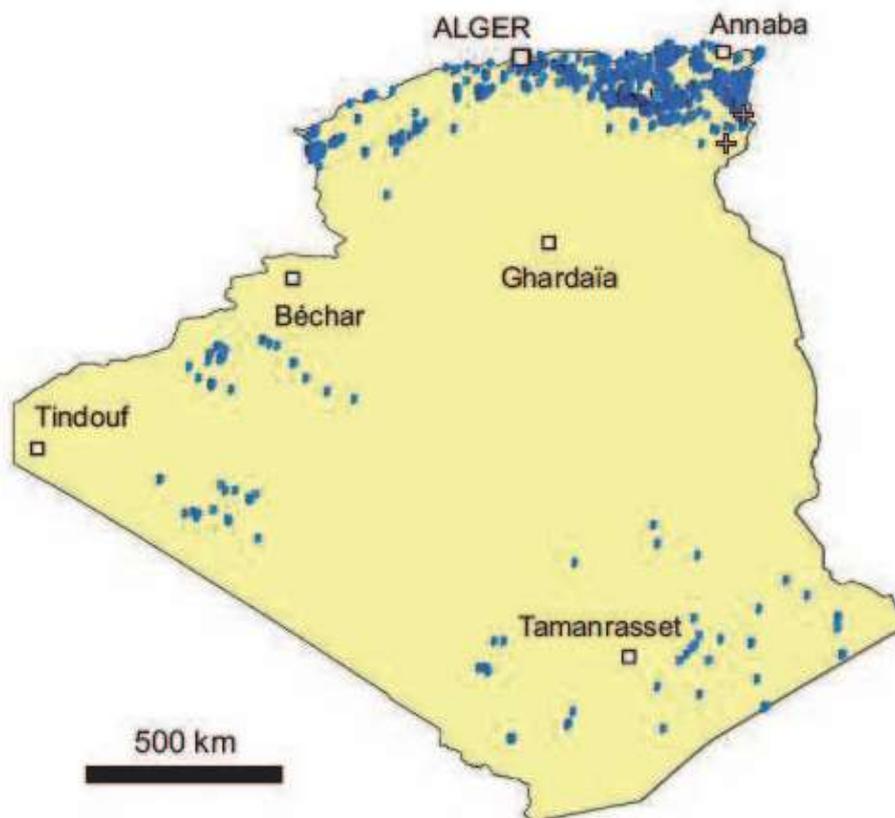


Figure A.9. Les gisements de silices en Algérie [18].

### IV.3. Exploitation, traitement et valorisation des sables siliceux

Le sable siliceux est exploité dans des carrières à ciel ouvert ou dans des sablières. Le produit extrait doit subir, avant sa commercialisation et son utilisation finale, un important traitement dont l'objectif est d'augmenter sa teneur en silice, de réduire toutes les impuretés et d'obtenir

## Etude bibliographique

---

une granulométrie optimale requise pour une utilisation finale. A la fin du traitement, le sable peut être commercialisé à l'état humide ou séché.

Suivant les applications et les exigences des utilisateurs, il est fait appel à différents moyens de traitement. Ces traitements dépendent de la nature des produits bruts et de la qualité du produit recherché. Pour sa valorisation, le sable siliceux extrait de la carrière ; après l'homogénéisation, subira un important traitement qui comprendra l'un ou plusieurs des procédés suivants :

- ▶ 1 Prétraitement : Débourage et lavage primaire pour l'élimination de la fraction argileuse.
- ▶ 2 Criblage : Triage mécanique du sable par grosseur des grains.
- ▶ 3 Attrition : (attrition= action de deux corps durs qui s'usent par frottement). Elle se fait par voie humide ou sèche et permet de séparer toutes les incrustations ferreuses ou argileuses des grains de quartz.
- ▶ 4 Lavage secondaire suivi de classification granulométrique : Cette phase permet d'éliminer toutes les impuretés restantes de la phase précédente.
- ▶ 5. Flottation : Elle se fait par voie humide dans des cellules de flottation, et permet de séparer et d'éliminer tous les oxydes de fer libérés restants.
- ▶ 6. Essorage et séchage : Se fait par voie thermique et permet d'éliminer toute l'eau [18].

### IV.4. Elaboration du silicium pur

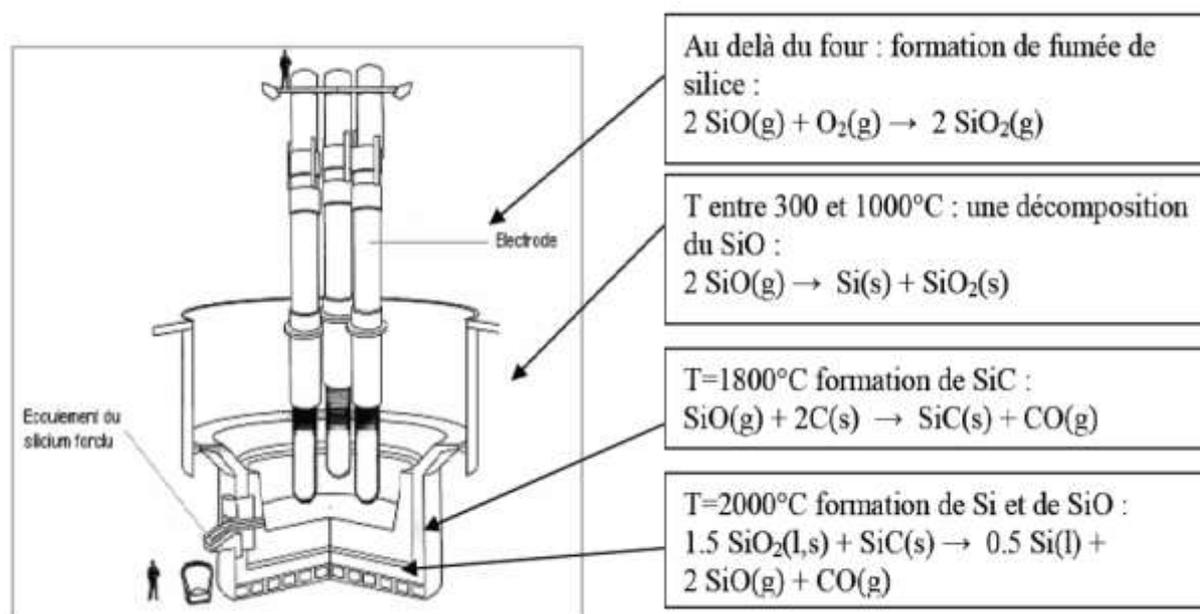
#### IV.4.1. Elaboration du silicium métallurgique

La réduction de la silice par le carbone est un procédé mis en œuvre dans les fours électriques depuis le début du 20<sup>ième</sup> siècle. La température requise pour la réduction de l'oxyde de silicium nécessite un apport de chaleur réalisé par un arc électrique à l'extrémité d'électrodes en graphite.

La production d'une tonne de silicium métallurgique consomme:

- 2500 kg de quartz
- 800 kg de charbon de bois
- 200 kg de coke de pétrole
- 1200 kg de bois
- 90 kg d'électrodes en graphite
- 11 000 kWh

Les réactions chimiques mises en jeu dans un four à arc sont multiples et complexes. On distingue différentes zones de températures dans le four à arc. Dans chacune de ces zones se produit une réaction chimique différente comme le montre la figure A.10 ci-dessous [20].



**Figure A.10.** Four de production du silicium métallurgique et réactions chimiques [21].

La formation de silicium passe par la formation d'un composé intermédiaire gazeux SiO. Il est donc nécessaire d'avoir une charge poreuse pour que les gaz puissent circuler et réagir. Après avoir coulé le silicium dans une poche, un affinage à l'air est réalisé pour éliminer des impuretés courantes telles que l'aluminium et le calcium. Ces impuretés forment un laitier contenant de l'alumine, de la chaux et de la silice. Ce laitier surnage et est donc facile à éliminer.

#### IV.4.2. Facteurs d'influence sur la pureté du silicium métallurgique

Les impuretés contenues dans le silicium métallurgique proviennent essentiellement des matières premières et des électrodes en graphite. L'atmosphère de l'usine peut éventuellement contaminer le silicium [22]. Le choix des matières premières a une grande importance car il peut permettre de diminuer d'un facteur de 5 les quantités de bore et de phosphore dans le silicium métallurgique. Une étude menée par des géochimistes montre qu'il est possible de trouver des matières premières très pauvres en bore [23]. Le tableau A.1 ci-dessous montre les teneurs en impuretés les plus fréquentes dans les sables siliceux.

**Tableau A.1 :** Teneur en impuretés des matières premières [23].

	B en µg/g	P en µg/g
Quartz (Bural-Sardag)	1	2
Charbon de bois	1.3	67
Bois	0.4	30

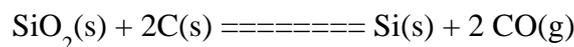
## Etude bibliographique

---

L'utilisation du noir de carbone avec un liant saccharose permet aussi d'obtenir des teneurs très faibles en bore et phosphore, mais ce réducteur à un coût très élevé. En faisant une bonne sélection des matières premières au départ, du silicium métallurgique à 7 µg/g de bore et 10 µg/g en phosphore peut être produit. Mais l'approvisionnement de ces matières premières présente de nombreuses difficultés techniques (disponibilité, exploitation, volumes, coûts de transport...) [23].

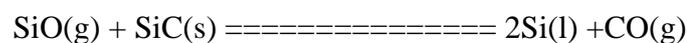
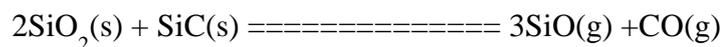
### IV.4.3. Réduction carbo-thermique de la silice

Le silicium métallurgique avec une pureté en Si de 98,5% est produit dans des fours à arc électrique. Le four est composé d'un creuset rempli de quartz et de carbone. Le silicium est obtenu par réduction carbo-thermique de la silice suivant la réaction :

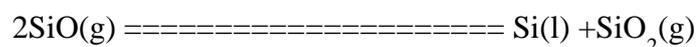
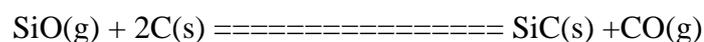


Des morceaux de quartz de 10 à 100mm avec une pureté et une résistance thermique appropriées sont utilisés. Le carbone provient généralement de copeaux de charbon ou bien de coke. Les matières premières, que ce soit le quartz ou le carbone sont sélectionnés de façon à obtenir la meilleure qualité de silicium de façon à optimiser les performances du four et minimiser les impacts environnementaux.

Les minerais sont chauffés par l'intermédiaire d'un intense arc électrique entre les pointes des électrodes en carbone et la masse du four. Le silicium liquide est évacué par la partie inférieure du four et le chargement de la matière première s'effectue en continu par la partie supérieure. Les coproduits de réaction sont le CO(g) qui est par la suite oxydé en dioxyde de carbone CO<sub>2</sub>(g) dans des fours ouverts et relâché ensuite dans l'atmosphère. Le rendement de ce procédé de carbo-réduction est de 80 à 90% et plusieurs composés intermédiaires apparaissent tel que le monoxyde de silicium gazeux SiO(g) et le carbure de silicium solide SiC(s). Dans la partie basse du four ont lieu les réactions suivantes :



Ces réactions ont lieu aux alentours de 1900 à 2000°C entraînant la formation d'une grande proportion de SiO(g) dans cette zone, ce qui est absolument indispensable pour la réaction de réduction. Dans la partie supérieure du four, où la température est inférieure à 1900°C, SiO(g) et CO(g) se rencontrent et réagissent avec le carbone libre. Par conséquent il y a formation de carbure de silicium SiC(s) et condensation de Si(l) dans une matrice de SiO<sub>2(s,l)</sub> avec une diminution de la pression partielle de SiO(g) :



## Etude bibliographique

---

En fin du procédé, le silicium contient de 1 à 3% d'impuretés. Ceci dépendant de la qualité des matières premières utilisées. Les impuretés principales sont toutefois : Fe, Al, Ca, Ti et C [24].

### IV.4.4. Purification par laitier

Le silicium obtenu par le procédé décrit précédemment doit subir un traitement d'affinage. Le silicium brut est traité à l'état liquide par des gaz oxydants et l'ajout d'additif permettant de former un laitier, principalement du sable de silice ( $\text{SiO}_2$ ) et de l'oxyde ou du carbonate de calcium ( $\text{CaO}/\text{CaCO}_3$ ). D'autres composés chimiques tels que la dolomie ( $\text{CaO-MgO}$ ), le fluorure de calcium ( $\text{CaF}_2$ ) et d'autres peuvent aussi être utilisés. Les éléments moins nobles tels que l'Al, Ca et Mg sont oxydés sous forme d' $\text{Al}_2\text{O}_3$ , CaO et MgO. En théorie, il est possible d'enlever l'Al et le Ca à des niveaux de concentration bas mais en pratique, les pertes thermiques limitent le procédé. Après oxydation, le laitier qui contient les impuretés est enlevé mécaniquement ou par gravité.

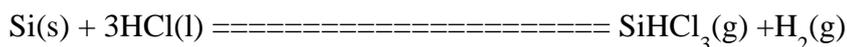
Le carbone (C) est présent dans le silicium liquide principalement sous forme dissoute et d'une suspension de SiC. La fraction de SiC augmente lorsque la température diminue. Les particules peuvent alors être enlevées efficacement par le laitier ou par séparation mécanique et ainsi purifier le silicium liquide. La concentration en carbone dissous se situe entre 80 et 100 ppm dans le meilleur des cas [24].

### IV.4.5. Purification par voie gazeuse

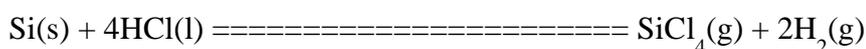
Afin d'obtenir du silicium de qualité suffisante pour concevoir des cellules photovoltaïques, il est nécessaire d'atteindre une concentration en impureté de l'ordre de la ppm (partie par milliard) à la ppt (partie par trillion). Pour cela, il existe de nombreuses techniques de purification mais seulement quelques unes sont opérationnelles depuis de nombreuses années. Les procédés de purification par voie gazeuse sont des procédés à risque et font partie des sites classés dangereux [24].

### IV.4.6. Procédé SIEMENS

Le procédé SIEMENS est basé sur la décomposition du trichlorosilane à  $1100^\circ\text{C}$  sur un barreau de silicium placé à l'intérieur d'une chambre de dépôt. Une représentation schématique du réacteur est donnée en figure A.11. Le trichlorosilane  $\text{SiHCl}_3$  est obtenu par hydro-chlorination du silicium métallurgique dans un réacteur à lit fluidisé :



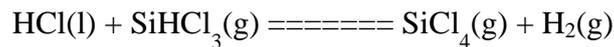
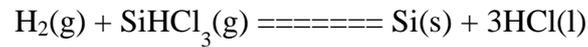
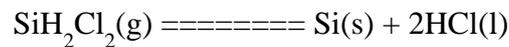
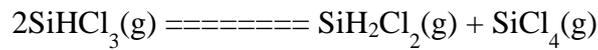
Cette réaction a lieu à  $350^\circ\text{C}$  normalement sans catalyseur. Une réaction secondaire a lieu en parallèle :



## Etude bibliographique

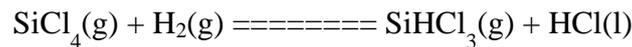
---

Après une phase de distillation, le  $\text{SiHCl}_3$  très pur est introduit dans le réacteur de dépôt. Il se décompose à la surface des barreaux de silicium, chauffés électriquement à  $1100^\circ\text{C}$  qui font office de germe suivant les réactions :

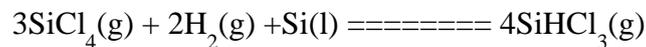


Suite aux réactions et équilibres, le procédé de dépôt génère des produits intermédiaires. Il existe deux procédés chimiques de base qui permettent de convertir  $\text{SiCl}_4(\text{g})$  en  $\text{SiHCl}_3(\text{g})$  :

- Réduction à haute température du tétrachlorure de silicium avec l'hydrogène



- Hydrogénation du tétrachlorure de silicium dans un lit de silicium métallurgique



Cette technique présente malheureusement quelques inconvénients comme une consommation en énergie élevée (90 % de l'énergie est évacuée dans les parois du réacteur).

Les contacts électriques avec les germes sont en graphite qui est une source de contamination, de nombreux produits dérivés qui ont besoin d'être récupérés ou recyclés [23].

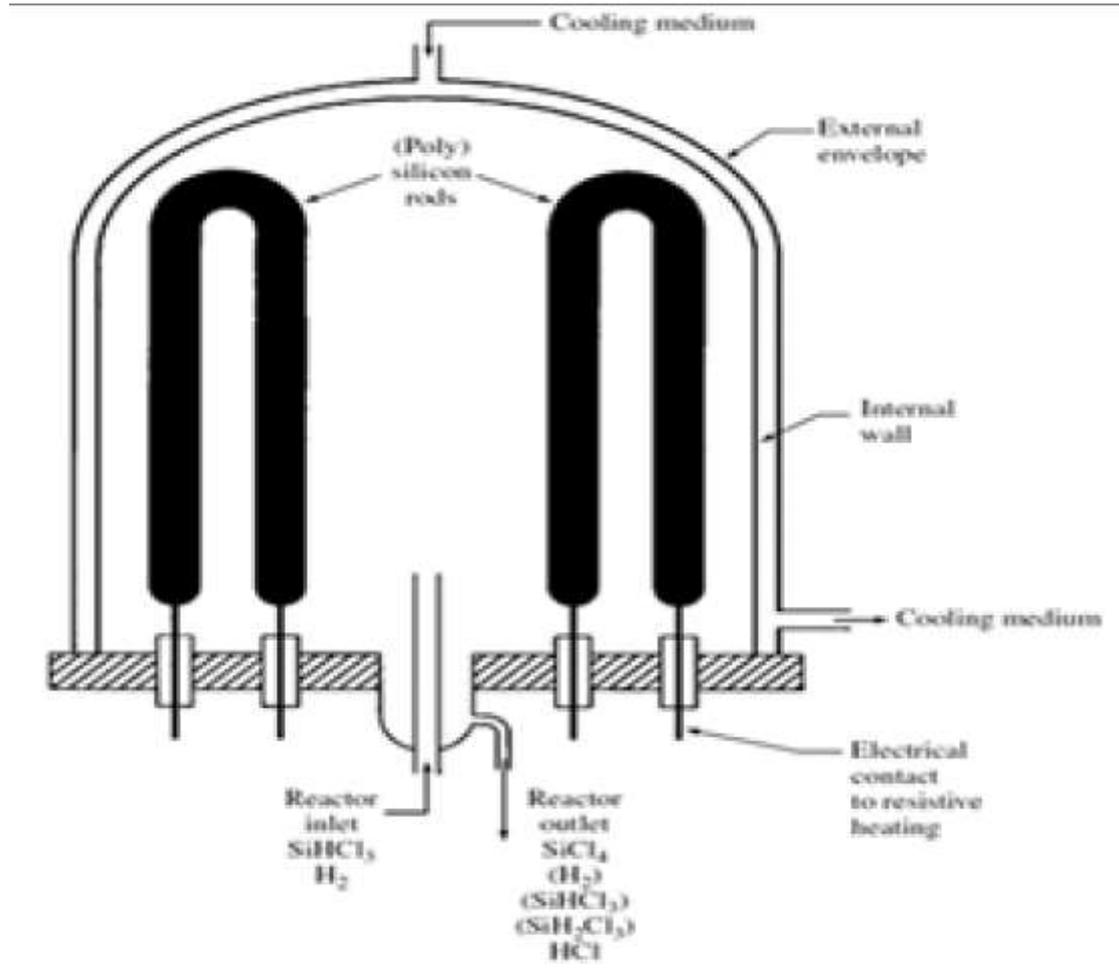
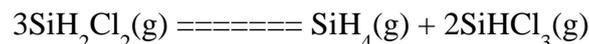
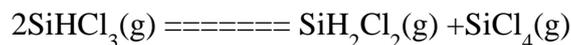


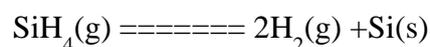
Figure A.11. Représentation schématique d'un réacteur Siemens [24].

#### IV.4.7. Le procédé Union Carbide

La recherche sur ce procédé a commencé en 1976 juste après le choc pétrolier. Les étapes de ce procédé sont les suivantes : On effectue tout d'abord une hydrogénation du tétrachlorosilane comme définie précédemment. Le trichlorosilane est ensuite séparé par distillation alors que le tétrachlorosilane est recyclé dans le réacteur d'hydrogénation. Le trichlorosilane purifié est alors redistribué à travers des colonnes à lit fixe remplies de résine échangeuse d'ions quaternaires qui agissent comme catalyseur suivant les réactions :



Le produit est séparé par distillation. Tétrachlorosilane et trichlorosilane sont recyclés par hydrogénation. Le silane est ensuite purifié par distillation et pyrolysé afin de produire du silicium polycristallin sur des barreaux de silicium chauffé :

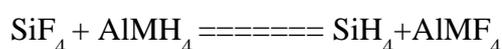


## Etude bibliographique

Ce procédé permet d'obtenir du silane très pur et par conséquent du silicium polycristallins de très haute pureté. Les autres avantages de ce procédé sont : travailler à basse température, la décomposition est complète, le rendement de conversion est important et pas de composé corrosif formé. Cependant, ce procédé reste onéreux étant donné le nombre d'étapes nécessaires à l'obtention du monosilane [24].

### IV.4.8. Le procédé Ethyl Corporation

Ce procédé qui a été développé dans le même contexte économique que ceux décrits précédemment a pour principale originalité, l'utilisation du fluorure de silicium issu des déchets de l'industrie des engrais. Le fluorure de silicium est hydrogéné en mono silane par l'intermédiaire d'hydride aluminium lithium ou d'hydride aluminium sodium suivant la réaction chimique suivante.



Le sous-produit  $\text{AlMF}_4$  est un sous-produit pouvant être utilisé dans l'industrie de l'aluminium. Après distillation,  $\text{SiH}_4$  est décomposé thermiquement en silicium polycristallin. La différence avec le procédé précédent est l'utilisation de sphère de silicium dans un lit fluidisé plutôt que des barreaux de silicium permettant de travailler à plus basse température. Le coût du procédé est ainsi diminué et la capacité de production peut être augmentée en utilisant plusieurs réacteurs en parallèle. L'inconvénient réside en l'obtention de poudre à cause de la décomposition non homogène de  $\text{SiH}_4$ .

### IV.4.9. Purification par plasma - Procédé PHOTOSIL

Un autre procédé d'élaboration du silicium est le procédé dit Photosil dont les différentes étapes sont montrées dans le schéma de la figure A.12 ci-dessous.

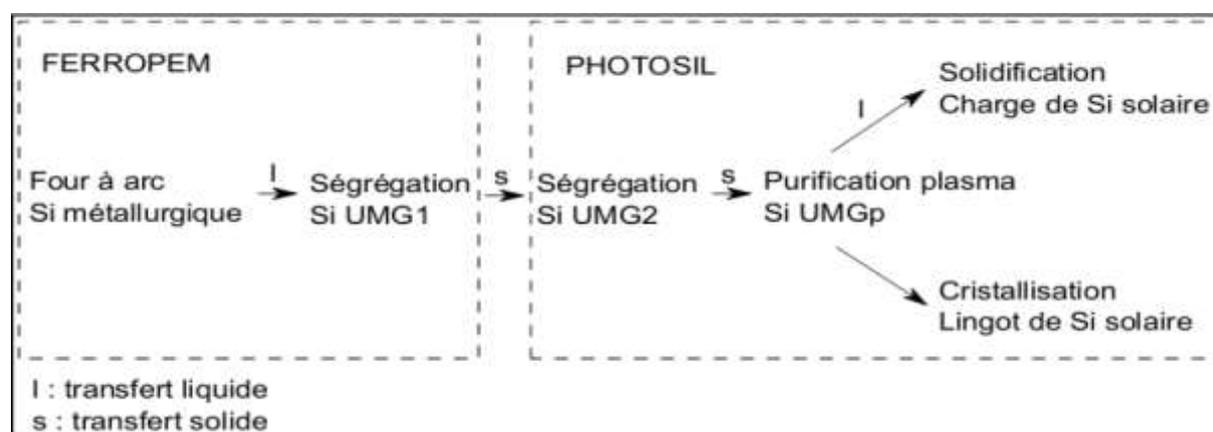


Figure A.12. Les différentes étapes du procédé PHOTOSIL [24].

## Etude bibliographique

---

Le procédé FERROPEM est utilisé en amont du procédé PHOTOSIL. Il utilise comme matériau de base le silicium de qualité métallurgique MG (Metallurgical Grade). Ce silicium UMG (Upgraded Metallurgical Grade) est fondu et solidifié dans un creuset en graphite. Lors de la première étape de solidification, le rejet de soluté au niveau de l'interface solide-liquide permet d'obtenir un silicium purifié de qualité métallurgique. Les concentrations typiques après ségrégation sont données dans le tableau A.2.

**Tableau A.2 :** Concentrations en impuretés dans un lingot de qualité UMG1 selon le procédé Ferropem.

Impuretés	Al	B	Ca	Cr	Fe	P	Ti	V
UMG1 (ppm)	140	8	100	4	400	17	20	5

Dans le cadre du procédé PHOTOSIL le silicium est purifié par l'intermédiaire d'une torche plasma. La surface d'un bain de silicium fondu est mise en contact avec une torche plasma contenant des espèces réactives telles que l'O<sub>2</sub> et l'H<sub>2</sub>. Celles-ci sont excitées par le plasma et réagissent avec les impuretés présentes dans le silicium en créant des espèces volatiles. Le bain de silicium est brassé électromagnétiquement ce qui permet de régénérer les espèces à la surface du bain. Ce traitement est efficace sur des éléments comme le bore, le carbone, l'aluminium, le calcium...

Lorsque la purification est effectuée, il existe deux voies possibles de solidification, soit la solidification est dirigée et contrôlée soit elle est effectuée dans une lingotière pour servir par la suite de charge [23].

### IV.5. Généralités sur le dioxyde de silicium

La silice ou oxyde de silicium, de formule chimique SiO<sub>2</sub> est composée de deux éléments : le silicium (Si) et l'oxygène (O). C'est le minéral le plus abondant de l'écorce terrestre, elle constitue 12% (en masse) de la lithosphère. La silice est le composant majeur des roches cristallines, et le constituant essentiel des roches détritiques. Le minéral à base de silice le plus connu est le quartz. Combinée avec d'autres éléments tels que l'aluminium, le magnésium, le fer, le calcium, le sodium, le potassium, la silice forme un groupe de minéraux appelés silicates, qui constituent la majeure partie de la croûte terrestre. Selon les conditions de sa formation (pression et température), la silice se présente sous diverses variétés polymorphes comme le quartz, la calcédoine, l'opale, la tridymite, la cristobalite, la coésite et la stishovite.

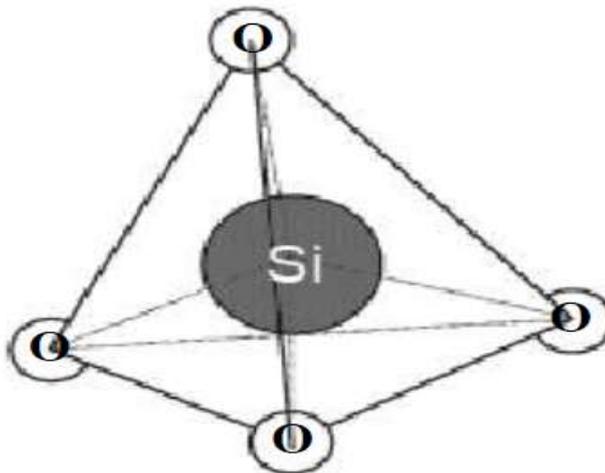
## IV.5.1. Caractéristiques de la silice

Les principales caractéristiques de la silice sont les suivantes:

- ▶ Formule chimique:  $\text{SiO}_2$
- ▶ Réfractérité (résistance pyroscopique) :
  - Température de fusion:  $1650^\circ\text{C}$ ,
  - Température d'ébullition:  $2230^\circ\text{C}$ .
    - ▶ Densité :  $2,65 \text{ g.cm}^{-3}$
    - ▶ Dureté : 7 (sur échelle de Mohs).
    - ▶ Coefficient de dilatation thermique très faible
    - ▶ pH : neutre.
    - ▶ Inertie chimique vis-à-vis de la plupart des acides.
    - ▶ pouvoir isolant élevé [19].

## IV.5.2. Structure du $\text{SiO}_2$

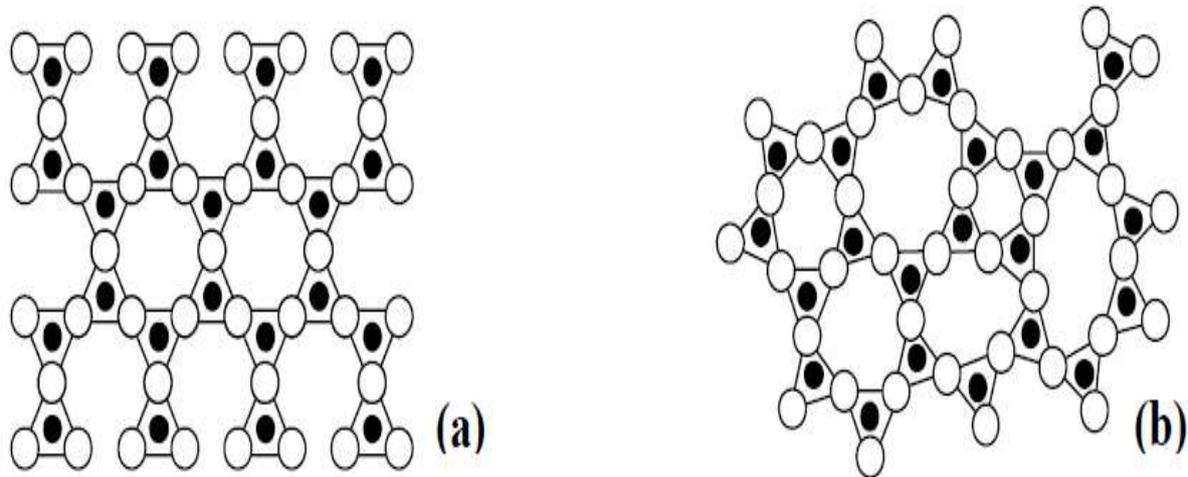
La silice peut se trouver sous trois formes allotropiques de même composition chimique, mais avec des arrangements atomiques différents. La forme cristalline (ordre cristallographique à longue distance), La forme vitreuse (ordre à courte distance) et la forme amorphe (absence d'ordre). La structure obtenue par oxydation thermique est la silice vitreuse. Elle est amorphe dans le cas d'un mauvais contrôle de la croissance de l'oxyde. L'unité structurale de base de la silice est un atome de silicium entouré de quatre atomes d'oxygène constituant les sommets d'un tétraèdre [26] comme le montre la figure A.13 ci-dessous.



**Figure A.13.** Motif de base de la silice [26].

La silice est constituée d'un arrangement de tétraèdres  $\text{SiO}_4$  reliés entre eux par l'intermédiaire des sommets oxygènes. Ces tétraèdres sont caractérisés par la distance atomique Si-O (de 1,6 à 1,63 Å), et par la valeur de l'angle  $\Theta$  entre les liaisons O-Si-O. L'angle  $\Theta$  varie de  $110^\circ$  à  $180^\circ$ , avec une valeur moyenne de  $144^\circ$  pour la silice amorphe [27].

La figure A.14 ci-dessous montre une représentation schématique des arrangements atomiques pour la silice cristalline et amorphe.



**Figure A.14.** Représentation plane du réseau de la silice (a) cristalline et (b) amorphe [27].

## IV.6. Propriétés du dioxyde de silicium

### IV.6.1 propriétés électriques

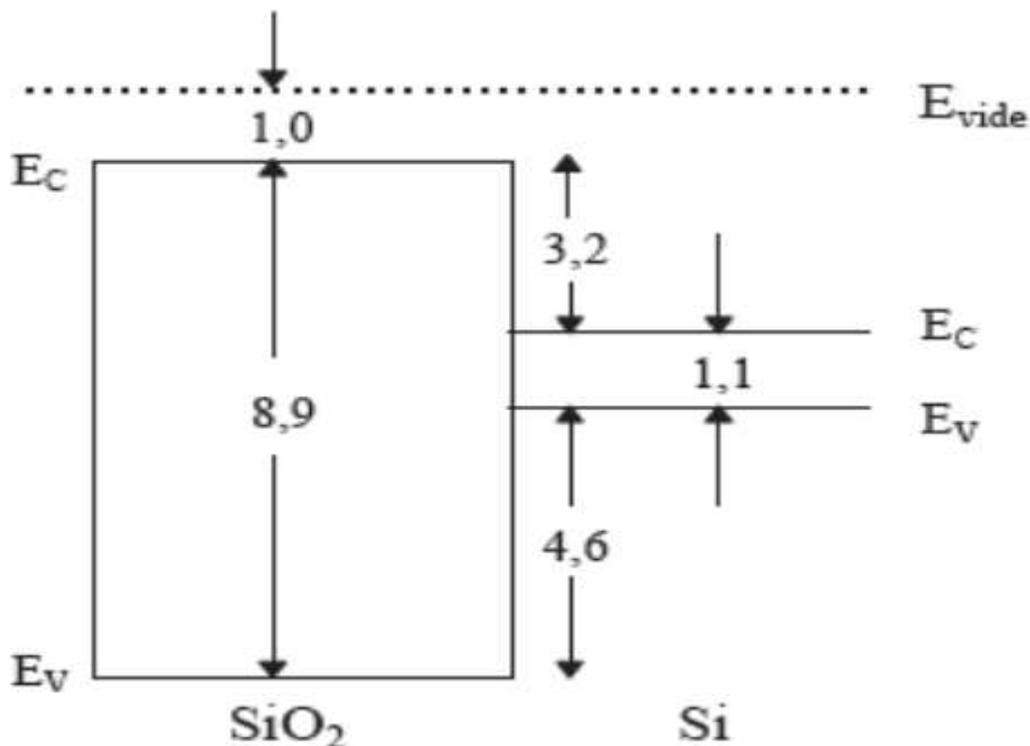
La résistivité du quartz a été étudiée par Wenden H.E. L'auteur montre que le quartz comme beaucoup d'autres diélectriques ne répond pas rigoureusement à la loi d'Ohm ( $U=RI$ ). La résistivité apparente varie avec l'intensité du champ électrique appliqué. La résistivité varie également avec la durée du passage du courant et avec la température. Elle augmente avec l'augmentation de la durée de passage du courant et diminue avec l'augmentation de la température. L'auteur s'est également penché sur le lien entre résistivité et orientation cristallographique. Les différents auteurs affirment souvent que la résistivité équatoriale du quartz est des milliers de fois plus petite que la résistivité axiale (suivant l'axe C). Cependant, cette affirmation est vraie uniquement pour des résistivités axiales mesurées un court instant après l'application du courant. Il s'agit en fait plus de la mesure de la mobilité des impuretés ioniques que de la mesure de la résistivité du quartz. Les faits semblent indiquer que lorsque la mesure est appliquée suffisamment longtemps après l'application du courant, la résistivité axiale augmente avec le même ordre de grandeur que la résistivité équatoriale. L'étude montre que la différence entre les deux résistivités est faible au même titre que les autres propriétés vectorielles du quartz. L'étude de la résistivité de plusieurs sections de quartz suivant différents angles par rapport à C a montré une relation systématique entre orientation et résistivité [28].

Dans le même ordre d'idée, Verhoogen J. a étudié la diffusion ionique et la conductivité électrique dans le quartz. Il a trouvé que la conductivité électrique suivant C à  $500^{\circ}\text{C}$  varie entre  $5.10^{-10}$  et  $5.10^{-9}$   $\text{ohm.cm}^{-1}$ . Il rappelle, d'après les travaux de Rochow, que la conductivité équatoriale est essentiellement électronique, alors que la conductivité axiale est

ionique. Il indique également que la conductivité diminue avec le temps lorsqu'un courant est appliqué suivant C [29].

### IV.6.1.1. Diagramme de bandes

Un diagramme de bandes représente les états d'énergies permis des électrons. La théorie des bandes repose sur celle des orbitales atomiques. Le premier diagramme de bandes du système Si-SiO<sub>2</sub> a été obtenu par Williams à partir de mesures de photo-émission [30]. Ce diagramme est représenté dans la figure A.15 ci-dessous :



**Figure A.15.** Diagramme de bandes du système Si-SiO<sub>2</sub> [30].

A partir de ce diagramme on constate que la largeur de la bande interdite de l'oxyde est relativement importante (environ 8,8 eV contre 5,1 eV pour le nitrure de silicium Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, par exemple), ce qui est à l'origine du caractère isolant du SiO<sub>2</sub>. Les valeurs des hauteurs de barrière vues par les porteurs sont élevées : 3,2 eV pour les électrons et 4,6 eV pour les trous. L'oxyde est donc assez bien protégé contre les injections de porteurs, en particulier de celle des trous. C'est ce que confirment les expériences de séparation de porteurs dans le SiO<sub>2</sub> [31].

### IV.6.1.2. Les propriétés piézo-électriques

Sous contrainte, certains cristaux, les espèces non Centro symétriques, excepté celles appartenant au groupe de symétrie ponctuelle 432, sont le siège d'un moment électrique dont l'intensité est proportionnelle à la contrainte appliquée : c'est l'effet piézo-électrique direct. Si un champ électrique est appliqué sur ces mêmes cristaux, il apparaît alors une déformation

## Etude bibliographique

directement proportionnelle au champ appliqué : c'est l'effet piézo-électrique inverse. Le quartz est l'un des minéraux piézo-électriques les plus intéressants. La principale raison réside dans le fait que le rapport Q, correspondant à l'énergie emmagasinée sur l'énergie dissipée, est de loin le plus élevé des matériaux piézo-électriques. Cela en fait un matériau de choix pour une utilisation comme résonateur. Bien que ces matériaux soient très largement exploités, il reste encore à définir une explication physique de ce mécanisme. Le travail de Guillot a montré que l'effet d'un champ électrique peut être interprété par une déformation et une réorientation des tétraèdres SiO<sub>4</sub>. Cette conclusion provient de l'observation de la faible modification des distances Si-O et de la modification significative des angles O-Si-O.

La piézo-électricité n'est pas un effet isotrope. Suivant la direction choisie, il est possible de faire varier cet effet ou de le supprimer. Le tenseur piézo-électrique du quartz ( $d_{ijk}$ ) est de la forme :

$$\begin{pmatrix} d_{11} & -d_{11} & 0 & d_{14} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & -d_{14} - 2d_{11} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}$$

Les coefficients :  $d_{11} = 2,31$  PC/N et  $d_{14} = 0,72$  PC/N [33].

### IV.6.1.3. Conductivité et dilatation thermique du Quartz

La conductivité thermique est l'une des nombreuses propriétés qui dépend de la direction dans laquelle elle est mesurée. La conductivité thermique du quartz à 0°C est de  $27,3 \cdot 10^{-3}$  cal/cm.sec.°C parallèlement à C et de 16,3 perpendiculairement à cet axe [33]. La dilatation thermique est de ce fait également une propriété anisotrope. Selon le principe de Neumann, la dilatation thermique d'un cristal doit posséder la symétrie de ce cristal, [32].

L'ellipsoïde de dilatation thermique est donc un ellipsoïde de révolution dans le cas du quartz :  $\alpha_1 = \alpha_2 = 13 \cdot 10^{-6}$  °C<sup>-1</sup> et  $\alpha_3 = 8 \cdot 10^{-6}$  °C<sup>-1</sup>.  $\alpha_3$  est suivant l'axe C.

### IV.6.2. Les propriétés chimiques du quartz

La forme cristallisée du dioxyde de silicium à température ambiante, le quartz  $\alpha$ , est un des polymorphes de la silice les plus purs. Cette constatation est unanime quels que soient les auteurs. Pour considérer la chimie du quartz, il est important de considérer la spéciation des impuretés chimiques dans un cristal.

Ces impuretés, isolées ou en association chimique peuvent intégrer trois ensembles distincts : le réseau, les inclusions solides et les inclusions fluides. On peut également les trouver en adsorption dans les imperfections du réseau, sur les surfaces, et bien entendu dans les fractures totalement ou partiellement cicatrisées [35].

La contribution de chacune des trois composantes principales à la chimie globale du quartz peut s'évaluer comme suit : contribution des inclusions solides, contribution des inclusions fluides et contribution du réseau. En effet, Heynke et al [36], déclarent que les variations en éléments traces dans le quartz sont contrôlées par les impuretés et les minéraux observables en microscopie électronique.

Ceci confirme également les observations d'autres auteurs parmi lesquels on trouve Götze et Zimmerle [36] et Wünsch [38].

### IV.7. Domaines d'applications

La silice est chimiquement stable et n'est guère attaquée que par l'acide fluorhydrique, réaction utilisée dans la gravure sur verre. Cette réaction empêche l'utilisation du verre de silice pour manipuler le fluor. Le verre de silice est de la silice non cristallisée utilisée dans la fabrication des instruments d'optique, d'appareils de laboratoire et de fibre de verre. La silice se dissout très partiellement dans l'eau pure en donnant l'acide silicique sous la forme de  $\text{Si(OH)}_4$  (acide faible). La limite de solubilité étant de 0,140 g/l à 25 °C. Cette solubilité augmente très fortement avec le pH (formation d'ion silicate, par la présence d'alcali dans une eau en bouteille), la température et la pression. Ainsi cette solubilité atteint 20 % dans l'eau supercritique à 500 °C et 1000 bars. Dans l'eau, l'acide silicique forme des suspensions colloïdales qui sont responsables de l'apparente opacité de l'eau lorsqu'elles sont présentes. C'est le cas dans l'eau des geysers comme celui de Geysir en Islande. Pour une concentration donnée en silice colloïdale, la couleur bleue est d'autant plus intense que l'eau est froide (la solubilité de  $\text{Si(OH)}_4$  est alors plus faible). La silice est aussi l'un des meilleurs isolants électriques qui existe. Pour cette raison, elle est souvent utilisée sur des circuits électriques de silicium, simplement en oxydant les couches voulues [39].

# **Partie B**

## **Techniques expérimentales**

## I. Introduction

L'objectif de ce travail est de réduire la taille du sable quartzueux par un jet d'air projeté à grande vitesse sur une cible fixe. La détente adiabatique de l'air à la sortie de la buse crée un effet de refroidissement très important qui participe à la fragilisation des particules du sable. Sous l'action du choc des particules très froides avec la cible, celles-ci se désintègrent mécaniquement en plusieurs fragments à cause de leur faible résilience.

L'analyse granulométrique permet de déterminer la grosseur et les pourcentages pondéraux respectifs des différentes familles de grains constituant les échantillons.

Plusieurs paramètres de ce procédé influent sur la forme et la taille moyenne des particules de la poudre obtenue. Le procédé cold stream que nous avons utilisé, présente au moins 4 variables, lesquelles si elles sont bien combinées peuvent permettre l'obtention d'un bon produit. Parmi ces variables on distingue :

- Les différentes cibles
- La longueur du jet
- Le diamètre du flux de sable
- Le nombre de cycle...etc.

## II. Caractérisation par tamisage du sable quartzueux

Bien que les caractérisations des poudres soient bien nombreuses, nous nous sommes limités à la caractérisation par tamisage, vu que c'est le diamètre moyen du sable qui reste notre principal objectif dans le cadre de ce travail.

### II.1. Le tamisage

Une masse de 260 grammes de sable quartzueux est placée au dessus d'une série de tamis qui sont disposés dans l'ordre croissant (de 800 jusqu'à 3150  $\mu\text{m}$  d'ouverture) de bas en haut. Le sable est versée dans le tamis supérieur (de 3150  $\mu\text{m}$  d'ouverture), puis l'ensemble des tamis (6 tamis) sont placés dans une machine vibrante pendant un temps de 15 min. ce temps normalisé permet de séparer les différentes gammes de taille du sable. A l'issue de cette opération, on procède à la pesée du refus retenu par chaque tamis à l'aide d'une balance électronique de haute précision (figure B.1). Les résultats de pesée sont utilisés pour calculer la taille moyenne des grains de la poudre et établir la courbe de distribution de la taille des grains à travers la masse considérée.



**Figure B.1.** Balance électronique de précision

## II.2. Matériels utilisés lors du tamisage

- **Description des tamis**

Un tamis est un récipient de forme cylindrique, contenant dans son fond un filtre à mailles carrées dites ouvertures. Pendant l'opération de tamisage, les particules qui ont une taille inférieure à la taille de la maille, passent à travers le tamis, par contre celles qui ont une taille supérieure ou égale à la taille de la maille restent dans le tamis. L'ensemble des particules qui sont retenues par le tamis, est appelé refus. La figure B.2 montre schématiquement une série de tamis (a) semblables à ceux utilisés dans cette caractérisation, ainsi que leur disposition (b) en prévision d'un tamisage.



**(a)**



**(b)**

**Figure B.2.** Une série de tamis (a) en vrac, (b) dans une tamiseuse

### ▪ Description de la tamiseuse

C'est un appareil assurant l'agitation du groupe de tamis placés en série dans l'ordre croissant (de 800 jusqu'à 3150  $\mu\text{m}$  d'ouverture) de bas en haut. La série de tamis ainsi que l'assiette qui sert à retenir les particules fines et le couvercle refermant le dernier tamis, sont coincés entre les anneaux, supérieur et inférieur de la tamiseuse. L'ensemble ainsi tenu par un système de fixation, reçoit des vibrations mécaniques de hautes fréquences délivrées par un moteur électrique. Cela conduit à un mouvement aléatoire des particules et par la suite à leur séparation. Cette opération dure en moyenne 15 minutes.

### ▪ Observation au microscope optique

Le microscope optique utilisé est un binoculaire de faible grossissement de marque ZEISS STEMI DV4. Vu la granulométrie assez grossière du sable étudié, ce binoculaire est idéal pour l'observation des échantillons. Il possède un agrandissement qui varie de 10 à 40x. Ce microscope s'accompagne d'une caméra, reliée à l'écran d'un ordinateur permettant la prise de photos de la structure observée après avoir choisi la surface à photographier. L'avantage de la microscopie optique, outre sa grande facilité d'utilisation, est de permettre l'observation de grandes surfaces et de collecter ainsi une information globale sur l'aspect de la surface observée. La figure B.3 ci-dessous montre une photo réelle du microscope optique utilisé.



**Figure B.3.** Photographie réelle du microscope binoculaire utilisé.

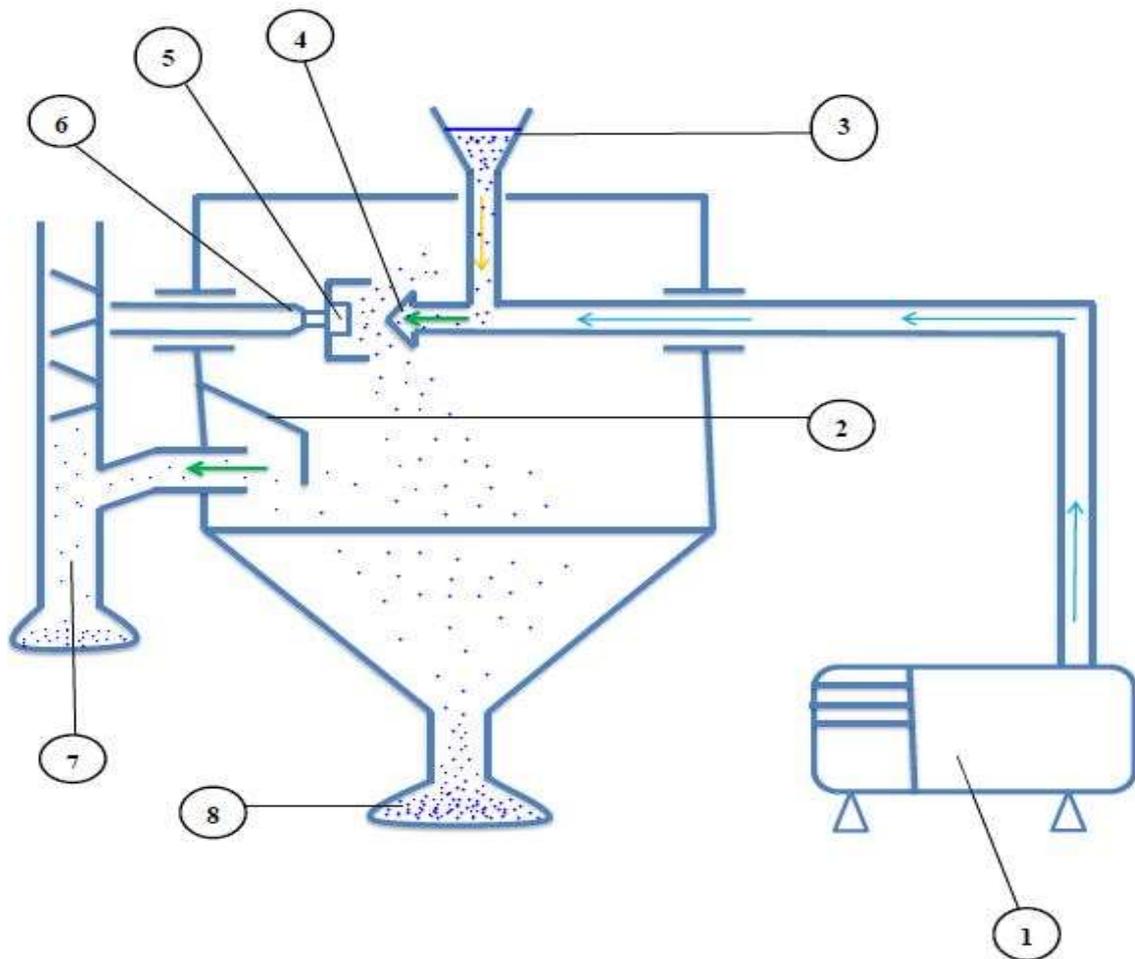
### III. Désintégration du sable quartzueux par le procédé cold stream

Le présent travail consiste en la réduction de la taille des particules du sable quartzueux, avec le procédé cold stream. La poudre de silice ainsi élaborée peut être utilisée pour obtenir par désoxydation au carbone une poudre de silicium de grade métallurgique. Dans le procédé cold stream le sable à pulvériser est entraîné par un jet de gaz et projeté à grande vitesse contre 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 figure B.4 ci-dessous montre une vue réelle de l'installation expérimentale que nous avons conçue et réalisée dans ce but



**Figure B.4.** Photo réelle du système cold stream conçu et réalisé

Voilà ci-dessous un schéma explicatif du procédé ci-dessus.



**Figure B.5.** Vue schématique du procédé cold stream réalisé

1 : compresseur d'air comprimé pouvant atteindre 10 bars.

2 : cache qui empêche les particules grossières du sable d'entrer dans le cyclone.

3 : entonnoir.

4 : buse de projection du mélange d'air et du sable.

5 : cible.

6 : porte cible.

7 : cyclone de récupération de la poudre fine.

8 : collecteur du produit désintégré.

### IV. Description des éléments du procédé cold stream

#### a) Le sable quartzeux

C'est un sable qui possède une très haute teneur en silice, un bon classement, et des grains arrondis ou subarrondis. La photomicrographie de la figure B.6 ci-dessous montre les différents constituants minéralogiques du sable étudié.



**Figure B.6.** Photo réelle du sable quartzeux utilisé.

Un sable quartzeux est composé de plusieurs minéraux tels que :

- 1 :** les particules de quartz  $\text{SiO}_2$  de couleur transparente.
- 2 :** les particules de biotites de formule brute  $\text{K}(\text{Mg,Fe})_3(\text{OH,F})_2(\text{Si}_3\text{AlO}_{10})$  de couleur noire.
- 3 :** les particules de feldspaths de formule brute  $(\text{Ba,Ca,Na,K,NH}_4)(\text{Al,B,Si})_4\text{O}_8$  de couleur marron.

### b) Les cibles

Il est clair et évident que lors de l'utilisation du procédé cold stream, pour avoir une bonne désintégration d'un matériau quelconque, il faut que la dureté de la cible sur laquelle il est projeté soit plus dure que le matériau projeté. Pour déterminer le matériau (de la cible) convenable à utiliser dans ce projet, nous avons expérimenté trois cibles différentes.

- **Cible métallique mince** : c'est une cible d'acier doux à 0,2 % C environ. Elle se présente sous forme d'une tôle mince d'environ 1,5 mm que nous avons vissée sur un disque en bois. Ce type de cible est montré dans la figure B.7 ci-dessous



**Figure B.7.** Cible métallique en tôle d'acier doux d'épaisseur 1,5 mm.

- **cible céramique** : c'est une cible composée d'une céramique traditionnelle d'épaisseur environ 10 mm. La figure B.8 montre une vue réelle de cette cible.



**Figure B.8.** Vue réelle d'une cible céramique utilisée

- **La cible d'acier martensitique :** c'est une cible d'acier sous forme de tôle épaisse d'épaisseur 10 mm. Elle est en acier doux à 0,4 % C qui a subi un traitement d'austénitisation à 1000 °C suivi d'une trempe dans l'eau. Ce traitement est destiné à obtenir une structure martensitique dure pour résister à l'usure et l'abrasion que nous avons constatée auparavant sur les autres cibles. La figure B.9 ci-dessous montre une vue réelle de cette cible.



**Figure B.9.** Vue réelle de la cible martensitique utilisée.

### c) Le compresseur d'air

Le Compresseur d'air de marque GIS est une machine pour générer de l'air comprimé. Il est typiquement destiné à être utilisé dans plusieurs applications comme la pulvérisation des peintures, l'atomisation des liquides, le nettoyage à l'air comprimé...etc. Il peut atteindre une pression maximale de 10 bars. La figure B.10 ci-dessous montre la photo réelle du compresseur utilisé.



**Figure B.10.** Photo réelle du Compresseur d'air utilisé.

## V. Caractérisation du sable quartzéux utilisé

La matière première de départ utilisée dans ce projet est un sable quartzéux dont le diamètre moyen est calculé comme suit. Une masse de 260 grammes de sable est pesée puis tamisée comme explique plus haut. Les résultats de tamisage sont donnés dans le tableau B.1 ci-dessous.

**Tableau B.1.** Résultats de tamisage du sable quartzéux (M=260 grs)

Ouvertures des tamis (µm)	Masse des refus (gr)	Fractions relatives (%)
3150	17,16	6,60
2500	28,60	11,00
2000	45,86	17,63
1600	56,00	21,53
1000	105,53	40,58
800	3,31	1,27
Assiette	1,41	0,54

Pour calculer le diamètre moyen des particules du sable quartzéux, on calcule d'abord les fractions relatives des refus comme suit:

$$X(\%) = \frac{m_i}{M_t}$$

**m<sub>i</sub>** : la masse de la fraction retenue dans chaque tamis

**M<sub>t</sub>** : la masse totale de l'échantillon

Sachant ses fractions, on calcule alors le diamètre moyen du sable par la formule suivante.

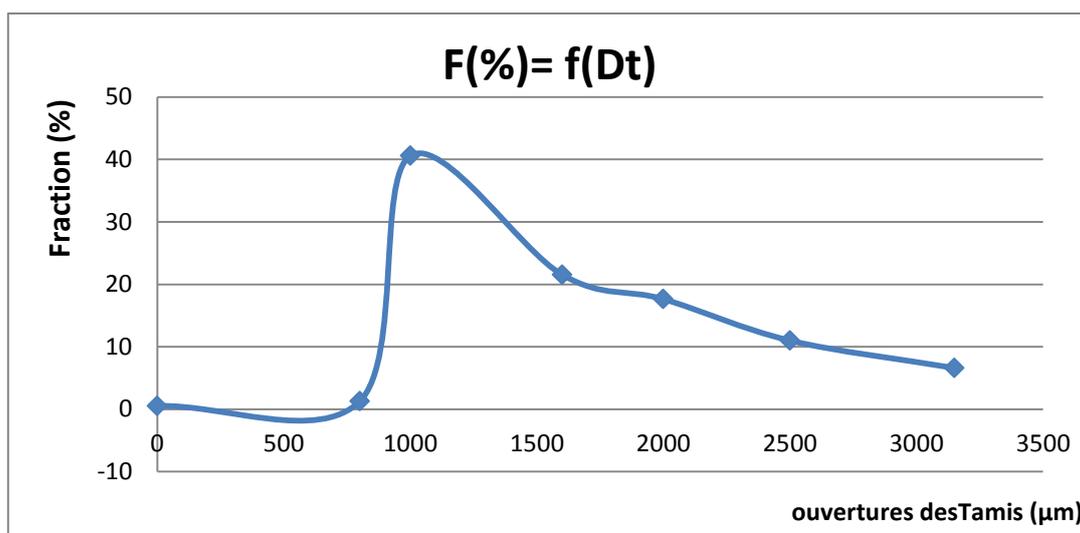
$$\phi_{\text{moy}} = 01X_1 + \frac{01+02}{2}X_2 + \frac{02+03}{2}X_3 + \dots + \frac{0n}{2}X_n$$

Tous calculs faits, l'application numérique donne les résultats suivants

$$\phi_{\text{moy}} = \left( 3150 \cdot 6,60 + \frac{3150+2500}{2} \cdot 11,00 + \frac{2500+2000}{2} \cdot 17,63 + \frac{2000+1600}{2} \cdot 21,53 + \frac{1600+1000}{2} \cdot 40,58 + \frac{1000+800}{2} \cdot 1,27 + \frac{800}{2} \cdot 0,54 \right) / 100$$

Le diamètre moyen calculé est:  $\phi_{\text{moy}} = 1,86\text{mm}$

Les résultats de caractérisation sont ensuite utilisés pour tracer la courbe de distribution de taille qui a généralement une forme de cloche comme le montre la figure B.11 ci-dessous.



**Figure B.11.** Courbe de distributions de la taille des particules du sable en fonction des ouvertures des tamis.

### VI. Effet des variables de désintégration

#### a) Influence du nombre de cycle :

L'influence du nombre de cycle sur la désintégration est étudiée en utilisant une cible martensitique tout en gardant les autres variables constantes. Ces variables sont citées ci-dessous.

- Pression constante  $P = 10$  bars
- Longueur du jet  $L_j = 5$  cm
- Diamètre du flux de sable  $D_f = 10$  mm

Les résultats expérimentaux de cette expérience sont donnés dans le tableau B.2 ci-dessous.

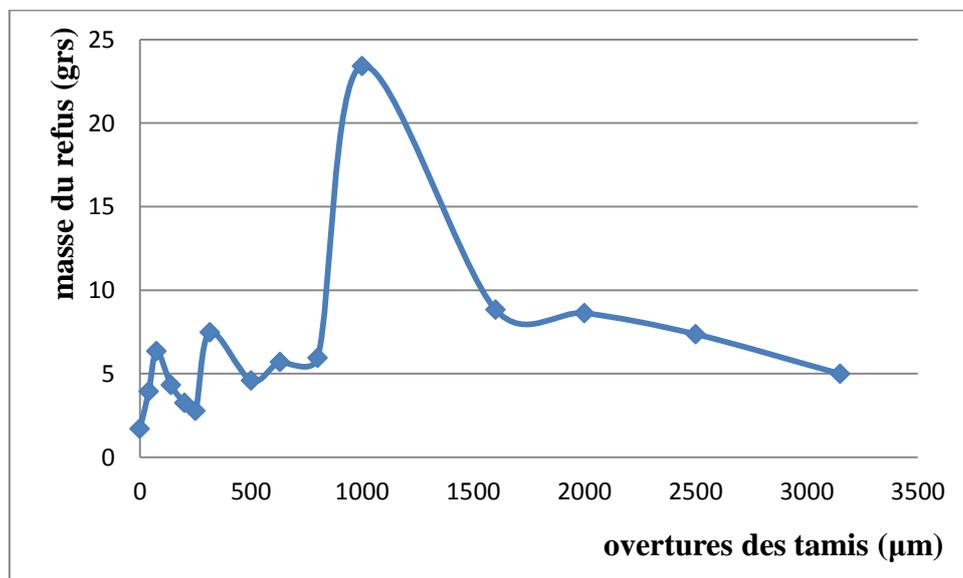
## TECHNIQUES EXPERIMENTALES

**Tableau B.2.** Résultats de tamisage après 5 cycles (M=300gr)

Tamis ( $\mu\text{m}$ )	Masse des refus (grs)	Fractions relatives (%)
3150	14,98	5,00
2500	22,07	7,37
2000	25,84	8,63
1600	26,47	8,84
1000	70,10	23,42
800	17,80	5,95
630	17,08	5,71
500	13,76	4,60
315	22,41	7,49
250	8,36	2,79
200	9,79	3,27
140	12,97	4,33
75	19,03	6,35
40	11,83	3,95
Assiette	5,12	1,71

Le diamètre moyen calculé est:  $D_m = 1,22 \text{ mm}$

Les résultats obtenus sont également utilisé pour tracer la courbe de distribution des tailles comme le montre la figure B.12 ci-dessous.



**Figure B.12.** Courbe de distributions de taille après 5 cycles de désintégration

Une autre expérience est menée pour en déterminer le comportement du sable après 10 cycles de désintégration. Les résultats expérimentaux sont donnés dans le tableau B.3 ci-dessous.

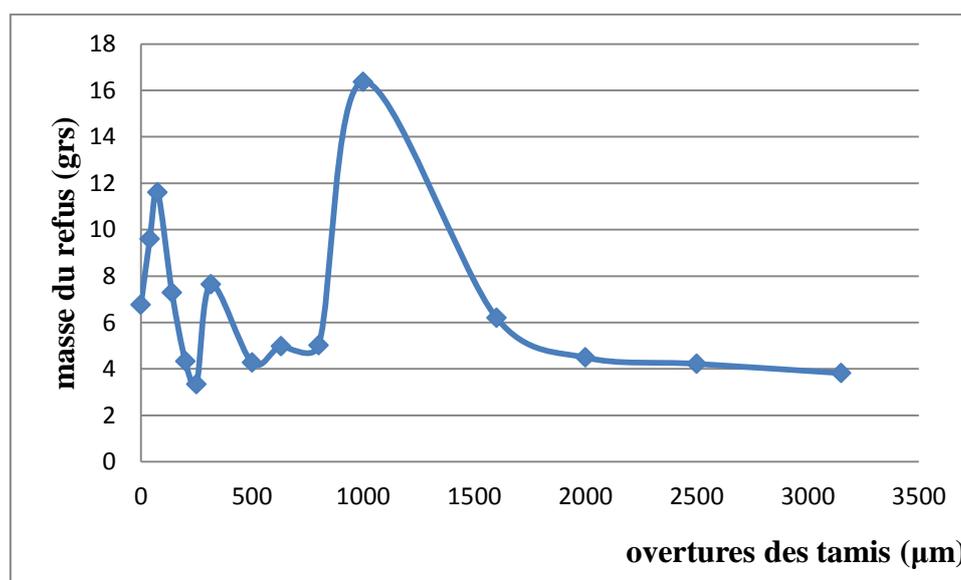
## TECHNIQUES EXPERIMENTALES

**Tableau B.3.** Résultats de tamisage après 10 cycles (M=195grs)

Tamis (μm)	Masse des refus (grs)	Fractions relatives (%)
3150	7,43	3,82
2500	8,22	4,22
2000	8,73	4,49
1600	12,06	6,20
1000	31,84	16,37
800	9,77	5,02
630	9,69	4,98
500	8,32	4,28
315	14,86	7,64
250	6,49	3,34
200	8,43	4,33
140	14,16	7,28
75	22,58	11,61
40	18,67	9,60
Assiette	18,67	6,77

Le diamètre moyen calculé est:  $D_m = 0,85 \text{ mm}$

Les résultats obtenus sont également utilisé pour tracer la courbe de distribution des tailles comme le montre la figure B.13 ci-dessous.



**Figure B.13.** Courbe de distributions de taille après 10 cycles de désintégration

## TECHNIQUES EXPERIMENTALES

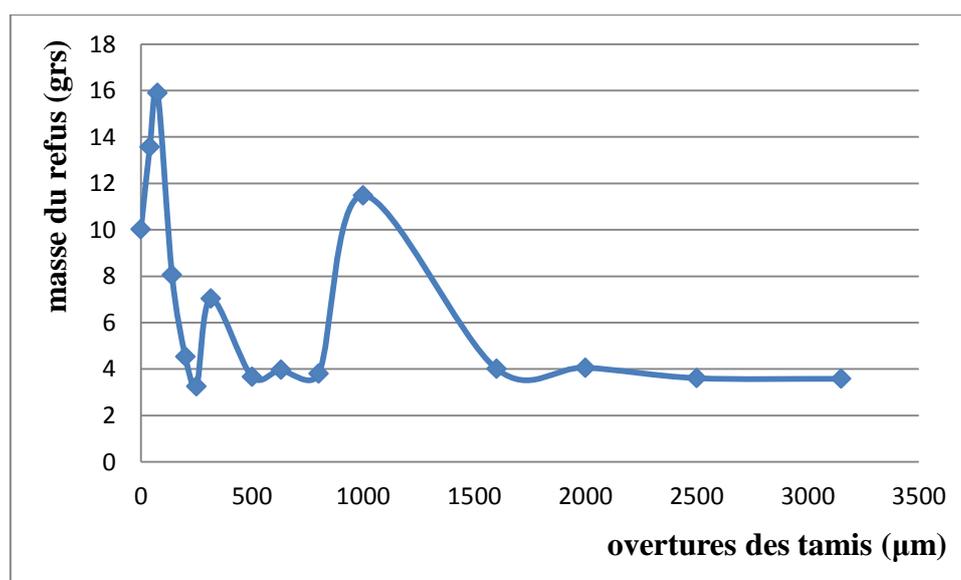
Une nouvelle expérience en 14 cycle de désintégration est menée dont les résultats sont montrés dans le tableau B.4 ci-dessous.

**Tableau B.4.** Résultats de tamisage après 14 cycles (M=148 grs)

Tamis ( $\mu\text{m}$ )	Masse des refus (grs)	Fractions relatives (%)
3150	5,29	3,58
2500	5,34	3,61
2000	6,01	4,06
1600	5,93	4,01
1000	16,98	11,48
800	5,62	3,80
630	5,87	3,97
500	5,43	3,67
315	10,41	7,04
250	4,82	3,26
200	6,72	4,54
140	11,90	8,05
75	23,51	15,90
40	20,07	13,57
Assiette	14,81	10,02

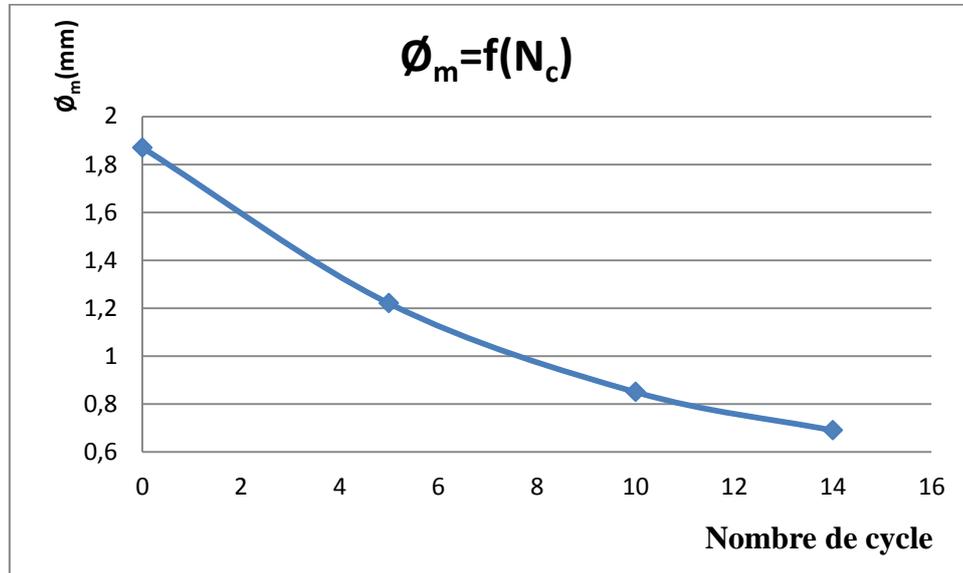
Le diamètre moyen calculé est:  $D_m = 0,69 \text{ mm}$

Les résultats obtenus sont également utilisé pour tracer la courbe de distribution des tailles comme le montre la figure B.14 ci-dessous.



**Figure B.14.** Courbe de distributions de taille après 14 cycles de désintégration

On termine cette série d'expériences en traçant la courbe d'évolution de la taille moyenne des particules de sable comme fonction du nombre de cycles. Cette évolution est montrée dans la figure B.15 suivante:



**Figure B.15.** Evolution du diamètre moyen du sable désintégré en fonction du nombre de cycle

### b) Influence de la nature des cibles utilisées

Après avoir déterminé l'influence du nombre de cycles pour une cible constante donnée (martensitique dans ce cas), nous analysons maintenant l'influence de la nature de la cible elle-même sur le comportement à la désintégration du sable quartzeux. Pour cela, nous utilisons les conditions suivantes :

- Pression constante  $P = 10$  bars
- Longueur du jet  $L_j = 5$  cm
- Diamètre du flux de sable constant  $D_f = 10$  mm
- Nombre de cycles: 5

#### 1) Cas d'une cible d'acier martensitique

Les résultats de cette expérience sont déjà donnés ci-dessus dans le tableau B.2 et figure B.12

#### 2) Cas d'une cible métallique

Une cible métallique en tôle d'acier est testée pour en déterminer l'effet à la désintégration du sable quartzeux. Les résultats de cette expérience sont montrés dans le tableau B.5 ci-dessous.

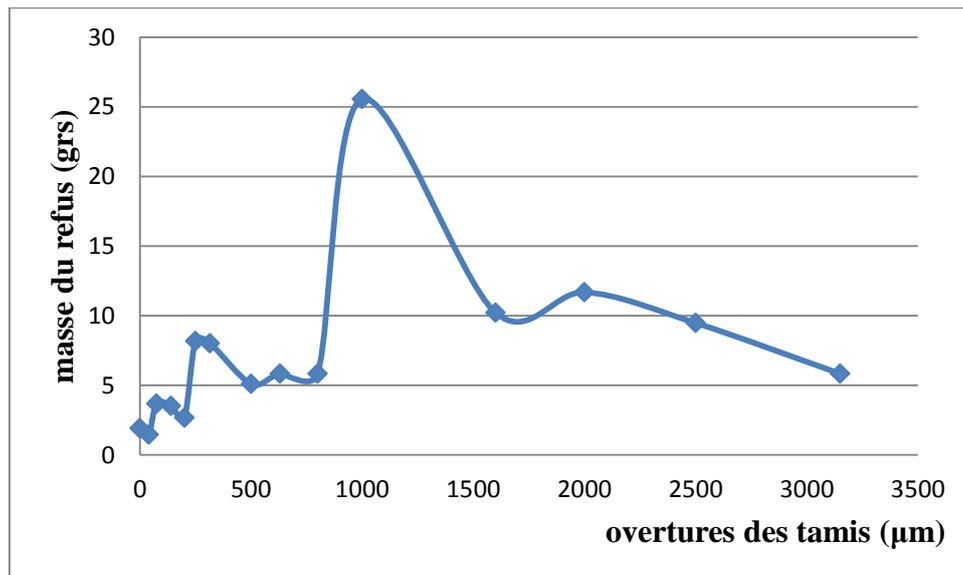
**Tableau B.5.** Résultats de tamisage pour la cible métallique après 5 cycles

(M= 137grs)

Tamis ( $\mu\text{m}$ )	Masse de refus (grs)	Fractions relatives (%)
3150	8	5,84
2500	13	9,48
2000	16	11,68
1600	14	10,22
1000	35	25,55
800	8	5,84
630	8	5,84
500	7	5,11
315	11	8,02
250	3	8,18
200	3,67	2,67
140	4,82	3,52
75	5,06	3,69
40	2,02	1,47
Assiette	2,62	1,91

Le diamètre moyen calculé est:  $D_m = 1,41 \text{ mm}$

Les résultats obtenus sont également utilisé pour tracer la courbe de distribution des tailles comme le montre la figure B.16 ci-dessous.



**Figure B.16.** Distributions de taille après 5 cycles pour la cible métallique

### 3) Cas d'une cible céramique

Une troisième cible en céramique est testée pour savoir son effet sur le comportement à la désintégration du sable quartzeux. Les résultats de cette expérience sont donnés dans le tableau B.6 ci-dessous.

**Tableau B.6.** Résultats de tamisage pour la cible en céramique après 5 cycles (M = 107 grs)

Tamis (µm)	Masse de refus (grs)	Fractions relatives (%)
3150	6	5,60
2500	7	6,54
2000	11	10,28
1600	9	8,41
1000	24	22,42
800	6	5,60
630	6	5,60
500	6	5,60
315	10	9,34
250	3	2,80
200	3,99	2,72
140	5,51	5,15
75	7,60	7,10
40	3,95	3,69
Assiette	1,26	1,17

Le diamètre moyen calculé est:  $D_m = 1,22 \text{ mm}$

Les résultats obtenus sont également utilisé pour tracer la courbe de distribution des tailles comme le montre la figure B.17 ci-dessous.



**Figure B.17.** Distributions de taille après 5 cycles pour la cible de céramique

b.2) Pour le nombre de cycle  $N_c = 10$  on a les conditions suivantes :

- Pression constante  $p = 10$  bars
- Distance de jets constant  $L_j = 5$  cm
- Diamètre de flux de sable constant  $D_j = 10$  mm

Après avoir testé le comportement du sable pendant 5 cycles sur différentes cibles; une nouvelle série d'expérience est menée sur les mêmes cibles mais avec un nombre de cycles égal à 10. Les résultats de cette série sont donnés ci-dessous.

## 1) Cas d'une cible martensitique

Les résultats de cette expérience sont déjà donnés dans le tableau B.3 et la figure B.13 ci-dessus.

## 2) Cas d'une cible métallique

Après la cible martensitique, une cible métallique d'acier doux est testée à 10 cycles. Les résultats sont donnés dans le tableau B.7 ci-dessous.

**Tableau B.7.** Résultats de tamisage pour La cible métallique après 10 cycles ( $M = 159$  grs)

Tamis ( $\mu\text{m}$ )	Masse des refus (grs)	Fractions relatives (%)
3150	12	7,54
2500	14	8,80
2000	14	8,80
1600	12	7,54
1000	28	17,61
800	8	5,03
630	9	5,66
500	7	4,40
315	5	3,14
250	7	4,40
200	6,72	4,22
140	8,99	5,65
75	12,39	7,79
40	6,22	3,71
Assiette	2,12	1,33

Le diamètre moyen calculé est:  $D_m = 1,16$  mm

Les résultats obtenus sont également utilisé pour tracer la courbe de distribution des tailles comme le montre la figure B.18 ci-dessous.



**Figure B.18.** Distributions de taille après 10 cycles pour la cible métallique

### 3) Cas d'une cible céramique

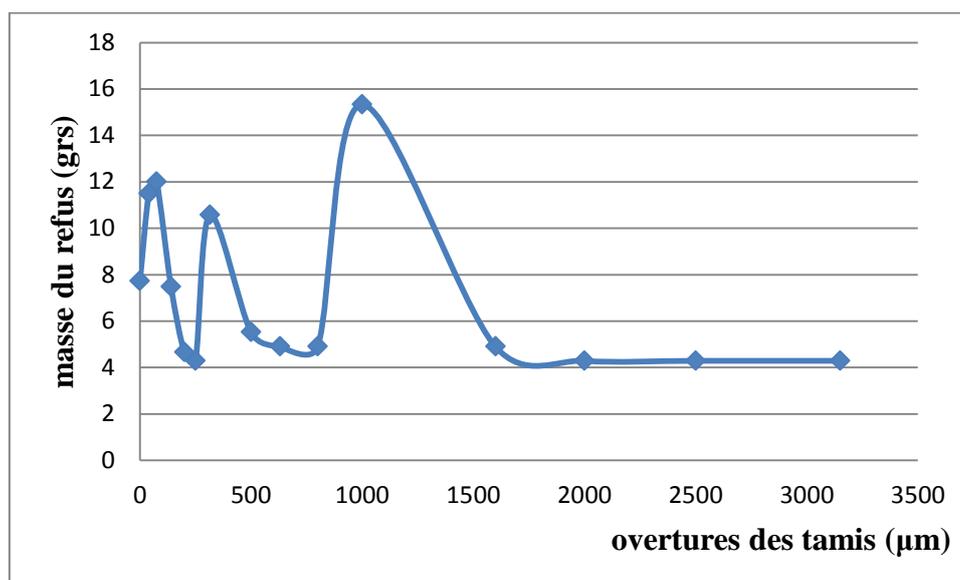
Les résultats de cette expérience sont donnés dans le tableau B.8 ci-dessous.

**Tableau B.8.** Résultats de tamisage pour la cible céramique après 10 cycles (M = 163 grs)

Tamis (µm)	Masse des refus (grs)	Fractions relatives (%)
3150	7	4,29
2500	7	4,29
2000	7	4,29
1600	8	4,90
1000	24	15,33
800	8	4,9
630	8	4,9
500	9	5,52
315	14	10,58
250	7	4,29
200	7,61	4,66
140	12,20	7,48
75	19,56	12,00
40	18,73	11,49
Assiette	12,60	7,73

Le diamètre moyen calculé est:  $D_m = 0,84 \text{ mm}$

Les résultats obtenus sont également utilisé pour tracer la courbe de distribution des tailles comme le montre la figure B.19 ci-dessous.



**Figure B.19.** Distributions de taille après 10 cycles pour la cible céramique

b.3) Pour le nombre de cycle  $N_c = 14$  on a les conditions suivantes :

- Pression constante:  $P = 10$  bars
- Longueur du jet:  $L_j = 5$  cm
- Diamètre du flux de sable:  $D_j = 10$  mm

### 1) Cas d'une cible martensitique

Les résultats pour cette expérience sont déjà connus et donnés dans le tableau B.4 et la figure B.14 ci-dessus.

### 2) Cas d'une cible métallique

Une nouvelle expérience est menée sur une cible métallique en tôle d'acier doux pendant 14 cycles. Les résultats sont donnés dans le tableau B.9 ci-dessous.

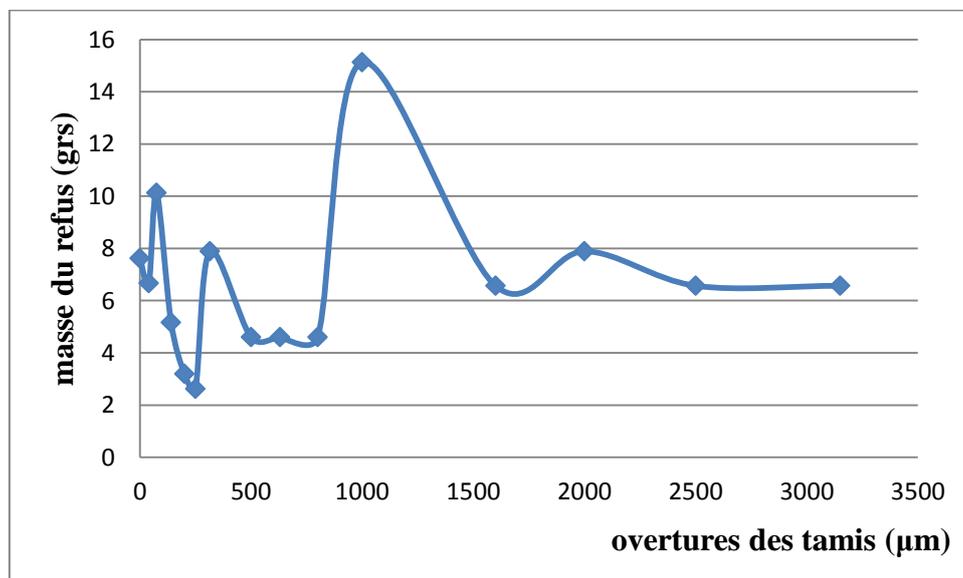
## TECHNIQUES EXPERIMENTALES

**Tableau B.9.** Résultats de tamisage pour la cible métallique après 14 cycles (M= 152 grs)

Tamis ( $\mu\text{m}$ )	Masse des refus (grs)	Fractions relatives (%)
3150	10	6,57
2500	10	6,57
2000	12	7,89
1600	10	6,57
1000	23	15,13
800	7	4,60
630	7	4,60
500	7	4,60
315	12	7,89
250	4	2,63
200	4,87	3,20
140	7,87	5,17
75	15,40	10,13
40	10,14	6,67
Assiette	11,61	7,63

Le diamètre moyen calculé est:  $D_m = 1,05 \text{ mm}$

Les résultats obtenus sont également utilisé pour tracer la courbe de distribution des tailles comme le montre la figure B.20 ci-dessous.



**Figure B.20.** Distributions de taille après 14 cycles pour la cible métallique

### 3) Cas d'une cible céramique

Une dernière expérience dans cette série est menée sur une cible en céramique. Les résultats sont donnés dans le tableau B.10 ci-dessous.

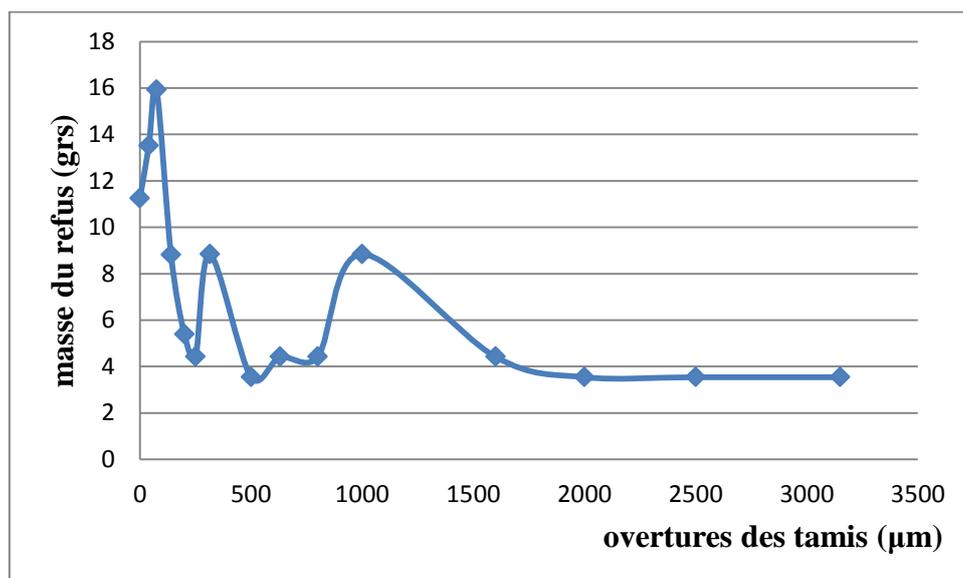
**Tableau B.10.** Résultats de tamisage pour La cible céramique après 14 cycles

(M= 113grs)

Tamis (µm)	Masse des refus (grs)	Fractions relatives (%)
3150	4	3,54
2500	4	3,54
2000	4	3,54
1600	5	4,42
1000	10	8,84
800	5	4,42
630	5	4,42
500	4	3,54
315	10	8,84
250	5	4,42
200	6,1	5,39
140	9,96	8,81
75	18,00	15,92
40	15,27	13,51
Assiette	12,72	11,25

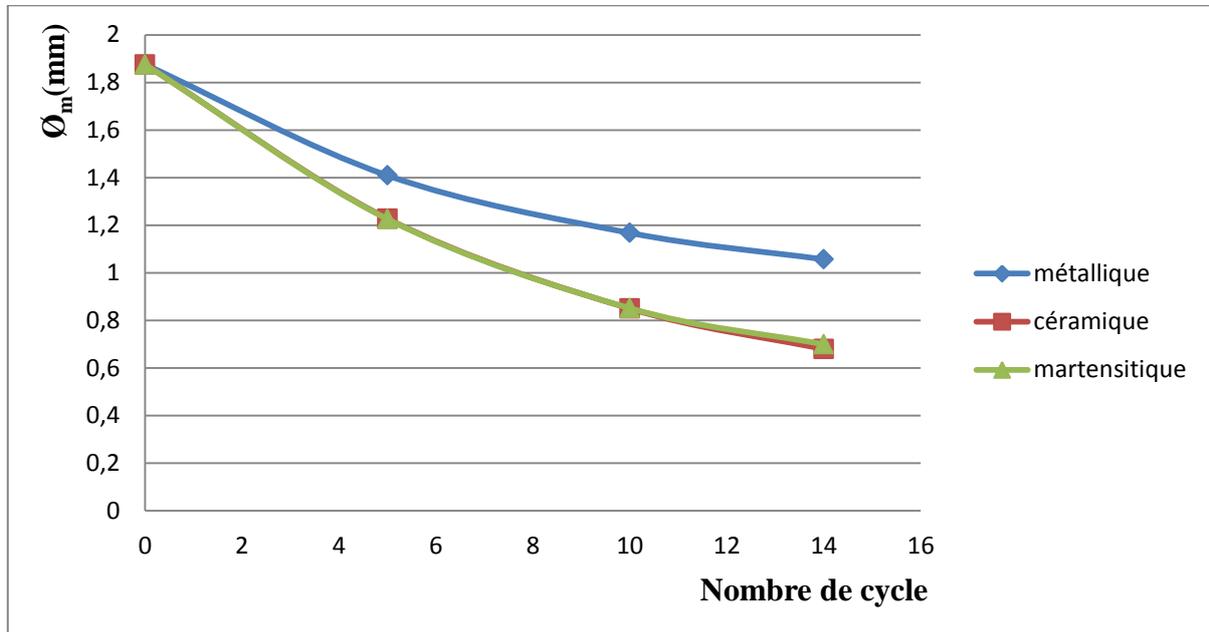
Le diamètre moyen calculé est:  $D_m = 0,67 \text{ mm}$

Les résultats obtenus sont également utilisé pour tracer la courbe de distribution des tailles comme le montre la figure B.21 ci-dessous.



**Figure B.21.** Distributions de taille après 14 cycles pour la cible céramique

La variation du diamètre moyen pour les différentes conditions de désintégration est donnée dans la figure B.22 ci-dessous



**Figure B.22.** Variation du diamètre moyen du sable comme fonction des cibles et du nombre de cycle

Dans le procédé cold stream, la longueur du jet froid est une variable importante dont il est nécessaire de connaître l'influence sur le résultat de désintégration.

### c) Influence de la longueur du jet ( $L_j$ ):

Dans le procédé cold stream, la longueur du jet froid est une variable importante dont il est nécessaire de connaître l'influence sur le résultat de désintégration. Voici ci-dessous une nouvelle série d'expérience pour en déterminer l'influence en utilisant une cible d'acier martensitique. Les conditions utilisées sont les suivantes :

- Pression constante:  $P = 10$  bars
- Diamètre du flux de sable:  $D_f = 10$  mm
- $N_c = 5$  cycles

#### 1) Cas d'une longueur du jet $L_j = 5$ cm

Les résultats de cette expérience sont donnés dans le tableau B.11 ci-dessous

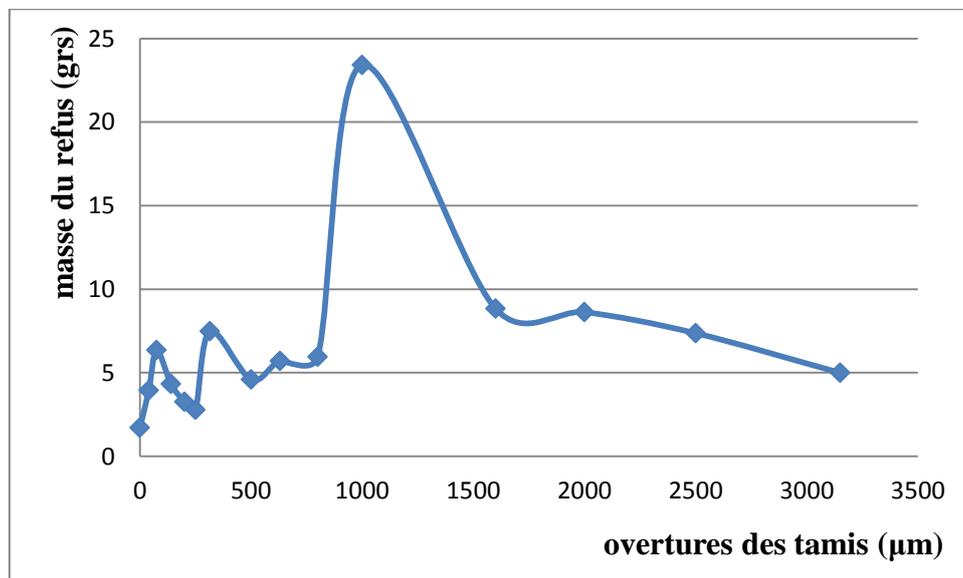
## TECHNIQUES EXPERIMENTALES

**Tableau B.11.** Résultats de tamisage pour une longueur du jet  $L_j = 5$  cm ( $M = 300$  grs)

Tamis ( $\mu\text{m}$ )	Masse des refus (grs)	Fractions relatives (%)
3150	14,98	5,00
2500	22,07	7,37
2000	25,84	8,63
1600	26,47	8,84
1000	70,10	23,42
800	17,80	5,95
630	17,08	5,71
500	13,76	4,60
315	22,41	7,49
250	8,36	2,79
200	9,79	3,27
140	12,97	4,33
75	19,03	6,35
40	11,83	3,95
Assiette	5,12	1,71

Le diamètre moyen calculé est :  $D_m = 1,22$  mm

Les résultats de ce tableau nous donnent une distribution de tailles comme le montre la figure B.23 ci-dessous.



**Figure B.23.** Distributions de taille pour une longueur du jet égale à 5 cm

## 2) Cas d'une longueur du jet $L_j = 10$ cm

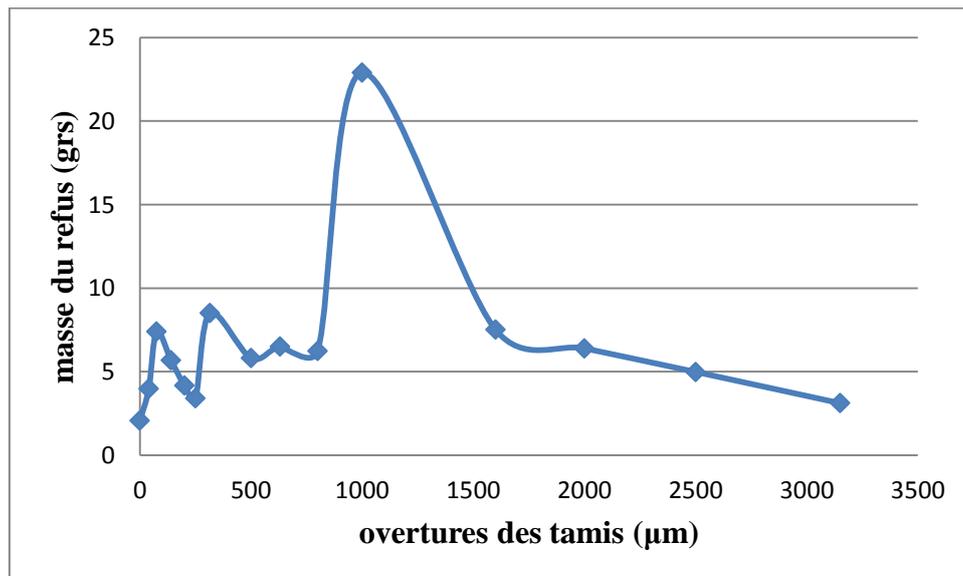
Les résultats de cette expérience sont donnés dans le tableau B.12 ci-dessous

**Tableau B.12.** Résultats de tamisage pour une longueur du jet de 10 cm ( $M=234$ grs)

Tamis ( $\mu\text{m}$ )	Masse des refus (grs)	Fractions relatives (%)
3150	7,31	3,12
2500	11,69	4,99
2000	14,99	6,40
1600	17,61	7,52
1000	53,61	22,89
800	14,67	6,25
630	15,21	6,50
500	13,62	5,82
315	19,93	8,51
250	8,00	3,42
200	9,79	4,18
140	13,33	5,69
75	17,33	7,40
40	9,35	3,99
Assiette	4,86	2,07

Le diamètre moyen calculé est:  $D_m = 1,02$  mm

La distribution de taille pour cette expérience est donnée dans la figure B.24 ci-dessous



**Figure B.24.** Distributions de taille pour une longueur du jet égale à 10 cm

### 3) Cas d'une longueur du jet $L_j = 15$ cm

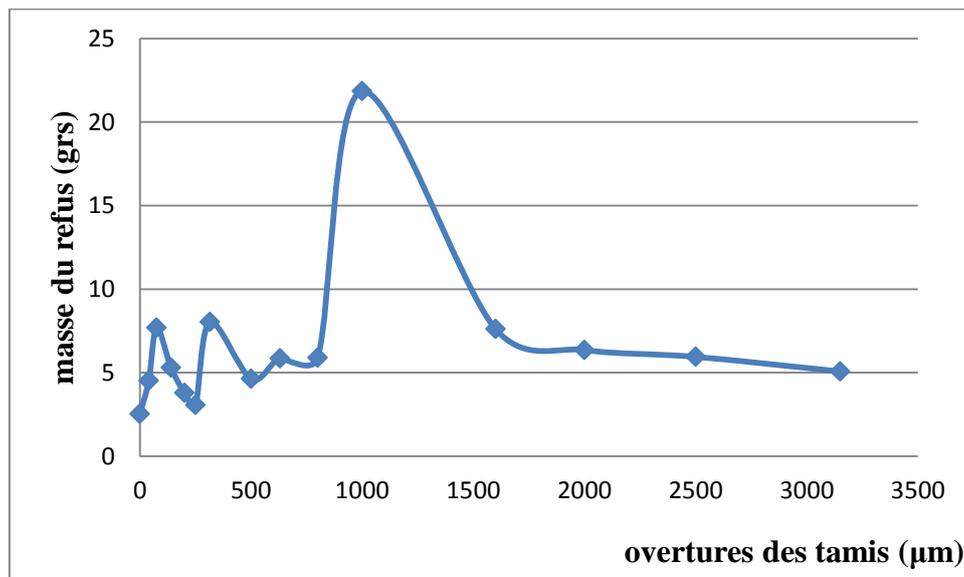
Les résultats pour cette expérience sont donnés dans le tableau B.13 ci-dessous.

**Tableau B.13.** Résultats de tamisage pour une longueur du jet égale à 15 cm ( $M= 180$  grs)

Tamis ( $\mu\text{m}$ )	Masses des refus (grs)	Fractions relatives (%)
3150	9,11	5,08
2500	10,66	5,95
2000	11,40	6,36
1600	13,65	7,62
1000	39,12	21,84
800	10,58	5,90
630	10,49	5,85
500	8,31	4,64
315	14,38	8,03
250	5,52	3,08
200	6,79	3,79
140	9,51	5,31
75	13,78	7,69
40	8,13	4,53
Assiette	4,56	2,54

Le diamètre moyen  $D_m = 1,08$  mm

Les résultats du tableau ci-dessus nous donnent une distribution de tailles comme le montre la figure B.25 ci-dessous.



**Figure B.25.** Distribution de tailles pour une longueur du jet égale à 15 cm

## TECHNIQUES EXPERIMENTALES

c.2.) Pour le nombre de cycle  $N_c = 10$  et une cible d'acier martensitique les conditions de désintégration sont les suivantes:

- Pression constante:  $P = 10$  bars
- Diamètre du flux de sable constant:  $D_f = 10$  mm
- $N_c = 10$  cycles

### 1) Cas d'une longueur du jet $L_j = 5$ cm

Les résultats de cette expérience sont déjà donnés dans le tableau B.3 et la figure B.13 ci-dessus.

### 2) Cas d'une longueur du jet $L_j = 10$ cm

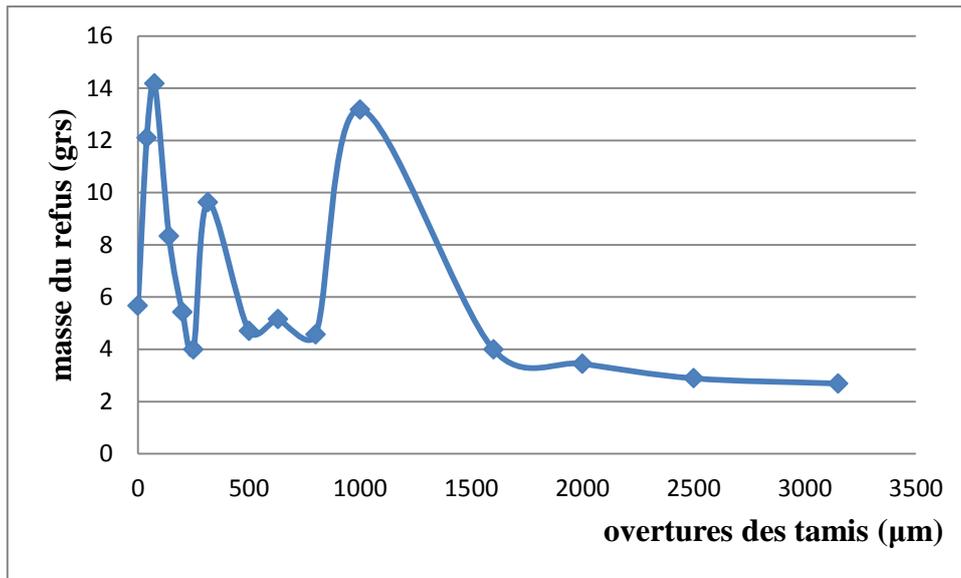
Les résultats de cette expérience sont donnés dans le tableau B.14 ci-dessous

**Tableau B.14.** Résultats de tamisage pour une longueur de jet égale à 10 cm ( $M=207$  grs)

Tamis ( $\mu\text{m}$ )	Masses des refus (grs)	Fractions relatives (%)
3150	5,58	2,69
2500	6,00	2,89
2000	7,15	3,45
1600	8,27	3,99
1000	27,32	13,18
800	9,48	4,57
630	10,69	5,15
500	9,75	4,70
315	19,96	9,63
250	8,29	4,00
200	11,26	5,43
140	17,26	8,33
75	29,39	14,18
40	25,07	12,10
Assiette	11,78	5,67

Le diamètre moyen calculé est:  $D_m = 0,69$  mm

Les résultats expérimentaux de ce test sont utilisés pour tracer la courbe de distribution de tailles comme le montre la figure B.26 ci-dessous



**Figure B.26.** Distributions de taille pour une longueur du jet de 10 cm

### 3) Cas d'une longueur du jet $L_j = 15$ cm

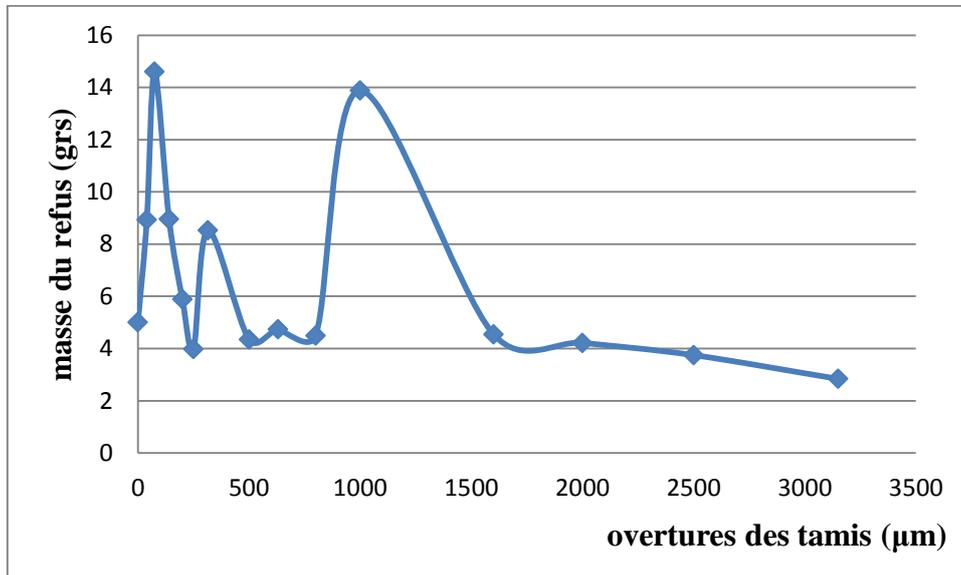
Les résultats de cette expérience sont donnés dans le tableau B.15 ci-dessous

**Tableau B.15.** Résultats de tamisage pour une longueur du jet égale à 15 cm ( $M=200$  grs)

Tamis (μm)	Masses des refus (gr)	Fractions relatives (%)
3150	5,68	2,84
2500	7,49	3,75
2000	8,44	4,22
1600	9,10	4,55
1000	27,75	13,88
800	9,00	4,50
630	9,48	4,74
500	8,70	4,35
315	17,05	8,53
250	7,96	3,98
200	11,77	5,89
140	17,92	8,96
75	29,19	14,61
40	17,85	8,93
Assiette	10,01	5,01

Le diamètre moyen calculé est :  $D_m = 0,74$  mm

Les résultats du tableau ci-dessus sont utilisés pour tracer la courbe de distribution des tailles comme le montre la figure B.27 ci-dessous.



**Figure B.27.** Distributions de tailles pour une longueur du jet de 15 cm

c.3.) Pour le nombre de cycle  $N_c = 14$ , les conditions utilisées sont les suivantes :

- Pression constante:  $P = 10$  bars
- Diamètre de flux de sable constant:  $D_f = 10$  mm
- $N_c = 14$  cycles

Une nouvelle série d'expériences est réalisée en maintenant les conditions ci-dessus constantes et en faisant varier la longueur du jet froid comme suit:

### 1) Cas d'une longueur du jet $L_j = 5$ cm

Les résultats de cette expérience sont déjà donnés dans le tableau B.4 et la figure B.14

### 2) Cas d'une longueur du jet $L_j = 10$ cm

Les résultats de cette expérience sont donnés dans le tableau B.16 ci-dessous.

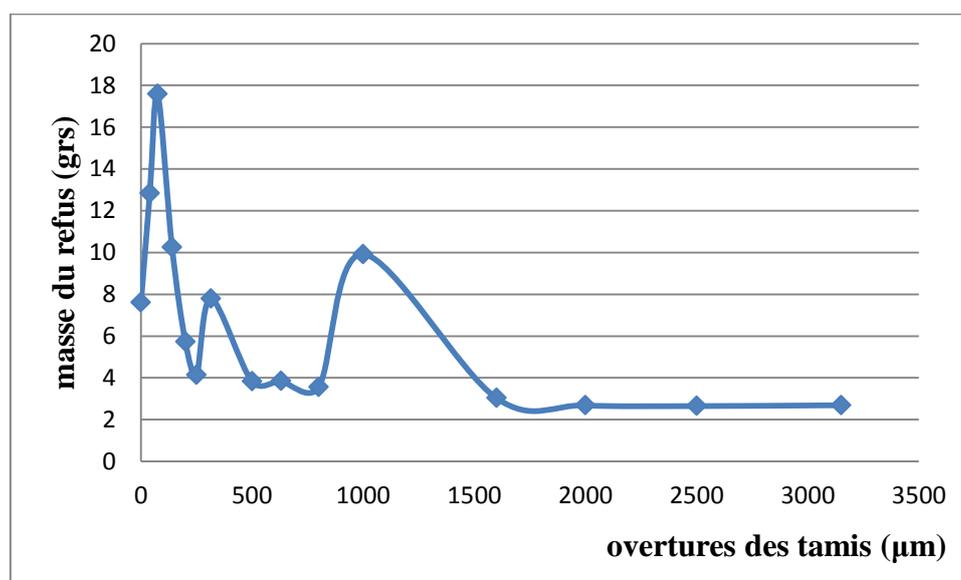
## TECHNIQUES EXPERIMENTALES

**Tableau B.16:** Résultats de tamisage pour une longueur du jet égale à 10 cm (M=192 grs)

Tamis (µm)	Masses des refus (grs)	Fractions relatives (%)
3150	5,17	2,69
2500	5,09	2,65
2000	5,35	2,68
1600	5,82	3,03
1000	19,06	9,92
800	6,84	3,56
630	7,38	3,84
500	7,36	3,83
315	14,97	7,79
250	7,96	4,14
200	10,99	5,72
140	19,68	10,25
75	33,78	17,58
40	24,66	12,84
Assiette	14,60	7,60

Le diamètre moyen calculé est:  $D_m = 0,58 \text{ mm}$

Les résultats de ce tableau sont utilisés pour tracer la courbe de distribution des tailles comme le montre la figure B.28 ci-dessous.



**Figure B.28.** Distributions de tailles pour une longueur de jet de 10 cm

### 3) Cas d'une longueur du jet $L_j = 15$ cm

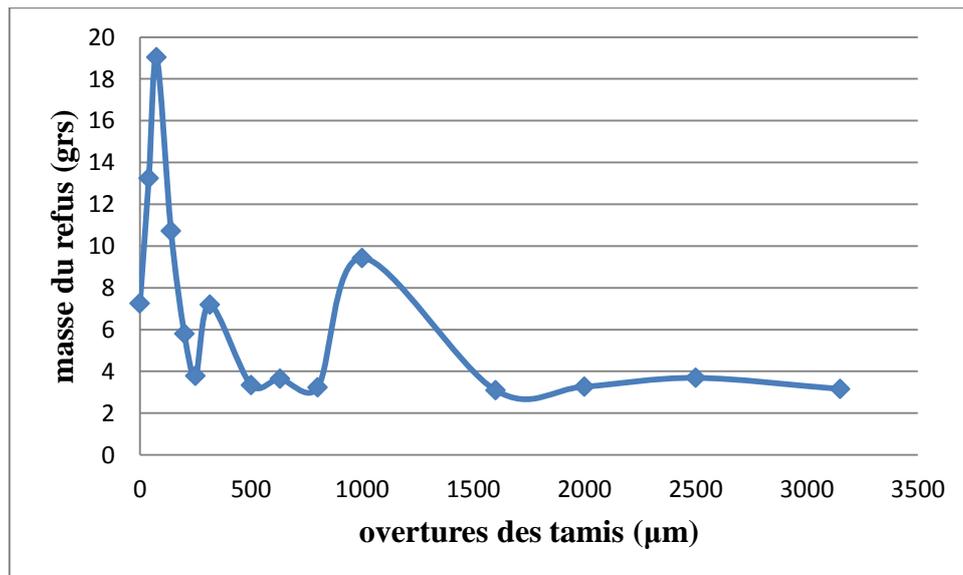
Pour cette expérience, les résultats sont listés dans le tableau B.17 ci-dessous

**Tableau B.17.** Résultats de tamisage pour une longueur du jet froid de 15 cm ( $M=169$  grs)

Tamis ( $\mu\text{m}$ )	Masse de refus (grs)	Fractions relatives (%)
3150	5,33	3,16
2500	6,22	3,69
2000	5,52	3,27
1600	5,23	3,10
1000	15,89	9,43
800	5,45	3,23
630	6,16	3,65
500	5,65	3,35
315	12,12	7,19
250	6,38	3,78
200	9,79	5,81
140	18,07	10,72
75	32,09	19,04
40	22,31	13,24
Assiette	12,23	7,25

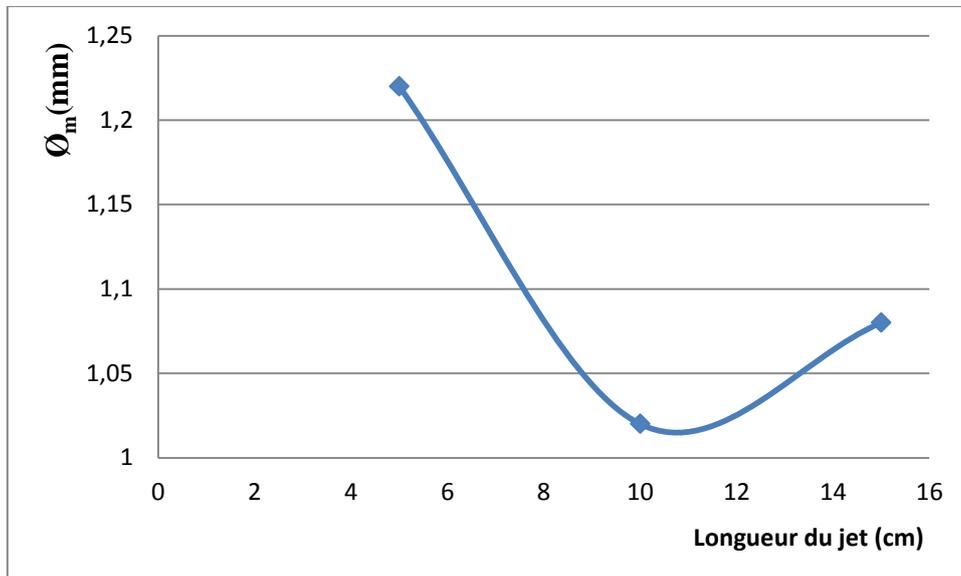
Le diamètre moyen calculé est  $D_m = 0,62$  mm

Les résultats de cette expérience sont également utilisés pour tracer la courbe de distribution des tailles dans la figure B.29 ci-dessous.



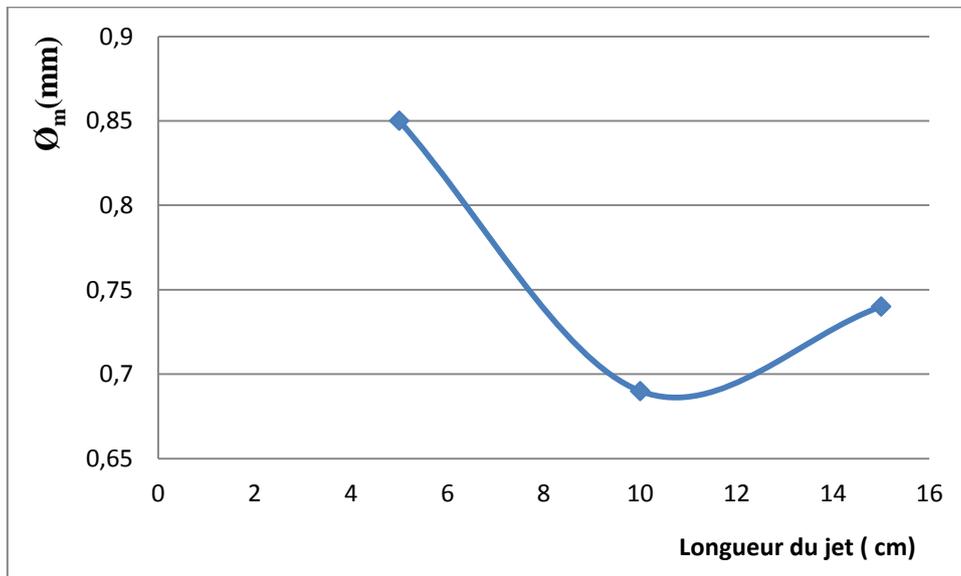
**Figure B.29.** Courbe de distribution de tailles pour une longueur du jet de 15 cm

La figure B.30 ci-dessous montre l'évolution du diamètre moyen du sable quartzé désintégré après 5 cycles comme fonction de la longueur du jet froid ( $L_j$ )



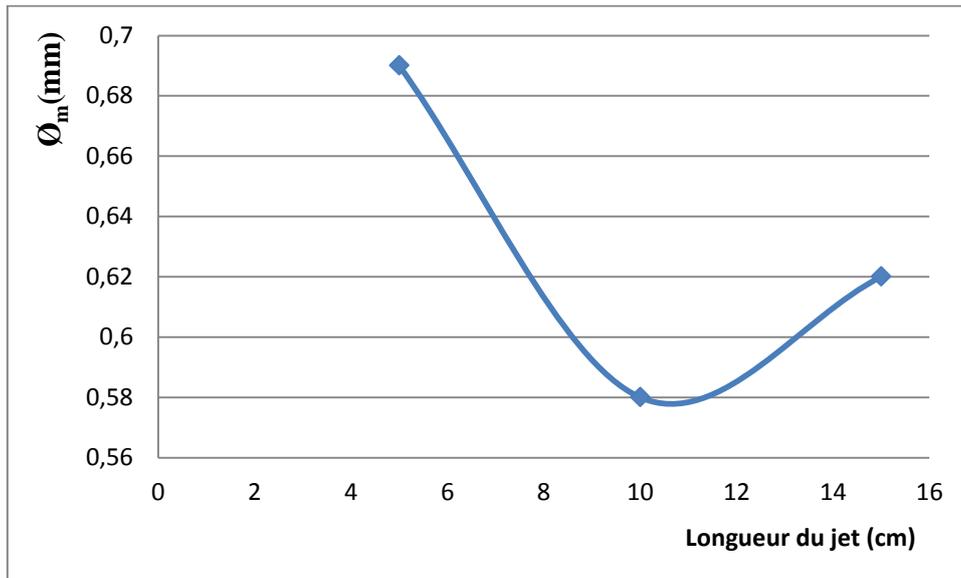
**Figure B.30.** Evolution de la taille moyenne des particules de sables comme fonction de la longueur du jet froid.  $N_c = 5$  cycles

Pour 10 cycles l'évolution du diamètre moyen est donnée dans la figure B.31 ci-dessous.



**Figure B.31.** Evolution de la taille moyenne des particules de sables comme fonction de la longueur du jet froid.  $N_c = 10$  cycles

Pour 14 cycles, cette évolution est donnée dans la figure B.32 ci-dessous



**Figure B.32.** Evolution de la taille moyenne des particules de sables comme fonction de la longueur du jet froid.  $N_c = 14$  cycles

#### d) Influence du diamètre du tube d'alimentation du sable (ou flux d'alimentation)

Le diamètre du tube d'alimentation qui contrôle le débit de sable à désintégrer est une autre variable du procédé cold stream dont il est nécessaire d'étudier l'influence sur le comportement à la désintégration du sable siliceux. Pour cela une nouvelle série d'expérience est menée pour en déterminer l'effet. Ici la variable est le diamètre du flux d'alimentation en sable ( $D_f$ ). Les autres variables restent constants.

d.1.) Pour le nombre de cycle  $N_c = 5$  cycles

On a les conditions suivantes :

- Pression constante:  $P = 10$  bars
- Longueur du jets constante:  $L_j = 15$  cm
- $N_c = 5$  cycles

#### 1) Cas d'un diamètre du flux $D_f = 10$ mm

Les résultats expérimentaux pour cette expérience sont donnés dans le tableau B.13 et figure. B.25 ci-dessus

## 2) Cas d'un diamètre de flux $D_f = 8,5$ mm

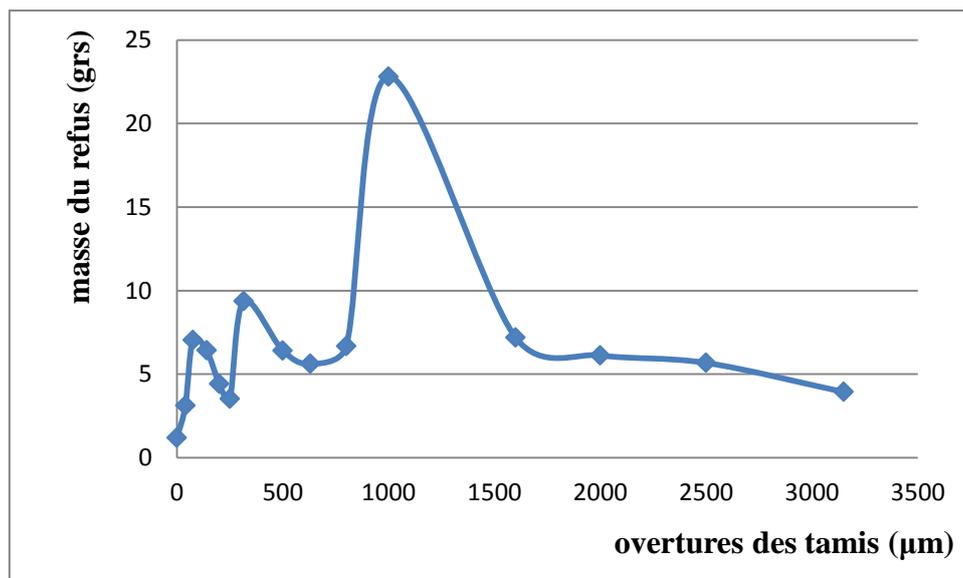
Les résultats expérimentaux de cette expérience sont donnés dans le tableau B.18 ci-dessous

**Tableau B.18.** Résultats de tamisage pour un diamètre de flux  $D_f = 8,5$  mm ( $M=200$  grs)

Tamis ( $\mu\text{m}$ )	Masses des refus (grs)	Fractions relatives (%)
3150	7,88	3,94
2500	11,35	5,68
2000	12,25	6,13
1600	14,38	7,20
1000	45,54	22,81
800	13,35	6,68
630	12,81	5,63
500	11,24	6,42
315	18,72	9,37
250	7,03	3,52
200	8,83	4,42
140	12,84	6,43
75	14,06	7,04
40	6,25	3,13
Assiette	2,39	1,19

Le diamètre moyen calculé est:  $D_m = 1,07$  mm

Les résultats expérimentaux du tableau ci-dessus sont utilisés pour tracer la courbe de distribution des tailles dans la figure B.33 ci-dessous.



**Figure B.33.** Courbe de distribution des particules pour un diamètre de flux  $D_f = 8,5$  mm

## TECHNIQUES EXPERIMENTALES

### 3) Cas d'un diamètre de flux $D_f = 7 \text{ mm}$

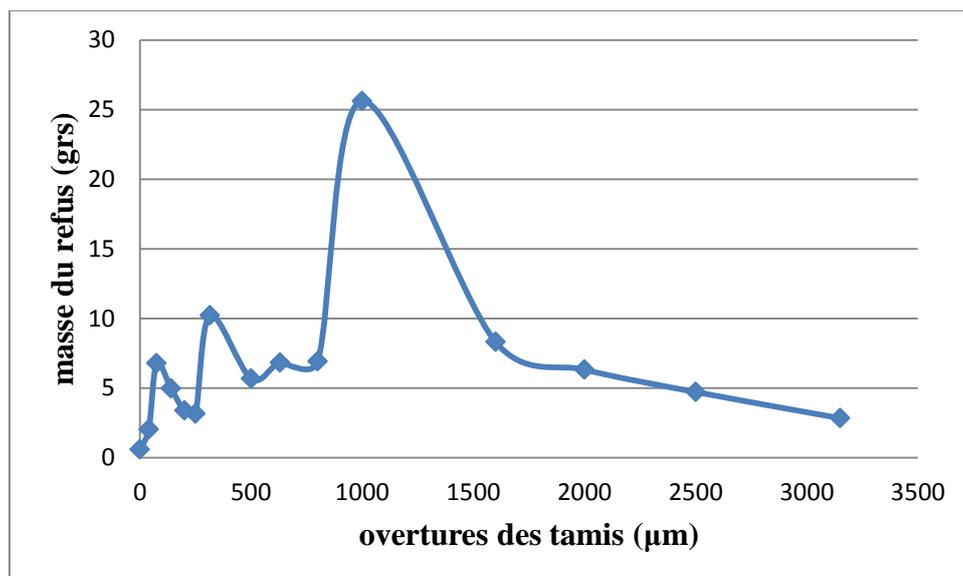
Les résultats expérimentaux de cette expérience sont listés dans le tableau B.19 ci-dessous

**Tableau B.19.** Résultats de tamisage pour un diamètre de flux  $D_f = 7 \text{ mm}$  ( $M=172 \text{ grs}$ )

Tamis ( $\mu\text{m}$ )	Masses des refus (grs)	Fractions relatives (%)
3150	4,91	2,84
2500	8,14	4,72
2000	10,92	6,33
1600	14,35	8,32
1000	44,17	25,61
800	11,93	6,92
630	11,77	6,82
500	9,80	5,68
315	17,67	10,21
250	5,43	3,15
200	5,84	3,38
140	8,57	4,97
75	11,68	6,77
40	3,53	2,04
Assiette	1,08	0,60

Le diamètre moyen calculé est:  $D_m = 1,06 \text{ mm}$

Comme auparavant on utilise les résultats de ce tableau pour tracer la courbe de distribution des tailles comme le montre la figure B.34 ci-dessous.



**Figure B.34.** Distributions de taille pour un diamètre de flux  $D_f = 7 \text{ mm}$

## TECHNIQUES EXPERIMENTALES

d.2.) Pour le nombre de cycle  $N_c = 10$  on utilise les conditions suivantes :

- Pression constante:  $P = 10$  bars
- Longueur du jet constante:  $L_j = 15$  cm
- $N_c = 10$  cycles

### 1) Cas d'un diamètre de flux $D_f = 10$ mm

Les résultats expérimentaux de ce test sont déjà donnés dans le tableau B.15 et la figure B.27

### 2) Cas d'un diamètre de flux $D_f = 8,5$ mm

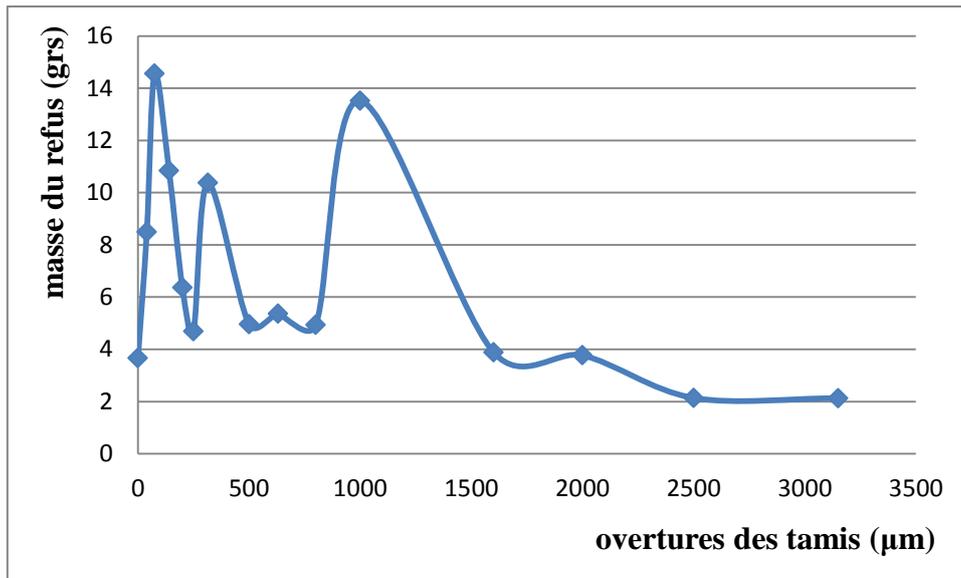
Les résultats expérimentaux pour ce test sont donnés dans le tableau B.20

**Tableau B.20.** Résultats de tamisage pour un diamètre de flux  $D_f = 8,5$  mm ( $M=214$  grs)

Tamis ( $\mu\text{m}$ )	Masse des refus (grs)	Fractions relatives (%)
3150	4,57	2,13
2500	6,11	2,14
2000	8,09	3,77
1600	8,34	3,89
1000	29,00	13,52
800	10,57	4,93
630	11,50	5,36
500	10,63	4,96
315	22,23	10,38
250	10,06	4,69
200	13,66	6,37
140	23,25	10,84
75	31,23	14,56
40	18,22	8,49
Assiette	7,86	3,66

Le diamètre moyen calculé est:  $D_m = 0,70$  mm

En utilisant les résultats expérimentaux de ce test, on trace la courbe de distribution des tailles comme le montre la figure B.35 ci-dessous



**Figure B.35.** Courbe de distribution de tailles pour un diamètre de flux  $D_f = 8,5$  mm

### 3) Cas d'un diamètre de flux $D_f = 7$ mm

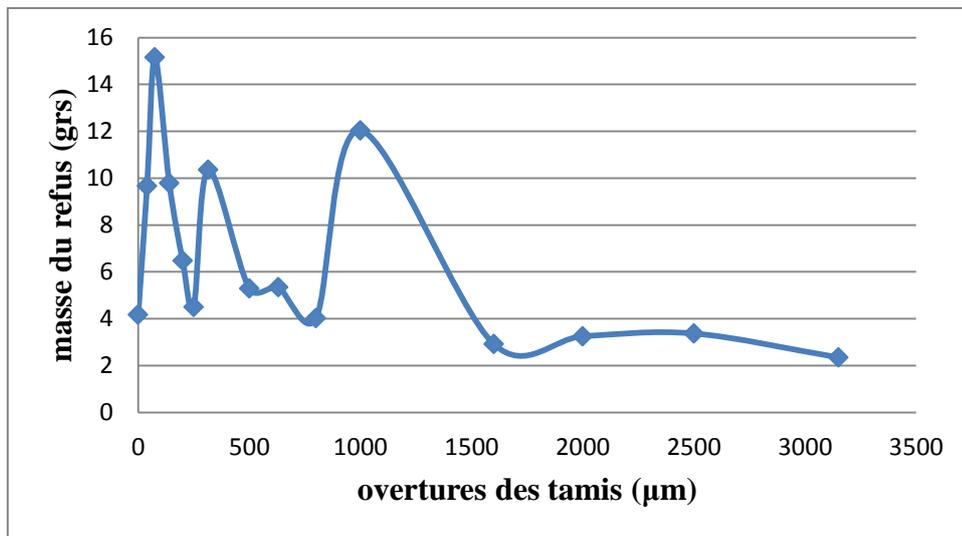
Les résultats expérimentaux de ce test sont groupés dans le tableau B.21 ci-dessous

**Tableau B.21.** Résultats de tamisage pour un diamètre de flux  $D_f = 7$  mm ( $M=140$  grs)

Tamis (μm)	Masses des refus (grs)	Fractions relatives (%)
3150	3,30	2,35
2500	4,73	3,37
2000	4,56	3,25
1600	4,11	2,92
1000	16,89	12,03
800	5,64	4,02
630	7,54	5,35
500	7,43	5,29
315	14,54	10,36
250	6,31	4,50
200	9,10	6,48
140	13,73	9,78
75	21,26	15,15
40	13,56	9,66
Assiette	5,86	4,17

Le diamètre moyen calculé est:  $D_m = 0,66$  mm

Les résultats du tableau ci-dessus sont utilisés pour tracer la courbe de distribution des tailles comme le montre la figure B.36 ci-dessous



**Figure B.36.** Distributions de taille pour un diamètre de flux  $D_f = 7$  mm

d.3.) Pour le nombre de cycle  $N_c = 14$  on utilise les conditions suivantes :

- Pression constante:  $P = 10$  bars
- Longueur du jet constante:  $L_j = 15$  cm
- $N_c = 14$  cycles

### 1) Cas d'un diamètre de flux $D_f = 10$ mm

Les résultats de ce test expérimental sont déjà donnés dans le tableau B.17 et la figure B.29 ci-dessus

### 2) Cas d'un diamètre de flux $D_f = 8,5$ mm

Les résultats expérimentaux de ce test sont donnés dans le tableau B.22 suivant:

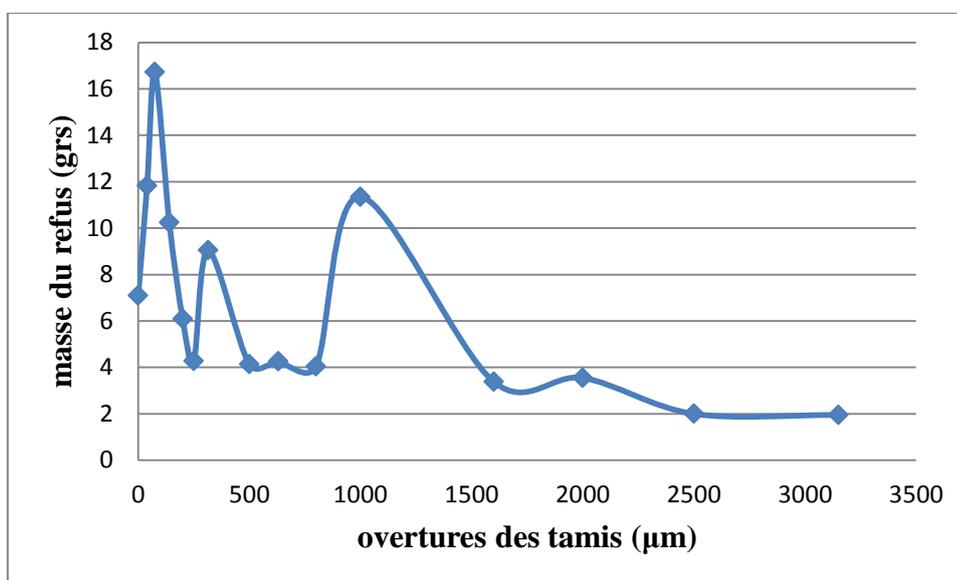
## TECHNIQUES EXPERIMENTALES

**Tableau B.22.** Résultats de tamisage pour un diamètre de flux  $D_f = 8,5$  mm ( $M=118$  grs)

Tamis ( $\mu\text{m}$ )	Masse de refus (grs)	Fractions relatives (%)
3150	2,30	1,95
2500	2,36	2,00
2000	4,19	3,55
1600	3,99	3,38
1000	13,35	11,35
800	4,70	4,04
630	5,02	4,26
500	4,88	4,14
315	10,65	9,04
250	5,038	4,27
200	7,18	6,09
140	12,07	10,24
75	19,71	16,72
40	13,93	11,82
Assiette	6,37	7,10

Le diamètre moyen calculé est:  $D_m = 0,60$  mm

Les résultats du tableau ci-dessus sont utilisés pour tracer la courbe de distribution des tailles comme le montre la figure B.37 suivante.



**Figure B.37.** Distributions de taille pour un diamètre de flux  $D_f = 8,5$  mm

### 3) Cas d'un diamètre de flux $D_f = 7 \text{ mm}$

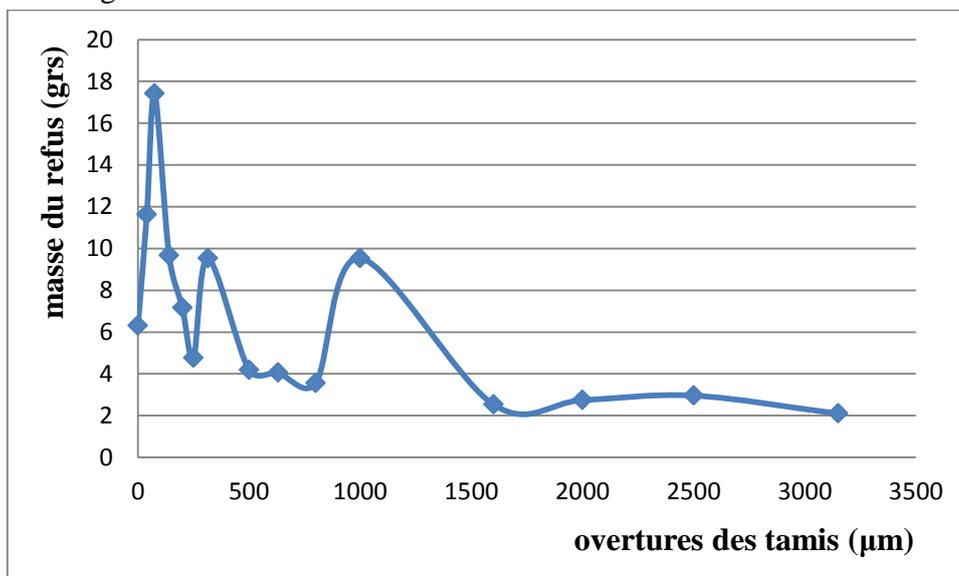
Les résultats de ce test expérimental sont donnés dans le tableau B.23 ci-dessous

**Tableau B.23.** Résultats de tamisage pour un diamètre de flux  $D_f = 7 \text{ mm}$  ( $M = 136 \text{ grs}$ )

Tamis ( $\mu\text{m}$ )	Masses des refus (grs)	Fractions relatives (%)
3150	2,85	2,10
2500	4,03	2,96
2000	3,73	2,74
1600	3,45	2,53
1000	12,97	9,53
800	4,84	3,56
630	5,52	4,06
500	5,70	4,19
315	12,94	9,53
250	6,48	4,76
200	9,75	7,17
140	13,15	9,67
75	23,69	17,41
40	15,81	11,62
Assiette	8,57	6,30

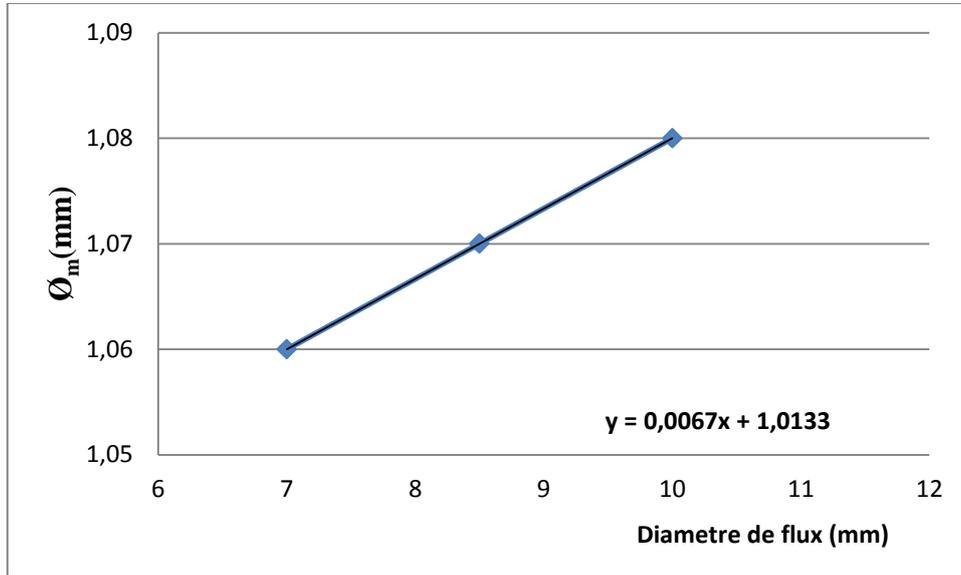
Le diamètre moyen calculé est:  $D_m = 0,57 \text{ mm}$

Les résultats de ce tableau sont utilisés pour tracer la courbe de distribution des tailles comme montré dans la figure B.38 ci-dessous

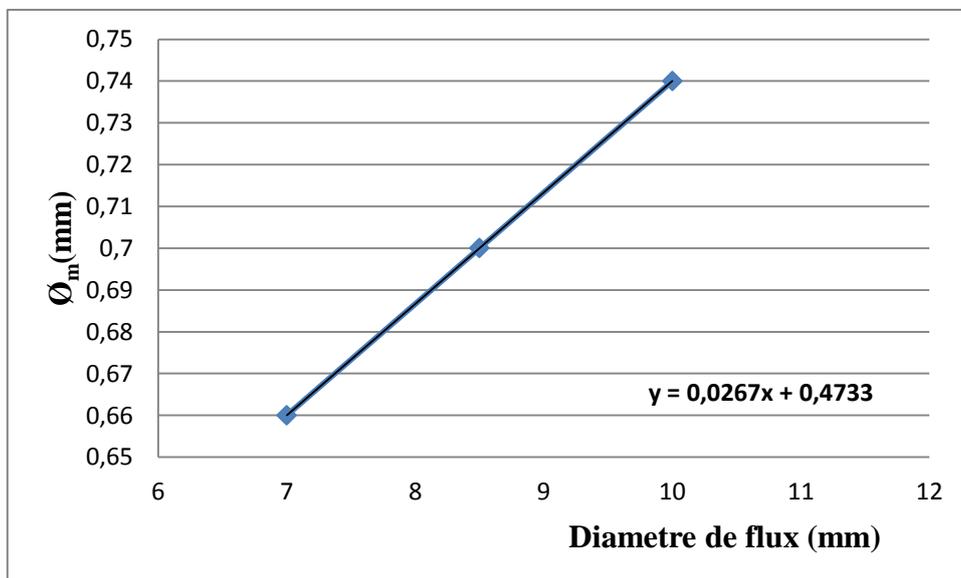


**Figure B.38.** Courbe de distribution de tailles pour un diamètre de flux  $D_f = 7 \text{ mm}$

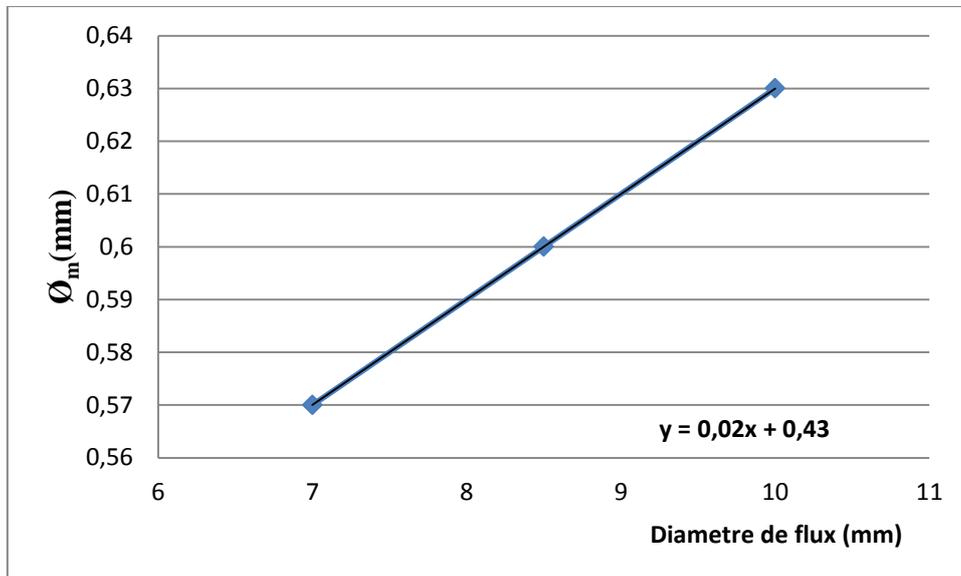
Finalemment tous les résultats expérimentaux pour les différents tests expérimentaux sont résumés dans les graphes et figures ci-dessous.



**Figure B.39.** Evolution de la taille des particules en fonction du diamètre du flux après 5 cycles de désintégration



**Figure B.40.** Evolution de la taille des particules en fonction du diamètre du flux après 10 cycles de désintégration



**Figure B.41.** Evolution de la taille des particules en fonction du diamètre du flux après 14 cycles de désintégration.

# **Partie C**

## **Discussion des résultats**

## I. Introduction

Dans ce projet de fin d'étude, on étudie l'influence des différents paramètres de désintégration du sable quartzeux par le procédé cold stream, sur les caractéristiques de la poudre produite. Ces paramètres sont: la longueur du jet froid, le nombre de cycle, le diamètre du flux d'alimentation et la nuance de la cible utilisée. L'objectif du travail est d'optimiser les facteurs qualité et quantité en minimisant les coûts de production.

Nous avons choisis les paramètres initiaux suivant la littérature scientifique du domaine et la disponibilité d'équipements du procédé. Les conditions du procédé cold stream utilisées sont :

- Pression de pulvérisation :  $P = 10$  bars.
- Le diamètre du flux d'alimentation :  $D_f = [7; 8.5 \text{ et } 10 \text{ mm}]$ .
- La longueur du jet froid  $L_j = [5, 10 \text{ et } 15 \text{ cm}]$ .
- La nature des cibles d'impact

## II. Analyse de l'effet des différents des variables de désintégration

### a) effet du nombre de cycle

L'étude de l'influence du nombre de cycle permet de juger l'efficacité de cette opération en comparant les tailles des particules désintégrées pour des différentes séries de cycles. Il faut noter que toutes les courbes montrant la distribution de taille des particules ont la même allure celle d'une courbe gaussienne qui diffère pour chaque série de cycle en fonction de la poudre obtenue.

Elles commencent par un point correspondant à un minimum, s'élèvent jusqu'à un pic correspondant à un maximum et redescendent vers un autre minimum, ensuite cette action se répète deux autres fois. La longueur des pics varie pour chaque série de cycle en fonction des particules désintégrées. Car pour un nombre de cycle égal à 5 on a une petite masse de refus des particules fines puis elle augmente en fonction du nombre de cycle, contrairement pour les pics qui correspondent aux refus des grandes particules qui diminuent quand le nombre de cycle augmente.

La figure B.15 illustre l'influence du nombre de cycle sur le diamètre moyen des particules de sable quartzeux pour une cible d'acier martensitique, On remarque alors, que le diamètre moyen diminue avec l'augmentation du nombre de cycle. Ceci s'explique par le fait que les particules de quartz ont besoin d'un certain nombre de cycles d'impact pour initier et propager des fissures qui mènent vers la désintégration totale.

### **b) Effet de la nature de la cible**

L'étude de l'influence de la nature de cible permet de juger l'efficacité de cette opération en comparant les tailles des particules désintégrées pour différentes séries de cycles. Il faut noter que toutes les courbes montrant la distribution de taille des particules ont la même allure, celle d'une courbe gaussienne qui diffère pour chaque série de cycle et pour chaque cible en fonction de la poudre obtenue.

Elles commencent par un point correspondant à un minimum, s'élèvent jusqu'à un pic correspondant à un maximum et redescendent vers un autre minimum. Ensuite, cette action se répète deux autres fois dans la courbe. La longueur des pics varie pour chaque cible et pour chaque série de cycle en fonction des particules désintégrées. Car pour un nombre de cycle égale à 5 par exemple, on a une petite masse de refus des particules fines puis elle augmente en fonction du nombre de cycle, contrairement pour les pics qui correspondent au refus des grandes particules qui eux diminuent quand le nombre de cycle augmente.

Cette différence est due aux nombres de cycles et aux caractéristiques de dureté de chaque cible qui influent sur l'intensité des chocs avec les grains de quartz. Notons que la cible d'acier martensitique a une meilleure résistance aux chocs et à l'abrasion. Les cibles de tôle d'acier (ferrito-perlitique) et céramique ont exhibé des résistances moindres à l'abrasion. Elles n'ont pas résisté à la déformation, l'érosion et même au perçage comme le montre les figures B.7 et B.8.

La figure B.22 illustre l'influence du nombre de cycle sur le diamètre moyen des particules du sable quartzéux pour chaque cible. On remarque alors que les courbes qui correspondent aux cibles martensitiques et céramiques sont presque identiques contrairement à la courbe de la cible en tôle métallique. Ceci s'explique par le fait que la cible de tôle d'acier (mince) n'oppose pas des réactions égales aux forces d'impact qu'elle reçoit de la part des particules de quartz. Au contraire, il paraît qu'elle joue plutôt un rôle d'amortissement des chocs, ce qui réduit la contrainte critique pour la formation et la propagation des fissures à l'intérieure des particules de quartz. D'où un diamètre moyen plus grand correspondant à cette cible pour un nombre donné de cycle. On a remarqué d'ailleurs que la cible de tôle métallique mince résonne plus que les autres cibles. Elle se gonfle sous l'action de l'impact du flux de sable et finit par se percer après un certain nombre de cycles de désintégration, ce qui a motivé la recherche et l'utilisation d'autres cibles de substitution.

### **c) Effet de la longueur du jet ( $L_j$ )**

L'étude de l'influence de la longueur du jet permet de juger l'efficacité de cette opération en comparant les tailles des particules désintégrées pour les différentes séries de cycles. Il faut noter que toutes les courbes montrant la distribution de taille des particules ont la même allure celle d'une courbe gaussienne qui diffère pour chaque série de cycle et pour chaque cible en fonction de la poudre obtenue.

## Discussion Des Résultats

---

Elles commencent par un point correspondant à un minimum, s'élèvent jusqu'à un pic correspondant à un maximum et redescendent vers un autre minimum. Ensuite, cette action se répète deux autres fois. La longueur des pics varie pour chaque longueur du jet et pour chaque série de cycle en fonction des particules désintégrées. Car pour un nombre de cycle égal à 5 on a une petite masse de refus des particules fines puis elle augmente en fonction du nombre de cycle. Contrairement pour les pics qui correspondent au refus des grandes particules qui eux diminuent quand le nombre de cycle augmente.

L'allure de ses courbes se ressemble pour chaque distance, mais avec des longueurs de pics différentes. Cela s'explique par le fait que pour la longueur du jet froid égale à 5 cm par exemple, il y'a trop d'encombrement et de frottement entre les particules, ce qui les empêchent de percuter la cible avec la force et l'accélération de départ qui leurs ont été transmises par l'air comprimé. Pour une longueur du jet froid égale à 15 cm, il paraît que les particules de quartz ont perdu une partie de leur quantité de mouvement du fait des frottements entre elles, avec l'air ambiant et de la gravité. Il est évident que ces phénomènes sont proportionnels à la distance parcourue. Cela provoque naturellement leur décélération et par conséquent la réduction de la force d'impact et donc l'augmentation de la taille constatée. En revanche, pour une longueur du jet froid égale à 10 cm les phénomènes cités ci-dessus sont minimisés et fortement atténués ce qui explique l'obtention du meilleur résultat à cette longueur du jet qui paraît idéale pour ce procédé.

Les figures B.30; B.31 et B.32 illustrent la l'évolution du diamètre moyen des particules du sable quartzeux pour chaque série de cycle en fonction de la longueur du jet froid. On constate que les trois courbes ont la même allure pour les trois séries de cycles et que le diamètre moyen du produit pulvérisé est toujours obtenu pour une longueur du jet froid égale à 10 cm et ce quelque soit le nombre de cycle reçus. Viennent ensuite dans l'ordre de finesse des particules, les longueurs de jets froids de 15 puis 5 cm respectivement. Ceci s'explique par le fait que la distance 10 cm minimise mieux les facteurs retardateurs d'impact avec la cible fixe.

### **d) Effet du diamètre d'alimentation**

L'étude de l'influence du diamètre d'alimentation du sable quartzeux permet de juger l'efficacité de cette opération en comparant les tailles des particules désintégrées pour différentes séries de cycles. Il faut noter que toutes les courbes montrant la distribution de taille des particules ont la même allure, celle d'une courbe gaussienne qui diffère pour chaque série de cycle pour chaque diamètre d'alimentation en fonction de la poudre obtenue.

Elles commencent par un point correspondant à un minimum, s'élèvent jusqu'à un pic correspondant à un maximum et redescendent vers un autre minimum. Ensuite, cette action se répète deux autres fois. La longueur des pics varie pour chaque diamètre d'alimentation et pour chaque série de cycle en fonction des particules désintégrées. Car pour un nombre de cycle égal à 5 par exemple, on a une petite masse de refus des particules fines, puis elle augmente en fonction du nombre de cycle. En revanche pour les pics qui correspondent au refus des grandes particules, cette masse diminue quand le nombre de cycle augmente.

## Discussion Des Résultats

---

L'allure de ses courbes se ressemble pour chaque diamètre d'alimentation mais avec des longueurs de pics différentes. Cela s'explique par le fait que pour un diamètre d'alimentation de 7 mm on a le meilleur résultat, car le débit de sable provoque un encombrement moindre en particules que pour les autres diamètres de 8,5 et 10mm.

Les figures B.39 ; B.40 et B.41 illustrent l'évolution du diamètre moyen des particules du sable quartzé désintégré pour chaque série de cycle en fonction du diamètre du flux d'alimentation en sable. On remarque que les trois courbes sont des droites inclinées avec des tangentes différentes. Il ressort de ces expériences, que le meilleur résultat est obtenu pour un diamètre d'alimentation de 7mm. Ce diamètre correspond certainement aux meilleurs conditions de libertés des particules durant leurs mouvements accélérées entre le gicleur et la cible. Les autres diamètres de jet ont un effet moindre sur la taille moyenne du sable désintégré.

### III. Analyse micrographique

L'influence de la nature des cibles ainsi que le nombre de cycle est visible dans les figures suivantes :

- Pour la cible en tôle d'acier



**Figure C.1.** Micrographie optique montrant la forme et la taille des particules obtenues après 5 cycles de désintégration : G = 16x



**Figure C.2.** Micrographie optique montrant la forme et la taille des particules obtenues après 10 cycles de désintégration :  $G = 16x$



**Figure C.3.** Micrographie optique montrant la forme et la taille des particules obtenues après 14 cycles de désintégration :  $G = 16x$

- **Pour la cible céramique**



**Figure C.4.** Micrographie optique montrant la forme et la taille des particules obtenues après 5 cycles de désintégration:  $G = 16x$



**Figure C.5.** Micrographie optique montrant la forme et la taille des particules obtenues après 10 cycles de désintégration:  $G = 16x$



**Figure C.6.** Micrographie optique montrant la forme et la taille des particules obtenues après 14 cycles de désintégration :  $G = 16x$

- **Pour la cible martensitique**



**Figure C.7.** Micrographie optique montrant la forme et la taille des particules obtenues après 5 cycles de désintégration :  $G = 20x$



**Figure C.8.** Micrographie optique montrant la forme et la taille des particules obtenues après 10 cycles de désintégration :  $G = 16x$



**Figure C.9.** Micrographie optique montrant la forme et la taille des particules obtenues après 14 cycles de désintégration :  $G = 16x$

Toutes les figures montrent des particules grossières de différentes nature de forme arrondie avec présence aux abords de fines particules de forme angulaire dues à l'écaillage des grandes particules provoqué par le phénomène de désintégration et d'attrition évoqué précédemment. Ces grosses particules contiennent des fissures qui vont certainement se propager et conduire inévitablement à la fracture créant ainsi de nouvelles particules.

### 1) Cas de la cible métallique en tôle d'acier

En analysant l'influence des cibles sur le comportement à la désintégration du sable quartzéux, on constate que la fraction de particules fines varie en fonction du nombre de cycles et de la nature des cibles utilisées. La plus petite fraction fine observée correspond à la cible métallique après 5 cycles de désintégration comme le montre la figure C.1. Cependant la fraction fine augmente avec le nombre de cycle comme le montre les figures C.2 et C.3. Ces

figures montrent avec clarté l'effet du nombre de cycle sur la formation et la propagation des fissures qui mènent aux ruptures catastrophiques dans les granules de quartz.

### **2) Cas d'une cible en céramique**

Etant plus dure que l'acier au carbone, l'effet de la cible en céramique est visible dès les premiers cycles de désintégration. Ainsi, en comparant la figure C.1 à la figure C.4 on constate clairement que la fraction fine de quartz est plus importante dans le cas d'une cible en céramique comparé à la cible métallique; bien que le nombre de cycles reçus est le même dans les deux cas. Ce résultat est une preuve que la cible de céramique oppose une force de réaction plus importante qu'une cible métallique. Ceci s'accompagne évidemment par une contrainte plus importante qui agit sur les particules de quartz causant leur désintégration. Avec l'augmentation du nombre de cycle la fraction de quartz désintégré augmente comme le montre les figures C.5 et C.6. Cette dernière figure (C.6) montre que presque toutes les particules de quartz de départ ont été désintégrées par comparaison à la cible métallique en tôle où il subsiste encore une fraction non désintégrée malgré 14 cycles subis comme le montre la figure.C3

### **3) Cas d'une cible d'acier martensitique**

En comparant les cibles martensitique et céramique on constate qu'il n'y a pas une grande différence en termes de fraction fine de quartz désintégré. Toutefois la fraction fine de quartz pour un nombre de cycle de 5 est légèrement plus importante dans le cas d'une cible de céramique comparée à la cible d'acier martensitique. Avec l'augmentation du nombre de cycle la fraction fine de quartz augmente presque dans les mêmes proportions avec un léger avantage pour la cible de céramique surtout vers des cycles plus importants (voire les figures C.6 et C.9).

**Conclusion**

**Générale**

## CONCLUSION GENERALE

---

Dans ce travail nous nous sommes intéressés à optimiser les paramètres du procédé cold stream pour la désintégration du sable quartzeux, et étudier l'influence de chaque paramètre sur les caractéristiques des poudres.

L'optimisation des paramètres de ce procédé s'est faite en utilisant la planification d'expériences. Cette méthodologie permet d'étudier les différents paramètres qui affectent le produit final sur une large gamme de valeurs tout en réduisant le nombre d'expériences requises afin d'atteindre l'objectif de l'étude.

L'analyse par tamisage, nous a permis de déterminer la distribution des tailles des particules du sable quartzeux ainsi que le diamètre moyen massique, comme fonction des différents paramètres du procédé cold stream.

A la lumière des résultats obtenus et la discussion précédente, on peut conclure que :

- ✓ la taille des particules du sable quartzeux pulvérisé est directement influencée par le nombre de cycle, de sorte que plus ce nombre de cycle augmente, plus fine est la taille moyenne de la poudre.
- ✓ La nature de la cible est un paramètre influant sur la taille moyenne des particules. Nous avons montré que la taille des particules dépend de la nature de la cible. Par comparaison, la poudre issue lors de l'utilisation de la cible martensitique ou céramique, est d'avantage plus fine que celle issue lors de l'utilisation de la cible en tôle d'acier (métallique).
- ✓ La taille moyenne des particules du sable quartzeux désintégrées est fortement influencée par la longueur du jet froid. Le meilleur résultat est obtenu pour une longueur  $L_j = 10$  cm.
- ✓ Le diamètre d'alimentation du sable est un paramètre influant sur la taille moyenne des particules, plus on diminue le diamètre d'alimentation plus la désintégration du sable s'améliore et la taille moyenne des particules diminue. Le meilleur résultat est obtenu pour un diamètre d'alimentation égal à 7mm.
- ✓ Finalement, on conclue que pour avoir un meilleur rendement du procédé cold stream, pour la désintégration du sable quartzeux, on doit avoir un nombre de cycle suffisant (>14 cycles), une cible martensitique ou céramique, une longueur du jet froid  $L_j = 10$  cm et un diamètre d'alimentation en sable de 7mm.

## PERSPECTIVES

---

Pour compléter le présent travail et dans le but de mieux comprendre ce qu'est le procédé cold stream, il reste à étudier l'influence de la pression et le diamètre du mélangeur du sable avec l'air. Il faut également choisir une cible convenable pour éviter la contamination du sable, en utilisant une cible en silice par exemple, purifier le sable quartzueux de départ en le débarrassant de toutes les particules non siliceuses ainsi que les autres impuretés non minérales.

Les paramètres cités ci-dessus sont d'une importance capitale, car en combinaison avec les autres paramètres du procédé, ils forment un système optimal. Le procédé cold stream peut être parmi les moyens de production de poudre les moins coûteux et les plus pratiques à une échelle industrielle lors de l'élaboration du sable quartzueux destiné à l'industrie de fabrication des cellules photovoltaïques.

**Références**

**Bibliographiques**

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

- [1] D.Bouvard, « Métallurgie des poudres », Edition Hermes Science, Paris, 2002.
- [2] G. Cizeron, « La Revue de Métallurgie CIT », Science et Génie des Matériaux, Mai 1994 .
- [3] H.G, Domazer, « New milling process for fine grinding of powder alloys in a gaz-tight attrition mill », Powder Metall. Int, Vol 10 N°3, 1978, p 150.
- [4] R.Meyer « Poudres Métalliques, Techniques de l'ingénieur », Fasc. M862, 2003.
- [5] G. Y. Chin, « Advances in Powder Technology», American Society for metals, (1981).
- [6] M. Senna, H. Kuno, «Polymorphic Transformation of PbO by Isothermal Wet Ball-Milling», J. Am. Ceram. Soc, Vol 54 (No.5), (May 1971).
- [7] C.Chaussin; G.Helly, « Elaboration des métaux », Ed dunod, Tome 2, 1984.
- [8] A.J.Yule, J.J.John, « Atomization of Metals for Powder Production and Spray Deposition », Oxford University Press, 1994.
- [9] R. Kieffer W. Hotop, « Fer et Acier Frittés », Ed dunod, 1959.
- [10] A.Kasser « Cours de Métallurgie Des Poudres » ENP 2006.
- [11] R.M.Germain, « Powder Metallurgy Sciences », Ed dunod, 1994.
- [12] M. Natouri « optimisation des paramètres d'atomisation des alliages métalliques » EMP , 2009.
- [13] F. V. Lenel. Powder Metallurgy: Principales and Applications. Princeton, P. 68-72, (1980).
- [14] F.V. Lenel, Powder Metallurgy: Principales and Applications, Princeton, p. 63, (1980).
- [15] F.V. Lenel, Powder Metallurgy: Principales and Applications, Princeton, p. 61, (1980).
- [16] Nasri Hichem Mémoire de fin d'étude 2007 « Décapage chimique d'une poudre de bronze »
- [17] A.J. Neupaver, J.C. Witsberger. Sampling of metal powders. Metals Hand Book. Vol.7, (1984).

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

- [18] Abdelkader Benyoub “ Le sable siliceux en Algérie ”  
Portail Algérien des ENERGIES RENOUVLABLES (Année 2011).
- [19] F. Dubrous, J. C. Angl  zio, “Structure and behaviour of metallurgical silicon” ;  
Electric furnace conference proceedings, 1990 p.241.
- [20] A. Schei, J. Kr.Tuset, H. Tveit, “Production of high silicon alloys” ; Tapir, 1998.
- [21] S. Pizzini, M. Acciarri, S. Binetti, ” From electronic grade to solar grade silicon:  
Chances and challenges in photovoltaics”, Phys. Stat. Sol. (A) 202, No. 15 ; 2005 p.2928.
- [22] A. I. Nepomnyaschikh, A. V. Zolotaiko, B. A. Krasin, I. A. Eliseev, “Direct Production of  
Multicrystalline Solar Silicon from High Purity Metallurgical Silicon”, Silicon for the  
Chemical Industry VI, Loen, Norway, 2002.
- [23] A. Luque et S. Hegedus ; “Handbook of Photovoltaic Science and Engineering” ; John  
Wiley & Sons Ltd, 2003.
- [24] M. Beaudhuin «   tude exp  rimentale et num  rique de la pr  cipitation d’impuret  s et de la  
formation des grains dans le silicium photovolta  que » ; th  se de doctorat ; Institut  
polytechnique de Grenoble ; d  cembre 2009.
- [25] B. Bland, G. Barbottin, Defects in silica films, their nature, their properties tire de instabilities  
in silicon devices , G. Barbottin et A. Vapaille, vol.1, p.104-149, Elsevier editions (1986).
- [26] R.L. Mozzi, B.E. Wren, the structure of vitreous silica , J. Appl. Cryst., vol.2, p.164, (1969).
- [27] Wenden H.E. Ionic diffusion and the properties of quartz, I. The direct resistivity,  
American Mineralogist, vol. 42, p. 859-888, (1957).
- [28] Verhoogen J. ionic diffusion and electrical conductivity in quartz, American  
Mineralogist, vol. 37, p. 637-655, (1952).
- [29] R. Williams. phys. Rev. A, Vol.56 (9), p.140, (1965).
- [30] Z.A. Weinberg, W.C. Jonson , M.A. Lampert, D  termination of the sign of the carrier  
transported across SiO<sub>2</sub> films on Si, Appl. phys. Lett., Vol.25(1), p.42.43, (1974).
- [31] Nye J.F. Propri  t  s physiques des cristaux, leur repr  sentation par des tenseurs et des  
matrices, Dunod, Paris, p344 , (1961).
- [32] Deer W.A., Howie R.A., Zussman J. Rock-forming minerals, vol. 4: framework silicates,  
London, p 435 , (1967).

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

- [33] Guillot R. Etudes des corrélations entre propriétés structurales et physiques dans la famille de matériaux piézoélectriques type quartz par diffraction de rayons X, Thèse, Université H. Poincaré, Nancy I, p250 , (2002).
- [34] Usnarski G. Caractères et conditions de gisement de deux quartz industriels. Clermont, Université de Clermont: p149 , (1974).
- [35] Heynke U., Leeder O., Schultz H. On distinguishing quartz of hydrothermal or metamorphogenic origin in different monomineralic veins in the eastern part of Germany, Mineralogy and petrology, n\_46, p. 315-329, (1992).
- [36] Götze J., Zimmerle W. Quartz and silica as guide to provenance in sediments and sedimentary rocks, Contribution to sedimentary geology, vol. 21, Stuttgart: Schweizerbart, p 91 , (2000).
- [37] Wunsch K. Zur Mineralassoziation und Spurenelementgeochemie metamorphogener Quarzkörper im Süddeil der DDR, Z. Ang. Geol., n\_36, p 54-59, (1990).
- [38] C. Legrand-buscema, c. Malibert and s. Bach, thin solid films, 418,79-84, (2002).