

4/01
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche scientifique

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
Ecole Nationale Polytechnique

Département de Métallurgie
PROJET DE FIN D'ETUDES

THEME

OPTIMISATION DES VARIABLES DE
BROYAGE MECANIQUE DES COPEAUX
DE BRONZE

Proposé et dirigé par :
Dr A. KASSER

Étudié par :
A. REZOUALI

PROMOTION 2001
10, Avenue Pasteur, BP 182 El-Harrach ALGER -ALGERIE

Dédicaces

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

A la mémoire de ma regrettée mère ;

A mon père ;

A mes sœurs et frères ;

A tous les membres de ma famille ;

A tous mes amis ;

A tous les gens qui m'ont aidé et soutenu de près ou de loin pour

l'accomplissement de ce travail ;

Je dédie ce modeste travail

Remerciements



Je tiens à remercier en premier lieu mon promoteur M^r Kasser qui m'a beaucoup aidé dans la réalisation de ce travail. Je remercie également les membres du jury qui ont accepté d'évaluer ce travail, ainsi que tous les enseignants du département de métallurgie de l'école nationale polytechnique, que M^r Saada de département de génie minier trouve ici mes vifs remerciements pour son aide précieuse.

Je ne peut oublier tous les gens qui ont participé de près ou de loin à la réalisation de mon projet.

Résumé :

Le présent travail consiste à étudier le broyage mécanique des copeaux de bronze et à montrer l'influence de trois paramètres, à savoir la masse broyée, l'environnement de broyage et la vitesse de la chambre de broyage, sur la taille et la morphologie des particules de poudres.

Abstract :

This work consists to study the mechanical milling of bronze turnings and to show the influence of three parameters, which are ground mass, milling environment and speed of mill chamber, on powder particles size and morphology.

ملخص :

هذا العمل يهدف لدراسة عملية إنتاج المساحيق انطلاقا من قطع البرونز ويبين تأثير ثلاثة عوامل أساسية المتمثلة في الكتلة المسحوقة، وسط السحق وسرعة دوران غرفة السحق، على مقاييس الجزيئات وشكلها

الخارجي.

Mots clés

Méthodes d'élaboration des poudres métalliques

Broyage

Poudre de bronze

Copeaux de bronze

Masse broyée

Environnement de broyage

Vitesse de broyage

Sommaire



PARTIE I : PARTIE THEORIQUE

Introduction générale 1

Chapitre I : Méthodes d'élaboration des poudres métalliques

I.1 introduction.....	3
I.2 procédés mécaniques.....	3
I.2.1 procédé macromesh.....	3
I.2.2 procédé cold-stream.....	4
I.3 procédé chimique.....	4
I.3.1 réduction des oxydes.....	4
I.3.2 décomposition des métaux carbonyles.....	5
I.4 procédé électrolytique.....	5
I.5 procédé physique.....	6
I.5.1 atomisation.....	6
I.5.2 procédé DPG.....	6
I.5.3 pulvérisation sous vide.....	7
I.5.4 électrode tournante.....	8

Chapitre II : Broyage

II.1 introduction.....	10
II.2 principes de broyage.....	11
II.2.1 la fracture fragile.....	16
II.2.2 broyage ultrafin des matériaux durs et fragiles.....	18
II.2.3 le broyage des particules individuelles.....	19

II.3 les paramètres de broyage et les caractéristiques des poudres.....	21
II.3.1 la relation de l' énergie.....	26
II.3.2 les processus de broyage.....	26
II.3.2.1 microforgeage.....	28
II.3.2.2 fracture.....	28
II.3.2.3 agglomération.....	28
II.3.3 mécanisme de broyage	28
II.3.4 dispersion des films d'oxydes des particules dures et des débris d'usures.....	32
II.3.5 environnement de broyage.....	33
II.4 les équipements de broyages.....	36
II.4.1 broyeur à boulets Tumbler.....	36
II.4.2 les paramètres de la charge d'un broyeur à boulets.....	37
II.4.3 les broyeurs à vibration de boulets.....	38
II.4.3.1 les broyeurs à tube vibratoire.....	38
II.4.3.2 le broyeur à vibration Sweco.....	40
II.4.4 les broyeurs à attrition	41
II.4.4.1 le mécanisme de broyeur à attrition.....	42
II.4.5 le processus d'impact cold-stream.....	43
II.4.6 le broyage de haute énergie.....	44
II.4.7 les broyeurs de Hammer et Rod.....	46

Chapitre III : Production des poudres de cuivre et ses alliages

III.1 Introduction.....	47
III.2 Les laitons.....	48
III.3 Les bronzes.....	50
III.4 Les argents aux Nickel.....	50

PARTIE II : PARTIE EXPERIMENTALE



Chapitre IV : Description des expériences

IV.1 Introduction.....	52
IV.2 Déroulement des expériences	52
IV.3 Description des opérations.....	52
IV.3.1 Fabrication des copeaux.....	52
IV.3.2 Caractérisation des copeaux.....	53
IV.3.3 Description de l'opération de broyage.....	53
IV.3.4 Description de la balance électronique.....	55
IV.3.5 Description des tamis.....	55
IV.3.6 Description de vibreur de tamis.....	55
IV.3.7 Décapage des surfaces des particules.....	56

Chapitre V : Présentation des résultats et interprétation

V.1 Présentation des résultats.....	57
V.1.1 Caractérisation des copeaux initiaux.....	57
V.1.2 Résultats de l'opération de broyage.....	58
V.1.2.1 Etude de l'influence de la masse broyée et de l'environnement de broyage sur la taille moyenne de la poudre.....	59
V.1.2.2 Etude de l'influence de la vitesse de broyage.....	68
V.1.3 Influence des paramètres de broyage.....	76
V.2 Interprétation des résultats.....	79
V.2.1 Influence de la masse broyée	79
V.2.2 Influence de l'environnement de broyage.....	80
V.2.3 Influence de la vitesse de rotation de chambre de broyage.....	80

Conclusion générale	83
----------------------------------	-----------

Introduction générale

La métallurgie des poudres est l'une des branches les plus importantes de la métallurgie. Elle consiste à produire des pièces à partir des poudres de métaux directement sans passer par les étapes des processus conventionnels de la métallurgie (fusion, coulée, ...). Ce qui permet de minimiser et le coût de revient des pièces, et le temps requis pour leur fabrication (par la réduction des étapes de production).

Essentiellement la métallurgie des poudres contient deux grands domaines. Le premier est celui qui s'intéresse aux techniques et procédures de fabrication des poudres. Et le second est celui qui concerne les techniques de mise en forme et le frittage des produits.

Différentes techniques ont été mises en œuvre et développées pour la production des poudres métalliques dont on peut citer :

- Les procédés chimiques basés sur la précipitation du métal à partir des solutions du sulfates (FeSO_4 , CuSO_4 , ...) ou par précipitation en solution ammoniacale d'Hydroxyde, lesquels par calcination à l'air, sont convertis en oxyde anhydres (ZrO , Al_2O_3)
- Les procédés électrolytiques relevant de l'électrolyse des solutions aqueuses. Convenant particulièrement aux métaux purs tels que Cu, Ag, Fe, Zn
- Les procédés physiques ou couramment appelés atomisation, se base sur la désintégration d'un métal liquide à l'aide d'un jet d'eau et de gaz (air, gaz rare, azote) sous haute pression. Cette désintégration permet de produire des poudres dont la taille des particules varie de 1 à 500 μm , avec une forme quasi sphérique.
- La méthode mécanique qui se base essentiellement sur la désintégration par choc et abrasion, en utilisant des broyeurs (à mâchoires, à marteaux, à boulets, ...). Cette méthode est appliquée souvent dans les cas où les matériaux à réduire en poudre sont durs et fragiles comme le Mn, Sb, Bi, Fe-Al, ... ou aussi dans le cas des matériaux ductiles fragilisés au préalable par une diffusion d'Hydrogène, comme elle peut être appliquée dans les cas des matériaux pré-alliés fragiles (Fe-Si, Fe-Cr, ...)

Notre étude porte justement sur cette dernière méthode. En particulier sur l'étude de l'influence de certains paramètres de broyage (Masse broyée, environnement de broyage et la vitesse de broyage) sur la taille et la forme des particules de la poudre produite.

Ce travail comporte deux parties, une partie théorique où on a exposé en chapitre I les différentes méthodes utilisées pour la production des poudres métalliques, le chapitre II est

Ce travail comporte deux parties, une partie théorique où on a exposé en chapitre I les différentes méthodes utilisées pour la production des poudres métalliques, le chapitre II est consacré à la théorie et mécanismes de broyage, quant au chapitre III, il nous donne un aperçu sur le cuivre et ses alliages.

La partie expérimentale de ce travail comporte quant à elle un chapitre qui nous fait une description des manipulations menées au laboratoire. Un chapitre où on présentera les résultats obtenus et leurs interprétations. Pour conclure enfin notre travail par une conclusion générale.

I.1 Introduction

La production des poudres métalliques est une étape très importante dans le processus de fabrication des pièces par la métallurgie des poudres,

Car les propriétés des produits frittés, et le choix du procédé avec lequel on accomplit la mise en forme, dépendent essentiellement des caractéristiques de la poudre utilisée.

Les caractéristiques de la poudre telles que la morphologie, et la taille moyenne dépendent dans la plupart des cas de son procédé d'élaboration.

Il existe un nombre important de procédés d'élaboration des poudres qui peuvent être classés en quatre grandes familles :

- Procédés chimiques.
- Procédés électrolytiques.
- Procédés physiques.
- Procédés mécaniques.

I.2 Procédés mécaniques

Les procédés mécaniques regroupent les techniques basées sur le broyage des métaux fragiles tels que Mn et Cr, et aussi sur le broyage des matériaux ductiles après les avoir rendus fragiles (Fe-Si, Fe-Cr, Fe -Al).

Pour cela plusieurs types de machines peuvent être utilisés :

Broyeur 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 cylindre sont surtout très utilisés pour le broyage grossier. Le broyage fin suit généralement le concassage préliminaire car celui-ci ne donne que rarement une poudre immédiatement utilisable [1]

Parmi les techniques de broyage les plus intéressantes, on peut citer :

I.2.1 Le procédé MACRO-MESH

Ce procédé est destiné au broyage des copeaux d'usinage d'aciers ou de fonte malléable dans des broyeurs à marteaux, ce qui permet d'obtenir des poudres d'aciers assez grossières (0.7 mm) pouvant servir à la fabrication des pièces de grandes dimensions.

I.2.2 Le procédé COLD-STREAM

Ce procédé est basé sur la projection d'un flux de particules à la vitesse de son sur une cible fixe provoquant une désintégration en de plus fines particules.[2]

Ce procédé est utilisé surtout pour l'affinement de la taille des particules jusqu'à environs 2 à 10 μm . [2]

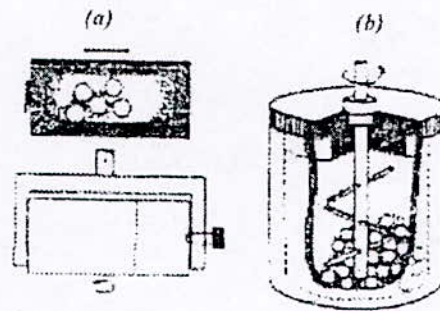


Figure I.1 : exemple de broyeur.[2]

(a) Broyeur vibrant ($300 < V < 900$)

(b) Broyeur à attrition ($100 < V < 300$)

I.3 Procédés chimiques

I.3.1 Réduction des oxydes

Ce procédé est basé sur la réduction des oxydes métallique (W,Cu,Fe,Co) par des agents réducteurs à une température inférieure à la température de fusion de métal. On peut utiliser comme agent réducteur soit le coke sous forme de poudre, soit un gaz réducteur tels que le H_2 , ou le CO.

Le procédé HOGANAS, le plus important des procédés basés sur la réduction par le charbone , consiste à réduire un minerai de fer enrichi et purifié au préalable par du charbone dans un creuset chauffé vers 1200°C, en présence de Ca CO_3 . L'éponge de fer obtenue est ensuite broyée et purifiée par triage magnétique puis recuite pour donner une poudre de taille allant de 10 à 150 μm . Cette poudre se caractérise par une grande porosité à cause de l'échappement des gaz (CO), et par une forme irrégulière de ses particules à cause de la déformation par broyage ce qui les rend très compressibles'. [3]

I.3.2 Décomposition des métaux carbonyles

Ce procédé est utilisé pour la fabrication de la poudre de fer et de Nickel par décomposition de leurs carbonyles.

La formation de ces carbonyles à bas point d'ébullition (103°C pour $\text{Fe}(\text{CO})_5$, et 43°C pour $\text{Ni}(\text{CO})_4$) a lieu en faisant passer de l'oxyde de carbone sous une pression de 200 bars à une température allant de $200\text{-}250^{\circ}\text{C}$ sur le métal spongieux. La décomposition thermique des carbonyles se fait à des température comprise entre 200 et 300°C à la pression atmosphérique, ce qui permet d'obtenir une poudre pur (99.5%), de forme sphérique dont la taille varie de 1 à $50\mu\text{m}$. [1]

I.4 Procédé électrolytique

L'électrodéposition des métaux à partir de solution aqueuse permet la production de plusieurs poudres métalliques (Fe, Cu, Pb, Sn, Cr, Mn), il existe deux méthodes pour l'électrodéposition :

- Déposition directe d'une poudre de faible adhérence donnant un dépôt spongieux facile à réduire en poudre fine par broyage.
- Déposition d'un amas dense ou couche fragile de métal qui peut être réduit en poudre par broyage.

Le dépôt électrolytique obtenu dépend des conditions d'électrolyse (composition chimique et concentration de l'électrolyte, température de bain, agitation de l'électrolyte, densité de courant) ; des substances colloïdales qui servent de germes pour la précipitation plus rapide des cristallites sont fréquemment ajoutées au bain. [1]

Les poudres électrolytiques se présentent souvent sous forme de grains à structure dendritique, leur densité apparente est faible, leur facteur d'écoulement assez médiocre, elles s'agglomèrent facilement par imbrication de leur rameaux dendritiques.

Le plus souvent, ces poudres sont broyées, recuites à moyenne température et tamisées pour donner la granulométrie désirée, en même temps, pour les rendre plus denses et plus plastiques, donc plus compressibles [4]

I.5 Procédés physiques

I.5.1 Atomisation

Dans ce procédé, le métal liquide contenu dans une poche réfractaire, s'écoule sous forme d'un jet métallique de plusieurs millimètres de diamètre est désintégré à l'aide d'un fluide atomiseur sortant d'une buse annulaire sous une haute pression.

La poudre métallique est ainsi récoltée au fond de la chambre d'atomisation. La taille et la forme de la poudre ainsi que sa structure dépendent de la nature du fluide utilisé, des paramètres d'atomisation et du métal atomisé. [4]

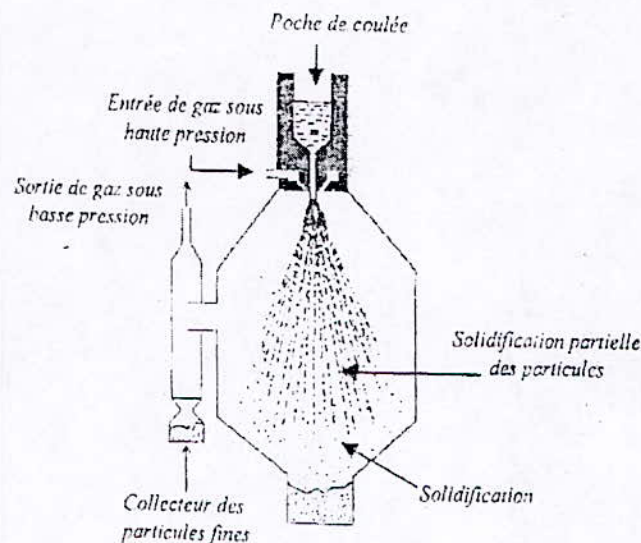


Figure I.2 : Vue schématique d'un atomiseur.[4]

I.5.2 Procédé D.P.G

Le métal liquide est pulvérisé mécaniquement à la sortie d'un orifice étroit. Le métal liquide subit une première fragmentation en traversant une nappe d'eau qui se présente sous la forme d'un double cône de révolution. Les gouttes obtenues sont ensuite pulvérisées par choc sur des couteaux portés par un disque tournant à environ 3000tr/mn.[3]

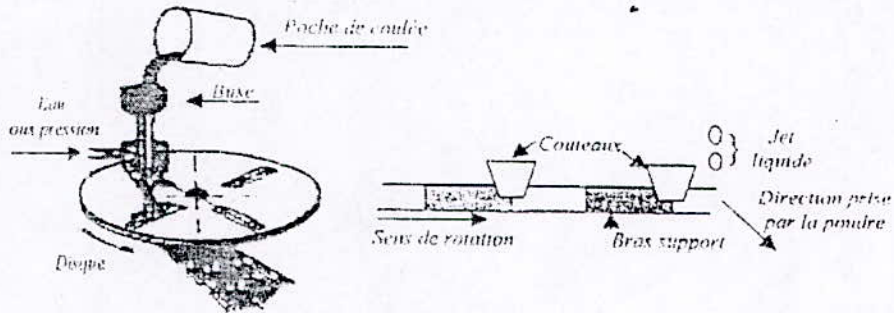


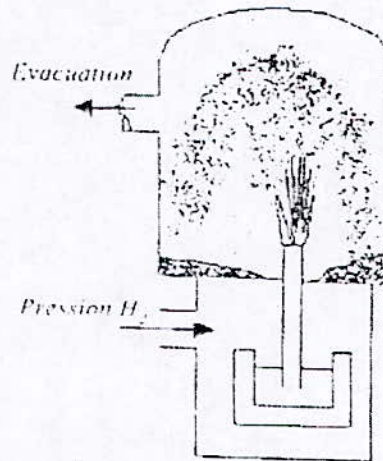
Figure I.3 : Schéma d'un pulvérisateur mécanique (procédé D.P.G). [4]

I.5.3 Pulvérisation sous vide

Cette technique permet de produire une multitude de poudres métalliques à base de (Ni, Cu, Co, Fe, Al).

Le métal à pulvériser est fondu dans une chambre moyennant un four à induction, ce métal est ensuite mis sous une surpression d'Hydrogène qui se dessous en grande quantité dans le bain métallique.

Cette première chambre est reliée à une chambre supérieure maintenue sous vide à l'aide d'un tube en céramique qui plonge au fond du métal liquide. En communiquant les deux chambres à l'aide d'une vanne, le métal liquide afflue en s'explorant dans la chambre supérieure sous forme de gouttelettes fines, désintégrées par l'Hydrogène quittant le métal. Les poudres produites par ce procédé sont, généralement, sphériques et d'une grande pureté. [5]



FigureI.4 : vue schématique d'un atomiseur à explosion sous vide [4]

I.5.4 Electrode tournante

Cette méthode consiste à faire tourner une barre métallique de forme cylindrique (électrode) au tour de son axe longitudinal à une vitesse de 200tr/mn.[2]

Selon la technique choisie, cette électrode est fondue, à son bout, soit par arc à plasma (procédé PREP), soit par arc électrique (procédé REP), ou par bombardement électronique. Le métal liquide est ainsi projeté sous forme de gouttes fines par l'effet de la force centrifuge, puis elles sont collectées dans une chambre dont l'atmosphère est contrôlée.

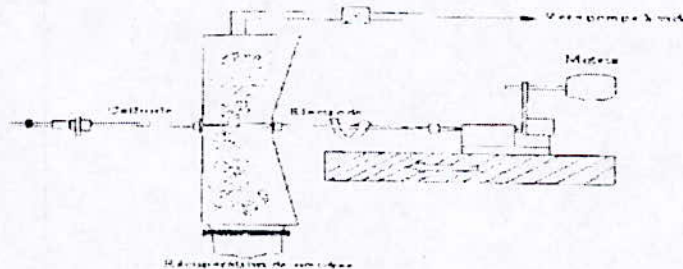


Figure I.5: pulvérisateur à électrode tournante. [5]

La poudre obtenue par ce procédé est généralement sphérique avec une surface lisse, et ne présente pas de défaut de surface, ni de porosité.[5] La taille des particules est donnée par l'équation suivante :

$$d = \frac{3,464}{W} \left[\frac{\gamma}{\rho \cdot D} \right]^{1/2}$$

Où :

- d : diamètre de particule.
- w : vitesse de rotation (rd/s).
- D : diamètre de l'électrode.
- γ : tension superficielle.
- ρ : densité du métal.

Chapitre II : Broyage

II.I Introduction

Le broyage des matériaux qu'ils soient durs et fragiles ou ductiles est d'un grand intérêt, du point de vue technique et économique pour l'industrie de la métallurgie des poudres.

La pulvérisation mécanique est la méthode la plus utilisée pour la fabrication des poudres à partir des métaux durs, et des oxydes. Le broyage des gâteaux spongieux, ou d'une poudre électrolytique ou atomisée est le plus commun des processus de broyage. Pour ce type de broyage on utilise les broyeurs de Hummer et Rode. La pulvérisation mécanique est restreinte aux métaux relativement durs et fragiles (fer électrolytique, ou bismuth), les métaux réactifs comme le béryllium et les hydrures des métaux, les métaux ductiles utilisés pour la production des flocons métalliques, et les matériaux chimiquement fragilisés.

L'intérêt des poudres métalliques aux particules plus fines que celles produites par atomisation, a réactivé l'intérêt de broyage, particulièrement pour le broyage de haute énergie, et pour allier des métaux à l'état solide. Toutefois le broyage des poudres des métaux n'a reçu qu'un minimum d'attention, et les recherches menées dans le broyage à boulets des métaux sont restreintes à des applications dans la métallurgie des poudres. Les objectifs du broyage incluent :

- La réduction de la taille des particules. (pulvérisation ou broyage).
- Augmentation de la taille des particules.
- Changement de forme des particules (écaillage).
- Agglomération à l'état solide (alliage mécanique).
- Mélange à l'état solide (alliage incomplet).
- Modification et changement des propriétés des matériaux (densité, coulabilité, ou travail de durcissement).
- Mélange de deux ou plusieurs matériaux ou phases mixées.

Dans la plupart des cas l'objectif de broyage est la réduction de la taille des particules.

L'opération de broyage fracture, déforme, ou soude à froid les particules. Aussi le broyage peut produire des transformations polymorphiques [6] comme c'est le cas pour les oxydes de plomb, et les aciers inoxydables [7]. L'effet spécifique qu'à le broyage sur la poudre dépend des propriétés physiques et chimiques de la poudre, l'environnement (liquide, gaz ou vide) dans lequel les opérations sont effectuées, et les conditions de broyage. Le choix de processus du broyage est basé sur les résultats désirés de l'opération de broyage, le comportement de la poudre dans les conditions de broyage (si elles sont

connues), les caractéristiques de la poudre, et les propriétés physiques et mécaniques du matériau.

Durant, le broyage quatre types d'effort agissent sur le matériau : percussion, attrition, cisaillement, et compression. La percussion est l'écrasement instantané d'un objet par un autre. Les deux objets peuvent être en mouvement ou un stationnaire. L'Attrition est la production des débris d'usure ou de particules par l'action de frottement de deux corps. Ce type d'effort de broyage est préférentiel dans le cas de broyage des matériaux friables, et qui montre une abrasivité minimale. Le cisaillement contribue à fracturer par cassure Les particules en des pièces individuelles avec un minimum de finesses. La compression est l'application lente des forces de compression sur un corps. Ce type d'effort est souvent associé aux mâchoires du broyeur et au concassage de grands agglomérés de matériaux durs. La perfection et la conception des processus a été principalement basées sur des données empirique et semis empiriques. Des progrès ont été fait grâce à la compréhension de la nature de la fracture fragile de matériaux relativement homogènes, comme les verres.

La fracture qui se produit dans les matériaux durs, et fragiles, s'accompagne d'une déformation minime des particules et de peu d'agglomération par soudage. La déformation des particules résulte de l'action de pulvériser ou de mélanger des matériaux particuliers. Déformation, soudure à froid et fracture agissent à différents degrés sur les matériaux, qu'ils soient durs ou ductiles.

II. 2 Principes du broyage

Le processus de percussion est montré dans la figure II.1, le modèle représente le moment de collision, durant lequel les particules sont prises entre deux boulets en collision, à l'intérieur d'un espace occupé par un nuage dense ou une masse de particules de poudre. Ce phénomène est typique aux opérations de broyage sec et humide.

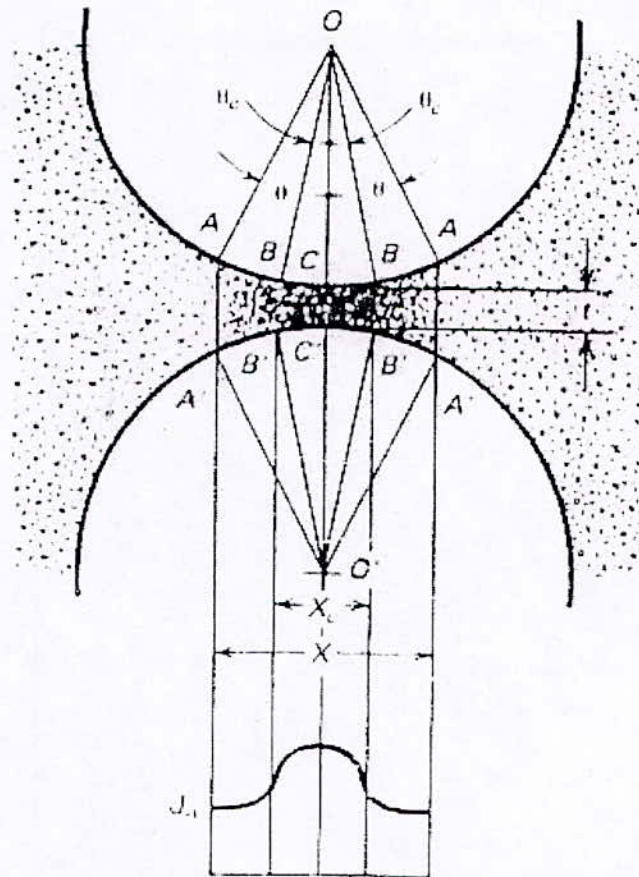


Figure II.1

Modèle de percussion montrant la formation d'un micro-compact au moment où la force d'impact est maximale

[20]

Le nombre de particules prises entre deux boulets en collision augmente avec l'augmentation du rapport de diamètre (D) de boulet sur le diamètre (d) de la particule. Aussi la probabilité qu'une particule soit prise et percutée par les deux boulets augmente lorsque le remplissage de la poudre augmente, et la densité apparente de la poudre agitée ou fluidifiée augmente aussi. Quand le rapport D/d est très élevé (le cas de broyage des particules fines ($<150 \text{ UM}$)). La prise de volume consiste en des particules à l'intérieure du microvolume $BB'BB'$.

Le processus de prise de volume incrémenté entre deux boulets, a l'intérieure d'une charge de boulets et de poudre agitée aléatoirement. Présentant ni rotation, ni mouvement transversal des surfaces courbées, Est montré dans la figure II.2.

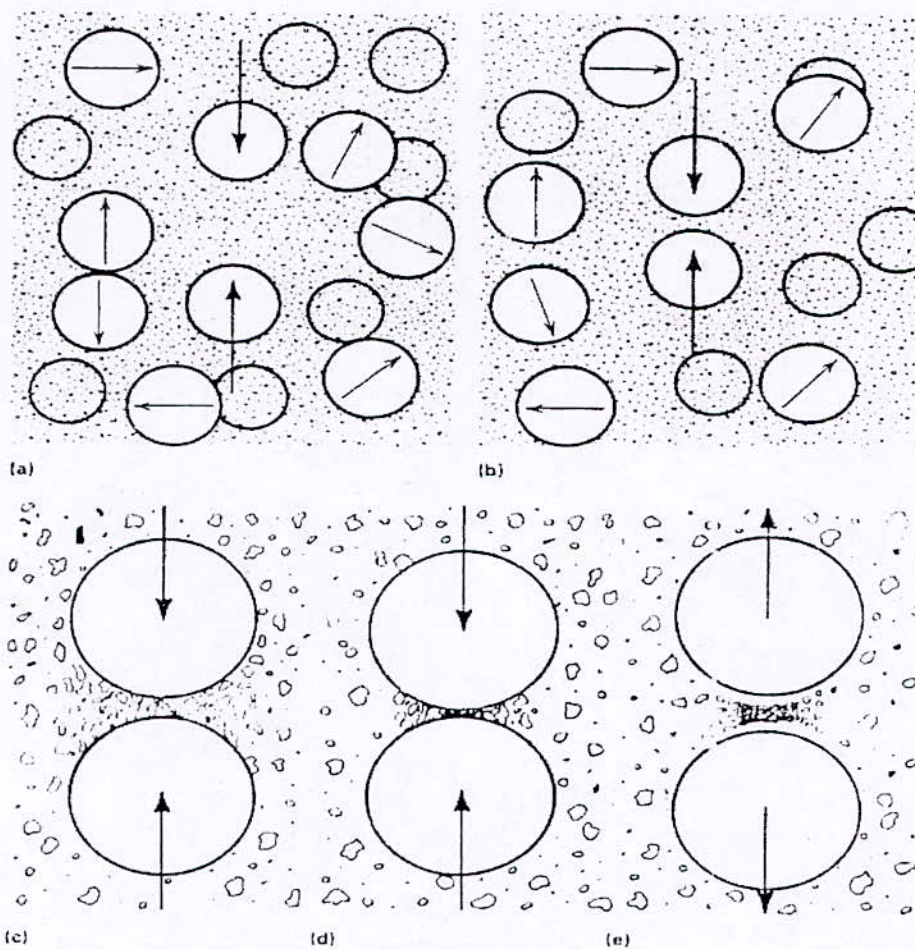


Figure II.2.

Processus de prise du volume de poudres entre deux boulets dans une charge de boulets et de poudre aléatoirement agitée [20]

Entre les stades montrés dans les figures II.2.a et II.2.b un certain volume de poudre agitée est pris entre deux boulets en collision. La quantité de la poudre prise et la taille du volume pris dépendent de plusieurs facteurs comme la taille des particules, la densité apparente du nuage de particules, la présence d'un film, sa concentration et sa viscosité, la pression de l'air ou de gaz à l'intérieur du broyeur, l'état de surface des boulets et leurs vitesses.

Dans une atmosphère gazeuse, avant la percussion, la majorité des particules sont éjectées de que les boulets s'approchent les uns des autres pendant que la fraction de poudre restante est prise et compactée entre les boulets au moment de la collision (figure II.2.c). si la force de percussion est suffisamment grande, le volume de la poudre incrémenté est compacté pour former un aggloméré de particule (figure II.2.d), lequel est relâché aussitôt que les boulets se séparent sous l'effet de l'énergie élastique (figure II.2.e). Si la liaison par soudage ou adhérence qui se produise entre les surfaces des particules en contact, et si les forces de liaison sont suffisantes, l'aggloméré ne se casse pas, de même, les particules peuvent se coller aux surface des boulets, comme c'est montré dans la figure II.3 et la figure II.4.

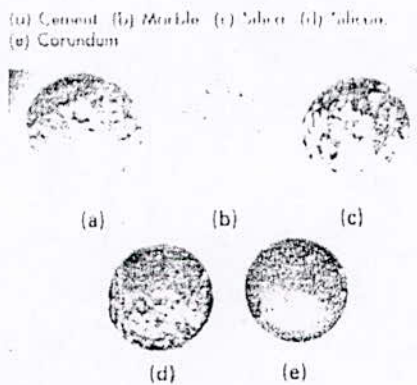


Figure : II.3

Les boulets de broyage couverts de poudre [20]

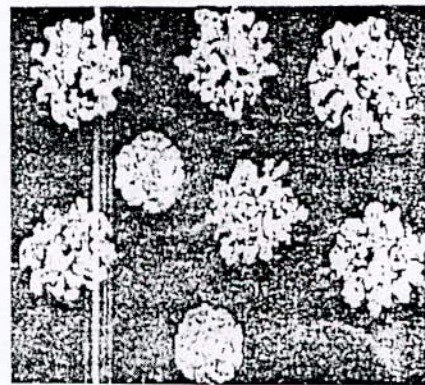


Figure : II.4

Des aiguilles de magnésium produits par des boulets de 12.7 mm de diamètre [20]

Si pendant l'impact, les forces de compressions déployées par les boulets et les particules sont suffisantes, les particules vont se fracturer ou se comprimer dans une zone critique de diamètre X_C d'épaisseur(t), à l'intérieur des liaisons B-B' et B-B' (figure II.1). Théoriquement, la zone initiale de compactations n'excède pas AA'AA'.

Le volume incrémenté de poudre comprimée est par conséquent constitué de particules et de fragments de particules fracturées. La densité de lit de particules prises, varie, du maximum, au point de premier contact des deux boulets CC' (figure II.1), à la densité de la poudre librement agitée en dehors des deux liaisons AA'. Comme les boulets décélèrent durant la percussion à cause de l'effet de l'amortissement de la poudre prise, un déplacement radial des particules de poudre loin de la ligne de contact OO' (figure I.1) se produit dans la direction de la moindre résistance à l'écoulement de la particule. Plus la courbure des boulets est grande, plus l'effet de l'action de coin radial sur les particules prise, et la vitesse de l'éjection, sont élevés. Le déplacement radial de la poudre subit une

résistance de fait de la friction interparticule et la friction entre les particules et les surfaces des boulets. Un tel déplacement dépend de la finesse des particules, de la surface des boulets et de degré d'adhérence ou la soudure à froid entre l'aggloméré et les surfaces des boulets.

Le compactage commence avec une masse de poudre caractérisée par un espace entre les particules relativement grand, comparé à la taille des particules. Le produit final est une masse de poudre qui contient de petits pores. Le premier stade de compactage consiste en le réarrangement et le réempilement des particules. Le glissement des particules les unes entre les autres avec un minimum de déformation et de fracture permet spécialement de produire de fines particules à partir des particules fragiles et de formes irrégulières. Durant ce stade, la coulabilité se trouve réduite et les espaces vides sont partiellement remplis par de fines particules.

Aussi, durant ce stade la forme des particules joue un rôle très important. Les particules de forme sphérique, sont totalement éjectées hors de l'espace de contact des boulets en collision de fait de leur grande coulabilité. Par contre, les particules en forme de galette ou en écaille, ayant une moindre coulabilité et une grande friction, tendent à être retenues entre les surfaces des boulets. Egalement ces particules de formes irrégulières tendent à se lier mécaniquement pour former des agglomérés.

Le second stade de compactage nécessite des déformations élastiques et plastiques des particules. Durant ce stade, des soudures à froid peuvent avoir lieu entre les particules métalliques. La déformation élastique joue un rôle relativement faible, par contre la déformation plastique et la soudure à froid ont des effets majeurs, tout dépend de la ductilité du matériau et de l'environnement du broyage. Pour les matériaux métalliques durs et les céramiques fragiles, la déformation plastique et la soudure à froid ont un effet minime sur la pulvérisation ; tandis que elles changent radicalement le mécanisme de broyage dans les cas des métaux ductiles.

Le troisième stade de compaction nécessite la fracture des particules, résultant de la grande déformation et /ou de la fragmentation de ces particules. La densification des céramiques fragiles et des matériaux métalliques spéciaux dans le micro lit se fait par le remplissage des petits pores à l'aide des particules fragmentées. La poudre métallique et les particules céramiques molles atteignent de grandes densités, lorsque les pores sont remplis par le processus d'écoulement.

Comme le montre la figure II.1, la densité du lit de poudre est maximale au cœur de la zone de compactage CC'. La résistance du micro compact formé dans ce cas dépend de la force des liaisons entre les particules, lesquelles aussi dépendent des facteurs tels que

la conformité des surfaces de liaison, les films d'oxydes, la propreté des surfaces la température et la force de percussion.

La taille du micro compact dépende des paramètres suivants : la forme des particules, la rugosité des surfaces des boulets et des particules, et la taille des particules et des boulets. Ainsi, de particule en particule la force de liaison varie de la plus faible pour les céramiques à la plus forte pour les métaux. Pour la plusparts des matériaux céramiques, le micro compact se désintègre à cause des faibles liaisons de Van Der Waals et à cause de l'enclenchement de la déformation élastique dans les particules lors du rebondissement des boulets.

Le micro compact peut varier du plus petit pour les matériaux non métallique d'une faible ductilité comme le chlorure de sodium, au relativement gros pour les matériaux métalliques de grande ductilité, tout dépend des caractéristiques de la poudre et le type des forces d'attraction associées à la taille des particules. La variation des tailles des particules et les forces en surface qui leur sont associées; sont

Taille des particules ou aire de la surface	Force en surface
50-10 μm	<ul style="list-style-type: none"> • Les forces de van der waals et un bas niveau de forces d'adsorption.
10 – 0.1 μm	<ul style="list-style-type: none"> • Prédominance des forces d'adsorption.
200 – 500 m^2/g	<ul style="list-style-type: none"> • Forces d'adsorption et force de valence.
500 – 1000 m^2/g	<ul style="list-style-type: none"> • Forces de valence.

Si les espèces chimiques qui ont une tendance d'adsorption à la surface des particules dans un environnement sec on gazeux, peuvent être éliminées ou réduites alors il y aura une tendance à la formation de gros agglomérés. Et si les espèces dans l'environnement facilitent l'adhésion entre les surfaces des particules, les agglomérés tendent à être plus larges. En général, les réactions chimiques entre l'environnement fluide ou humide et la poudre empêchent la formation des agglomérés et favorise plutôt la désintégration surtout dans le cas des poudres métalliques.

II.2.1 La fracture fragile

La théorie de GRIFFITH assume que tout matériau fragile contient des mini cracks bien dispersés ; et sa fracture provient justement de l'ensemble de ces cracks [8]. La contrainte (σ_c) à laquelle le crack se propage dépend de la taille de ce crack. La forme

générale de l'équation de la fraction pour les modes de chargement qui mènent à des fissures catastrophiques est :

$$\sigma_c = A \left(\frac{\gamma E}{C(1-\mu^2)} \right)^{1/2} \dots\dots\dots \text{II.1.}$$

Où :

A : est une constante qui dépend de la forme du crack et de sa position, mode de chargement, et des dimensions de la particule (exemple : $A = \sqrt{2/\pi}$ pour un crack en fente sur une feuille infinie).

C : la taille du crack.

E : module élasticité.

μ : Coefficient de poisson.

γ : Energie de surface de la substance utilisé.

Ainsi la contrainte dépend de la taille du crack, des propriétés élastiques, et de l'énergie de surface. Pour les matériaux fragiles γ est entre 10^3 et 10^4 erg/ cm².

$$\text{La contrainte } \sigma = \left(\frac{2Er}{L} \right)^{1/2} \dots\dots\dots \text{II.2}$$

Où :

L : est la longueur du crack.

r : rayon du crack au point d'inflexion.

Quand la contrainte à la pointe du crack est égale à la force de cohésion entre les atomes toute nouvelle énergie de surface est fournie par la contrainte elle même de l'énergie de déformation élastique, et correspond vaguement au modèle de **GRIFFITH**.

Trois types de défauts (faciaux, en volume ou en arête) ont été identifiés par **GILVARRY** [9], selon leurs localisation , en surface ou à l'intérieur de la particule. La fracture initiale en surface des particules débute toujours dans les défauts de surface de la particule originale. Cependant, l'insuffisance des défauts en surface explique le grand nombre de fragments formés dans une fracture fragile. Lorsqu'un défaut interne est activé, deux surfaces en opposition sont créés, chacune d'elle contient des défauts inter coupés par la propagation de la fracture. De nouvelles fractures en surfaces sont provoquées tour à tour par la propagation des fractures à partir des défauts en volume de même, les arêtes formées par l'intersection des fractures en surfaces contient des défauts distribués linéairement tout au long de ces arêtes qui en s'activant vont générés de nouvelles fractures.

En accord avec *GILVARRY*, les trois types de défauts sont distribués indépendamment les uns des autres comme conséquence de l'orientation hasardeuse de la fracture en surface et de la contrainte de fracture. Les défauts activés sont distribués aléatoirement, indépendamment de toute contrainte produisant la fracture. Plus spécialement, la position d'un défaut dans un domaine est indépendante de la position de tous les autres défauts. Et le nombre de défauts qui contient un sous domaine est indépendant du nombre contenu dans un quelconque autre sous domaine. Les fractures sont initiées par un système de contraintes externes avec la propagation des premiers défauts faciaux. Après la fracture initiale, les défauts sont activés par les ondes des contraintes provoquées et le retrait des contraintes externes.

Durant une opération de broyage, les conditions de réalisation d'une fracture ne sont satisfaites que occasionnellement. La quantité d'énergie et le temps, nécessaires pour produire une fracture varient selon le processus et l'environnement de broyage. Comme la taille des particules décroît, alors la concentration et la taille des défauts diminuent au point où les défauts en arrêtes ne restent pas plus longtemps dans les particules activées par les contraintes [9]. En ce point la fracture s'arrête.

II.2.2 Broyage ultrafin des matériaux durs et fragiles

Durant le broyage, une grande partie de l'énergie est dépensée dans différents processus internes qui ne contribuent pas à la cassure de la particule. Pendant que le broyage continue dans les régions ultrafines, les modes de fracture varient et les conditions qui étaient insignifiantes lorsque les particules étaient relativement grosses deviennent graduellement des facteurs de contrôle. Eventuellement, les processus de broyage atteignent des limites efficaces où les effets physiques et chimiques associés aux surfaces, arrêtes et aux coins se multiplient jusqu'à inhiber la pulvérisation. La longueur de l'arrête par unité de volume varie avec le carré de l'aire de la surface spécifique. Ainsi la probabilité qu'une particule soit sous contrainte jusqu'à la cassure devient de plus en plus faible.

Si la particule est déformée plastiquement, la fracture sera difficile à réaliser et la probabilité pour qu'une contrainte agisse est réduite d'avantage. Comme la taille des fragments diminue, la tendance des particules à s'agglomérer augmente. Pendant que l'opération de broyage continue, les particules deviennent de plus en plus fines et s'approchent de la limite de finesse, et une énergie maximale est dépensée. Les facteurs majeurs qui contribuent à un broyage limite sont:

- L'augmentation de la résistance à la fracture.

- L'augmentation de la cohésion entre les particules et la diminution de la taille des particules qui causent l'agglomération.
- L'augmentation excessive entre les surfaces d'impact qui se trouvent minimisées lorsque le diamètre des boulets ou le rayon de courbure décroît.
- Le revêtement de milieu broyant par de fines particules qui protège le micro lit de l'impact.
- la rugosité de surface du milieu broyant.
- L'augmentation de la viscosité apparente lorsque la taille des particules diminue.
- Diminution de la friction interne du film lorsque la taille des particules diminue, et de même la diminution de la production des fines particules par le mécanisme de l'usure, et de la probabilité de la percutation des particules.

Généralement, quand la pulvérisation agit pendant un temps excessivement long, la contrainte nécessaire pour la fracture des particules augmente. Pendant que les contraintes locales requise pour la fracture diminuent [10].

II.2.3 Le broyage des particules individuelles

Les poudres sont classées selon la taille des particules, la distribution des tailles des particules, la forme et l'état de surface des particules. Ces caractéristiques déterminent la coulabilité, la densité apparente, la frittabilité, la compressibilité, et les propriétés des produits frittés. Figure II.5.

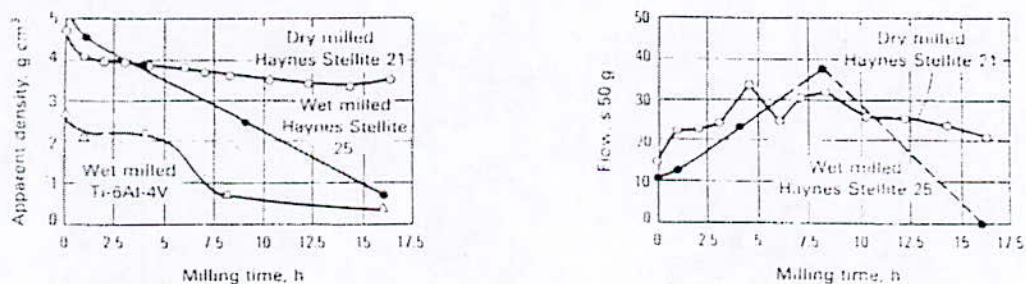
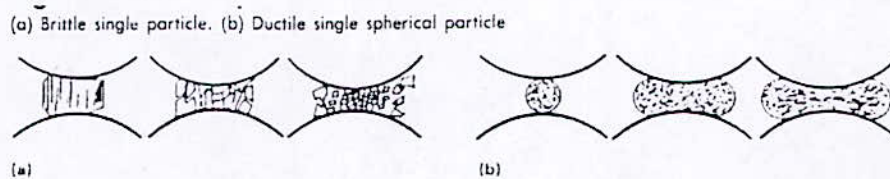


Figure II.5

Effets du temps de broyage à vibration sur la densité apparente et le champ de coulabilité des poudres à base de Cobalt et de Titane [20]

Les caractéristiques des particules déterminent la manière et les conditions dans lesquelles les particules sont déformées ou fracturées, et leurs résistance à la cassure. Ainsi, la fracture mécanique des particules individuelles doit être prise en considération lors du choix des conditions et des équipements de broyage.

La figure (II.6) montre l'écrasement des particules individuelles entre les boulets. Cette situation est rencontrée lors des opérations de broyage des grosses particules ou lors du broyage d'une fraction de poudre, comme avec les gros granulés des matériaux céramiques, des métaux durs, ou les grosses particules des poudres des métaux ductiles atomisées. Dans ces conditions, beaucoup d'impacts de particules individuelles peuvent avoir lieu. Avec les céramiques et les métaux durs, de grosses particules fragiles sont rapidement réduites en une poudre fine et ultrafine. Comme il est montré dans la figure II.6.a.



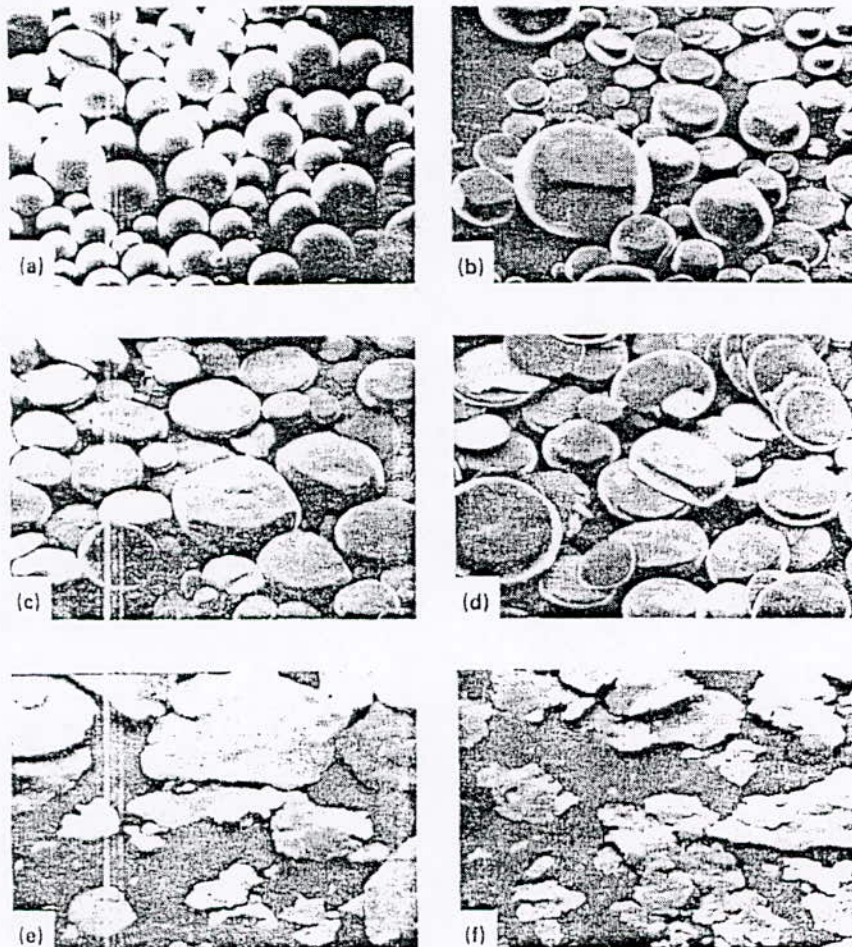
(a) Particule individuelle fragile

(b) Particule individuelle sphérique ductile

Figure II.6 Effets de l'impact [20]

Pendant le broyage des métaux ductiles, figure (II.6.b), les particules individuelles ne se fracturent pas, mais se déforment, et subissent de cette façon un changement de forme qui s'accompagne rarement d'un changement négligeable en masse. Figure (II.7).

(a) As-received powder. (b) After 1 h. (c) After 2 h. (d) After 4 h. (e) After 8 h. (f) After 16 h



(a) poudre initiale (b) après 1h (c) après 2h (d) après 4h (e) après 8 h (f) après 16h

Figure II.7 : Effet du temps de broyage sur le changement de forme des particules sphériques d'un alliage de Ti-6Al-4V [20]

Les grosses particules individuelles des matériaux fragiles se désintègrent en fragments, tandis que, celles des matériaux ductiles se déforment dans un premier temps en galettes pour ensuite prendre la forme de flocons.

II.3 les paramètres de broyage et les caractéristiques des poudres

Les éléments de broyage dans un broyeur à boulets se déplacent à différentes vitesses, par conséquent, la force de collision, la direction et l'énergie cinétique entre deux ou plusieurs éléments varient considérablement à l'intérieur de la charge de boulets. L'usure par friction ou les forces de frottement agissant sur les particules de même que l'énergie de

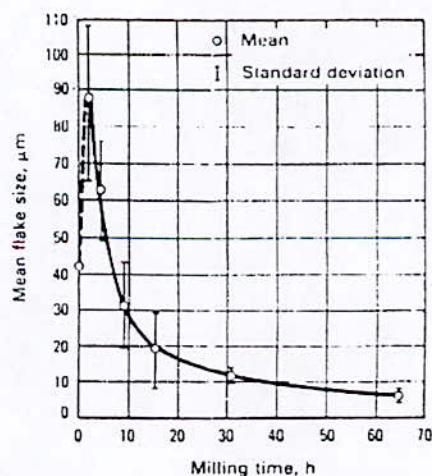
collision. Ces forces sont dérivées de mouvement rotatoire des boulets, de mouvement des particules à l'intérieure du broyeur et des zones de contact des boulets en collision.

La rugosité des surfaces des boulets est un facteur très significatif dans le broyage. Plus la rugosité des surfaces est grande, plus est grande l'énergie de friction dépensée, causant ainsi une action abrasive croissante. Les forces de friction exercent une action d'usure entre les particules et réduisent la taille des particules par l'attrition, en produisant des débris d'usure. Les forces d'impact réduisent effectivement la taille des particules durant le broyage des fractions de grosses particules ou des matériaux durs et/ ou fragiles.

Les forces d'impact sont préférables dans les processus de déformation des poudres métalliques. Comme par exemple la production des poudres sous forme de flocon. La figure (II.8) montre le changement de la largeur de flocon d'une poudre de fer en fonction de temps de broyage dans un broyeur à boulets vibration. L'attrition est la force la plus effective dans le broyage fin des matériaux à la fois durs et ductiles et dans les alliages mécaniques. Dans la plupart des broyeurs à boulets, les particules sont à la fois exposées aux forces d'impact et aux forces d'attrition. Lorsque les forces sont hautement énergétiques on peut avoir des soudures entre les particules ou encore entre les particules et les parois de la chambre de broyage.

Figure II.8

La relation entre la taille des flocons et le temps de broyage pour un fer électrolytique broyé dans un broyeur à vibration de boulets Megapact [20]



Les forces d'impact sont directement proportionnelles à la masse du milieu broyant. Par conséquent, la vitesse du processus et les forces qui agissent sur les particules sont une fonction directe du diamètre effectif et de la masse des corps broyants. Les valeurs réelles des forces de collision diffèrent largement des valeurs théoriques à cause de la complexité de mouvant de milieu et la variation de la vitesse, de la longueur des trajectoires, et les trajectoires des corps de broyage. La viscosité du fluide influe aussi sur le taux de collision dans le cas d'un broyage humide.

Généralement, le choix ou la sélection de la taille et la densité du milieu broyant est déterminé par la déformation et la résistance à la fracture des métaux. Pour les matériaux durs et fragiles, la résistance à la fracture est le seul critère de sélection. De larges et denses milieux broyants sont utilisés pour broyer de grosses et solides particules. Alors que les milieux de petits diamètres sont utilisés pour des broyages fins. Par exemple, des grains en céramique ayant un diamètre de 1.6mm et une densité de 3.9g/cm^3 peuvent être utilisés pour réduire de gros et minces flocons métalliques à des flocons très fins. Les éléments de broyage de petite taille ne peuvent être utilisés dans un broyage conventionnel à boulets Tumbler. Pour le broyage fin des matériaux durs, les milieux en carbures de tungstène sont recommandés.

Souvent, on doit faire un compromis entre la taille des boulets et le matériau. Bien que l'utilisation des boulets en carbures de tungstène soit économique pour des broyages expérimentaux à petite échelle ou pour le broyage des métaux chers, les coûts peuvent être prohibitifs pour certaines opérations de broyage à grande échelle. Certains milieux, comme les boulets en acier inoxydable, peuvent ne pas être disponibles en grande quantité pour certaines tailles, ainsi les conditions optimales du broyage ne peuvent pas être satisfaites.

L'aire de la surface et la taille des particules des matériaux non métalliques changent continuellement. L'aire totale de la surface de milieu augmente quand la taille des particules diminue. Cependant, pour les métaux deux facteurs additionnels doivent être pris en considération en addition à la pulvérisation. Les particules métalliques peuvent s'agglomérer par soudure à froid durant l'impact, ainsi il y aura une réduction de l'aire de la surface, et un changement en forme à cause de la ductilité et l'aptitude à la soudure à froid.

Ainsi, selon le processus dominant durant l'opération de broyage (fracture, soudure, ou micro-forgeage) la particule peut :

- Devenir plus petite durant la fracture.
- Augmenter en taille durant l'agglomération par soudage.
- Ou changer de forme (forme équiaxiale, plate ou flocon) par micro forgeage.

Pour les métaux, le changement dans l'aire de la surface ou de la taille des particules ne constitue pas un critère significatif pour comparer les effets de changement dans les paramètres de processus, la dominance des processus, et les équipements du broyage.

Le critère le plus utilisé pour déterminer le processus de broyage est celui qui reflète les changements structuraux et physiques qui se produisent dans le métal et qui est sensible aux changements des paramètres des processus. La mesure de la micro dureté des

particules individuelles, assez large pour contenir l'empreinte de la plus petite pyramide en diamant, donne des mesures convenables de l'effet de broyage sur les poudres métalliques. Car la micro dureté est une mesure de travail à froid et des défauts internes produits par le broyage. figure (II.9)

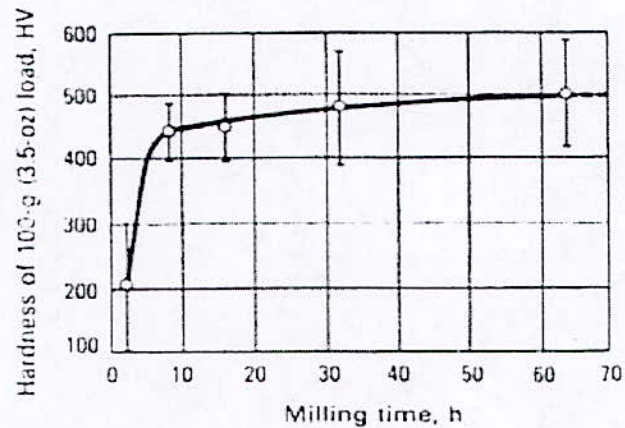


Figure II.9

L'effet du temps de broyage sur la microdureté du Nickel 123 [20]

L'espacement des raies de la diffraction x sont sensibles à la quantité de travail à froid et à l'affinement de la structure cristalline qui résulte d'un travail à froid poursuivi au delà d'un niveau de saturation. Les changements dans le taux de déformation d'une poudre métallique broyée par des paramètres fixes est illustrés par l'élargissement des raies de diffraction en fonction du temps de broyage. figure (II.10).

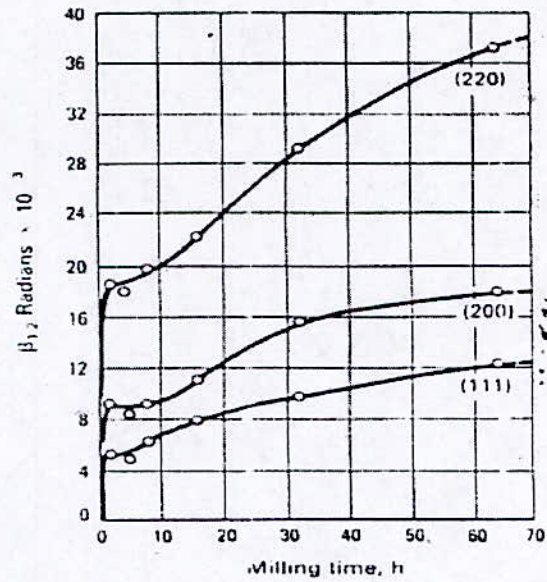


Figure II.10

La relation entre l'espacement des raies de diffraction et le temps de broyage à vibration pour une poudre de Nickel 123 [20]

II.3.1 La relation de l'énergie

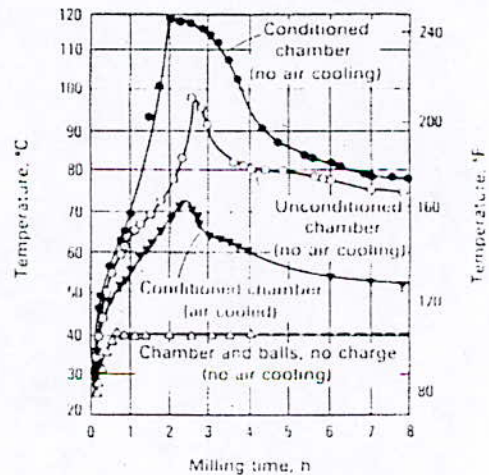
Lorsque un métal est déformé plastiquement par un travail à froid, la majeure partie de l'énergie mécanique de déformation est convertie en chaleur. Cependant, seulement une petite quantité (environ 5%) est emmagasinée dans le matériau ce qui va contribuer à l'augmentation de son énergie interne. L'énergie associée à la tension du réseau ou au travail à froid est minimale pour les particules dures et fragiles, mais, elle peut être grande pour les matériaux ductiles. L'énergie dépensée pour surmonter la friction entre les particules est transformée en chaleur et accomplit un travail inutile dans le broyage.

Si la température de la poudre augmente au-dessus d'un certain point, les particules métalliques ayant subi un travail à froid peuvent subir une recristallisation. La chaleur est générée par la déformation des particules, et par la déformation élastiques des boulets de broyage et les parois de la chambre de broyage.

La figure (II.11) illustre les courbes de température typique contre le temps de broyage pour un broyage à sec d'une poudre d'un alliage de (Fe- 27 Ni- 16Cr) dans un broyeur à vibration [11].

Figure II.11

La courbe de chauffage pour une chambre de broyage de 280 cm³ en acier inoxydable durant un broyage à vibration de Fe-17Ni-16Cr [20]



Généralement, la température augmente durant un rigoureux travail à froid, et chute brusquement avant que le travail à froid n'atteigne son niveau de saturation, puis elle décroît lentement pendant le prolongement du temps de broyage.

II.3.2 Les processus de broyage

Les changements morphologiques que subissent les particules pendant le broyage des poudres métalliques, figure (II.12) sont produits par les processus suivants :

Processus	Symboles de désignation
Micro forgeage	M
Fracture	F
Agglomération	A
Soudure	A _w
Imbrication mécanique	A _m
Auto adhésion	A _a
Désagglomération	D

Milled in ethyl alcohol with aluminum nitrate grinding aid, (a) As-received powder, (b) After 1 h, (c) After 2 h, (d) After 4 h, (e) After 8 h, (f) After 16 h, (g) After 32 h, (h) After 64 h

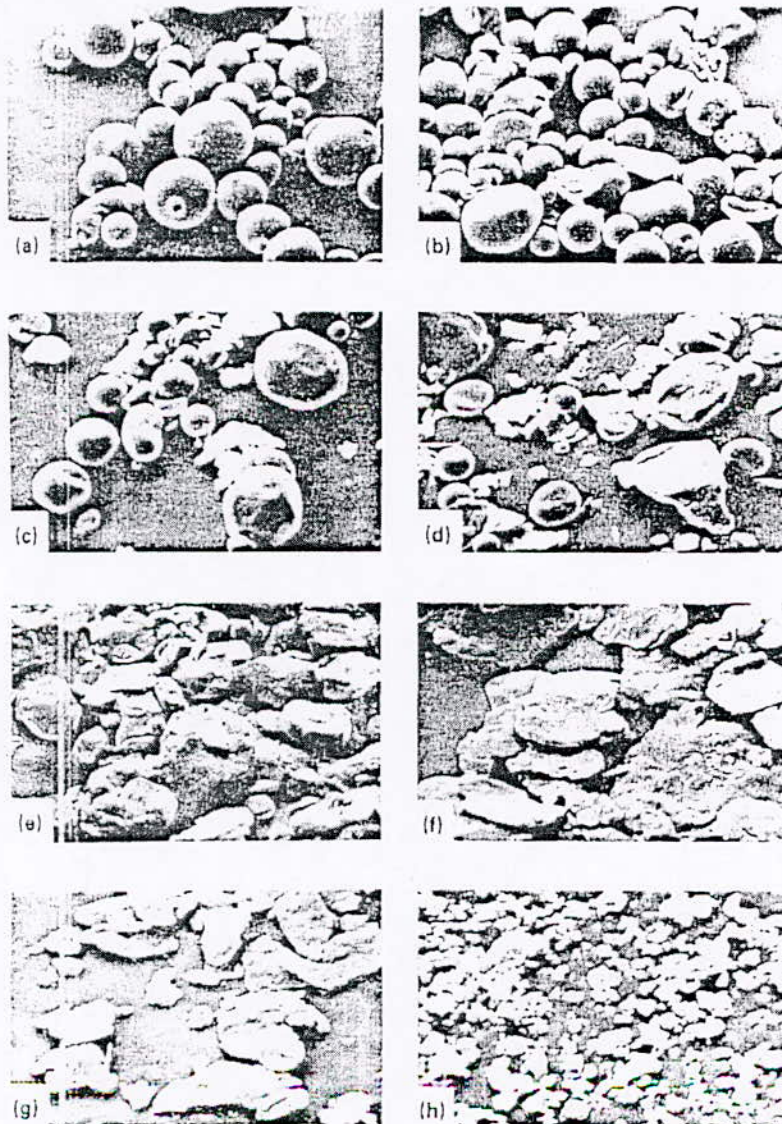


Figure II.12 Micrographie électronique d'une poudre d'alliage à base de Cobalt [20]
 (La poudre est broyée dans un milieu aide broyage, composé de l'alcool éthylique avec du Nitrate d'Aluminium)

II.3.2.1 Micro forgeage

Le processus initial prédominant durant le broyage est la compression des formes de particules des métaux ductiles au moyen de l'impact de milieu broyant, comme le montre la figure II.6.a . Des particules individuelles ou un amas de particules sont percutés à maintes reprises pour le milieu broyant. Ce qui provoque un changement dans leurs formes (les particules s'aplatissent), accompagné d'un changement petit ou nul en masse.

II.3.2.2 Fracture

Après un certain temps de broyage, les particules vont se déformer à tel point que les cracks s'initient et se propagent pour finalement fracturer ces particules. La présence des fissures, des cracks, des défauts et des inclusions à l'intérieur des particules facilite la fracture.

Les particules spongieuses ou de formes irrégulières contiennent des fissurations et des cracks qui facilitent la compression, la rupture par la fatigue et la fragmentation, comparées aux particules sphériques lisses et relativement non poreuses produites par atomisation. Les métaux friables comme par exemple (Antimoine, Bismuth, Manganèse, Chrome...), et les alliages intermétalliques fragiles comme (Cu-Al, Al-Mg, Cu-Sn, Ni-Fe, Ni-Zn et P-Cu), peuvent facilement être broyés en poudre.

II.3.2.3 Agglomération

L'agglomération des particules peut se produire par soudure, imbrication des surfaces rugueuses et spongieuses, ou par l'auto cohésion. L'auto cohésion est l'interaction moléculaire des particules entre elles, et caractérisée par les forces de *VAN DER WALLS*. La désagglomération est par contre le processus qui casse l'aggloméré formé par auto cohésion, mais sans désintégrer les particules de poudre.

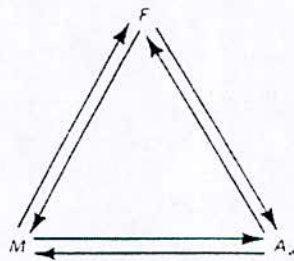
II.3.3 Mécanisme de broyage

Un des types des mécanismes de broyage, consiste en un stade initial de micro forgeage dans lequel les particules sont déformées en l'absence de la fracture et de l'agglomération par soudure. Eventuellement, les particules deviennent tellement déformées et fragilisées par le travail à froid, qu'elles entrent dans un second stade où elles sont fracturées par le mécanisme de rupture par fatigue et/ou par la fragmentation des flocons fragiles. Les fragments générés par ce mécanisme peuvent continuer à diminuer en taille en l'absence des grandes forces d'agglomération, par l'alternance du micro forgeage et de la fracture. Quand la fracture domine et le rôle de micro forgeage est négligeable en

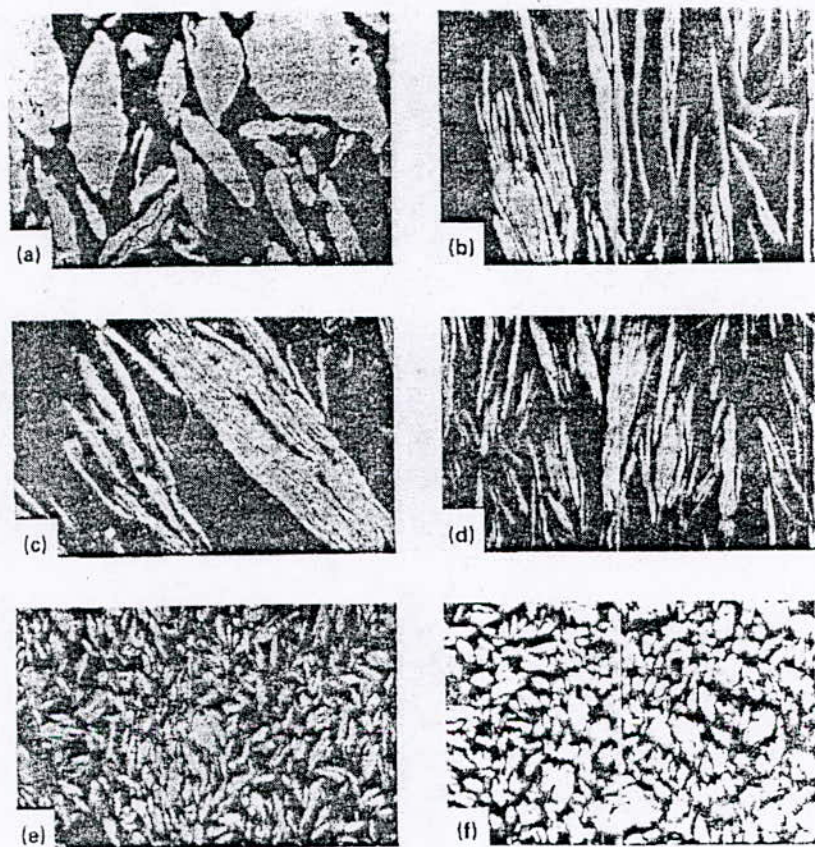
l'absence de l'agglomération par soudure, les flocons continuent à devenir petits jusqu'à ce que l'interaction moléculaire agisse.

au fur et à mesure que les particules deviennent plus fines (en particulier les flocons), le couplage des forces tend à être plus important, et les agglomérés deviennent plus grands. Eventuellement, les forces de broyage qui désagglomèrent les particules s'équilibrent avec les forces couplées présentes, ce qui donne un aggloméré de taille de particules équilibrée.

Quand la soudure à froid agit entre les particules, le processus initial sera le micro forgeage, ceci est suivi d'un second stade qui implique les processus de fracture (F), de micro forgeage (M) et de la soudure à froid en boucle fermée, comme le montre le schéma ci-dessous :



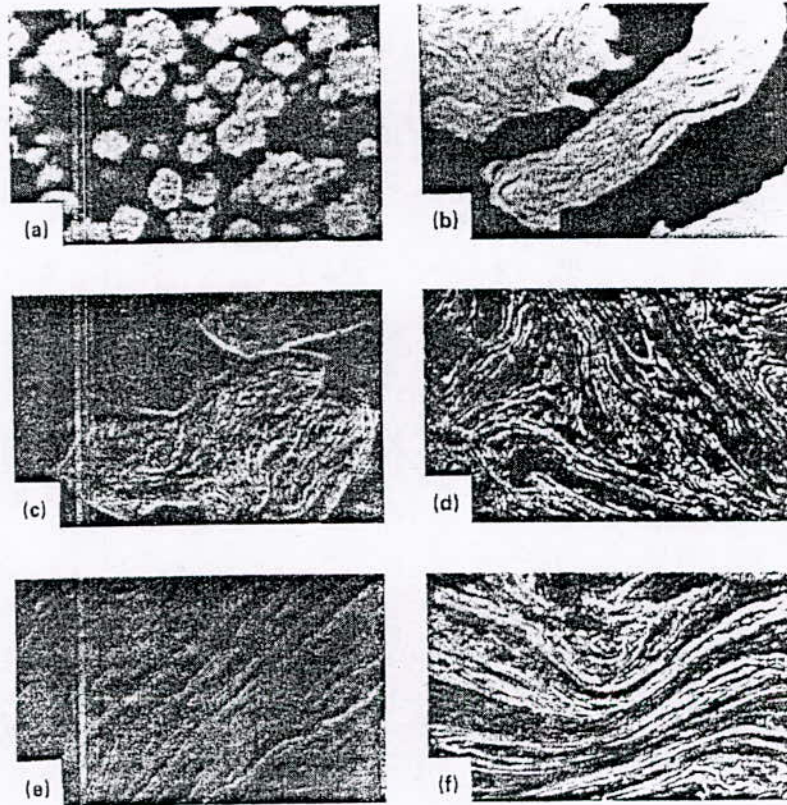
La fracture et la soudure produisent des particules composites qui consistent en les particules originales fragmentées et en les particules composites. A des stades avancés de processus de broyage, les particules composites sont entièrement composées de particules composites fragmentées. Le degré d'affinement et du mélange de la structure composite est une fonction de temps de broyage, comme l'illustre les figure II.13 et figure II.14 respectivement pour le broyage humide d'une poudre de Fer, et pour le broyage sec d'une poudre de Nickel.



(a) poudre initiale. (b) après 4h. (c) après 8h. (d) après 16h. (e) après 32h. (f) après 64h.

figure II.13 le fer électrolytique montrant des section transversales de particules [20]

(la poudre est broyée dans de l'heptane)



(a) poudre initiale. (b) après 4h. (c) après 8h. (d) après 16h. (e) après 32h. (f) après 64h.

Figure II.14 Le nickel 123 montrant des sections transversales de particules [20]

Après un certain temps de broyage, la soudure à froid et la fracture atteignent un état d'équilibre stable. La taille moyenne des particules obtenues dans ce stade, dépend de la facilité par laquelle les agglomérés peuvent être formés par la soudure, de la fatigue et de la force de rupture des particules composites, et de la résistance des particules à la déformation. La distribution de taille des particules est resserrée parce que les particules de taille plus grosse que la moyenne sont réduites au même rythme que les fragments de taille inférieure à la moyenne s'agrandissent dans un tas de petites particules et de débris produits par attrition.

Ce processus est montré dans la figure.II.8 et figure.II.15. lorsqu'un grand nombre de fines particules est produit par attrition, le degré de raffinement est très élevé. Si les particules sont spongieuses, ou rugueuses, le micro forgeage peut être accompagné par une agglomération.

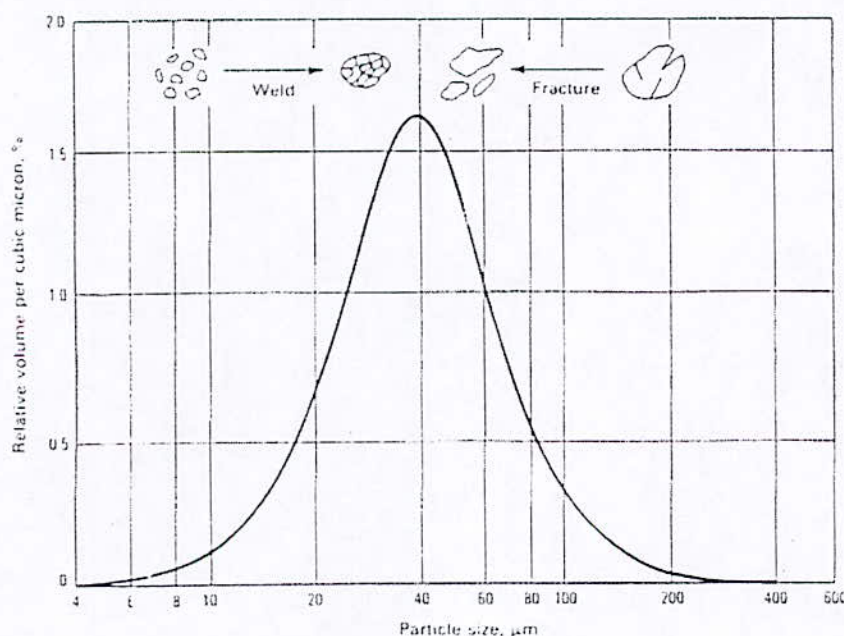
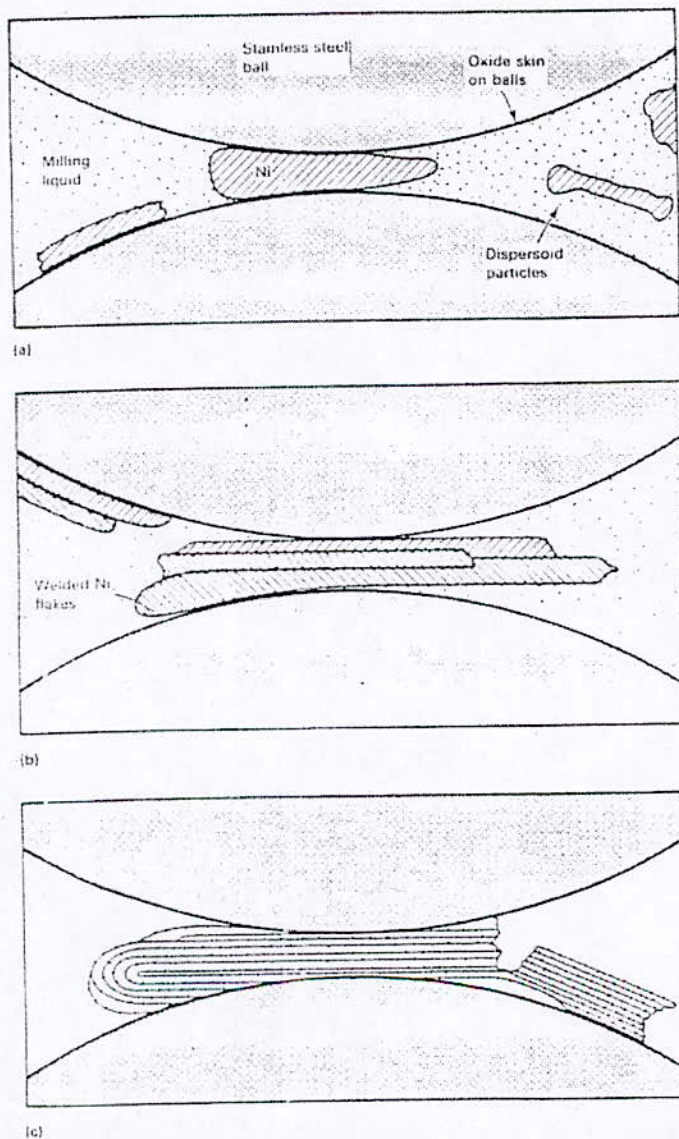


Figure II.15 Courbe de distribution de tailles étroite, à cause de la tendance des petites particules à se souder et des grosses particules à se fracturer [20]

II.3.4 Dispersion des films d'oxydes des particules dures et des débris d'usures

L'effet durcissant produit par des particules ultra fines d'oxyde à travers un état solide ou un alliage mécanique, est un facteur très important qui affecte l'équilibre final de la taille des particules et le temps nécessaire pour établir cet équilibre. Les particules d'oxyde provenant des films d'oxydes présents dans la surface des particules et/ou de l'oxygène présent dans la chambre de broyage, seront prises entre les surfaces soudées sous l'effet du mélange. Ce processus qui utilise un milieu fluide est illustré dans la

figure.II.16. L'effet durcissant de dispersion, le travail à froid et la structure composite augmentent considérablement la solidité, la dureté et la résistance à la fracture des particules individuelles. Dans ces conditions, les particules prennent des formes plus équiaxiales. D'une manière plus importante, le degré de durcissement peut limiter le taux de raffinement structural si l'énergie de broyage est insuffisante.



(a) Broyage initial (b) Broyage intermédiaire (c) Broyage final

Figure II.16 Processus de broyage non-réactif [20]

II.3.5 Environnement de broyage

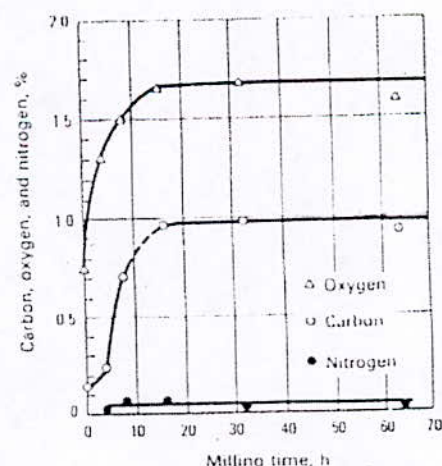
Des agents actifs en surface et des lubrifiants sont généralement utilisés pour éliminer l'effet des forces de soudure, et par le même inhiber l'agglomération. Les agents actifs qui ont été absorbé à la surface des particules contrecarrent le soudage, et diminuent la tension de surface du matériau solide.

Les réactions de corrosion entre le métal et le fluide broyant dans un broyage réactif, facilite aussi la pulvérisation. Plus la résistance du matériau à la corrosion est grande, plus les agents corrosifs sont moins efficaces.

Le broyage de la poudre de Fer dans l'eau, un milieu hautement réactif pour ce métal, produit mixture ultrafine d'oxyde de Fer et de particules métalliques. L'heptane est le moins réactif des environnements fluides de broyage pour les métaux. Toutefois, l'addition des agents qui aident le broyage, comme l'alcool cetylique peut réduire l'agglomération par soudure. L'efficacité d'une quelconque addition dépend de sa réactivité avec le métal au cours de la pulvérisation ; plus le métal est réactif, plus l'addition est plus efficace.

Les poudres métalliques broyées dans des fluides organiques ou non organiques, retiennent de petites quantités de fluide qui se diffuse dans chaque particule [12]. Ainsi, les hydrocarbures contenant du Carbone et de l'Hydrogène, et les Carbohydrates contenant de l'Hydrogène, de Carbone et de l'Oxygène favorisent la diffusion de Carbone et/ou de l'Oxygène dans les particules. L'Hydrogène s'échappe ultérieurement sous forme de gaz, ou il est absorbé dans le réseau métallique durant le chauffage ou le frittage. La figure(II.17) montre les quantités d'Oxygène, d'Hydrogène et de Nitrogène retrouvés durant le broyage de Fer électrolytique dans de l'heptane. Les films d'oxyde d'Aluminium hydraté dans les poudres d'alliage d'Aluminium produisent des bulles durant le laminage en feuilles après l'alliage à l'état solide, sauf s'ils sont enlevés par un chauffage entre 370-480 °C dans une atmosphère inerte, ou dans un fluide gazeux inerte.

Figure II.17
Prélèvements d'Oxygène, de Carbone et de l'Azote d'un fer électrolytique [20]



Quelques métaux, comme l'aluminium, le Nickel, et le Cuivre réagissent avec certains alcools durant le broyage pour former des composants métallorganiques complexes, par exemple, l'Aluminium réagit avec l'alcool isopropyle. D'autres métaux comme le Titane et le Zircon peuvent provoquer de réactions explosives avec les fluides

chlorurés, comme le Carbone tétrachloridrique. Alors les fluides chlorurés ne doivent jamais être utilisés avec les métaux réactifs.

En accord avec ARIAS [13], il existe deux classifications de l'activité chimique entre les poudres métalliques et l'environnement de broyage : réactive et non réactive. Dans le broyage réactif la poudre métallique réagit considérablement avec le fluide broyant. La poudre métallique est pulvérisée jusqu'à une taille de particules plus petite que celle de la poudre initiale. Durant le broyage, les boulets, les parois de la chambre de broyage et les particules de même métal ne se soudent pas entre eux.

Durant le broyage non réactif, la poudre métallique réagit légèrement ou pas du tout avec le fluide broyant. Durant le broyage à boulets, les particules de poudre se soudent entre elles. Additionnellement, les boulets, les parois de la chambre de broyage, et la poudre du même métal peuvent se souder entre eux. La soudure de la poudre aux boulets et aux parois de la chambre peut quand même avoir lieu, même s'ils sont de différents matériaux.

Les broyages réactifs et non réactifs peuvent se faire dans des environnements secs ou humides. L'alliage mécanique consiste en un broyage à sec dans un vide ou dans un gaz inerte ou dans un fluide gazeux qui peut être réactif. Dans l'alliage mécanique, le processus de soudure peut être contrôlé en contrôlant la concentration de l'oxygène dans la chambre de broyage [14].

Le broyage des poudres métalliques produit des formes extérieures, des changements de texture et des changements structuraux internes. L'importance de ces changements est largement déterminée par les paramètres de broyage, l'environnement de broyage et les propriétés physiques et chimiques du métal ou de l'alliage à broyer. Ces changements en l'occurrence affectent les propriétés physiques du métal, au cours du procédé et de la consolidation des produits qui résultent. Les caractéristiques de la poudre associées au broyage incluent :

➤ **Externes**

- La forme,
- La texture,
- La taille des particules et la distribution des tailles des particules,
- La réflexion,

➤ **Internes**

- La structure composite ou les agglomérés composites,
- Le travail à froid (l'énergie emmagasinée),
- L'amélioration de l'homogénéité,

- La finesse de la structure (structure en lamelle),
- Une taille de cristallite raffinée,
- La composition chimique (incorporation des gaz et des fluides de l'environnement de broyage).

➤ **Physiques**

- Propriétés mécaniques (résistance à la déformation, et dureté),
- Propriétés physiques (résistivité magnétique),
- Propriétés chimiques (corrosion),
- Propriétés de la métallurgie des poudres (densité apparente, coulabilité, frittabilité, compressibilité, densité après frittage).

La connaissance des variables qui influencent les caractéristiques du produit broyé, peut être utilisée pour l'amélioration des performances et des propriétés des produits, et aussi pour accomplir les applications innovatrices de la métallurgie des poudres qui ne sont pas possibles par les techniques conventionnelles de la métallurgie.

II. 4. Les équipements du broyage

Durant la pulvérisation, la machine de broyage met sous contrainte un nombre maximum de particules individuelles d'une masse de poudre pour initier la fracture avec un minimum d'énergie. le mouvement de milieu de broyage et de la charge varie selon le type de broyage, en considération de mouvement et des trajectoires des boulets individuels, de mouvement de la masse des boulets et de degré de l'énergie requise pour les forces d'impact, de cisaillement, et de compression qui agissent sur les particules de poudre.

II.4.1 Broyeur à boulets Tumbler :

Dans le broyeur Tumbler, comme c'est montré dans la figure (II.18), le mouvement des boulets ou des tiges dépend de la vitesse de rotation des parois de la chambre. Les boulets peuvent rouler dans des couches parallèles sur la surface de la charge, ou ils peuvent être projetés dans l'espace et tombent sur les particules. Une discussion mathématique des trajectoires suivies par les boulets et particules est donnée dans [15].

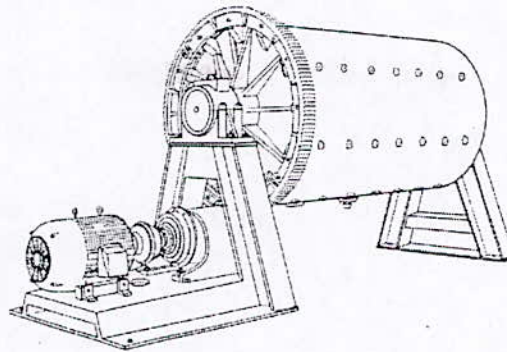


Figure II.18 Le broyeur Tumbler [20]

II.4.2 Les paramètres de la charge d'un broyeur à boulets

Le taux de broyage d'une poudre est une fonction de la quantité de la poudre dans le volume total entre les boulets. Et il atteint la valeur maximale quand le remplissage de la poudre est à 100%, c'est à dire l'espace entre les boulets est rempli totalement de poudre. la vitesse de broyage doit être réglable pour assurer l'opération avec les proportions requises de boulets pour la cascade et la cataracte. Cette proportion dépend largement de la vitesse de rotation et de coefficient de friction de la charge. Avec une augmentation dans la taille des boulets, le taux de broyage augmente, et atteint le maximum quand les boulets atteignent une taille leur permettant d'écraser toutes les particules de la poudre rempli.

Si le glissement de la charge contre les parois de la chambre de broyage est considéré négligeable, la vitesse de rotation critique de broyage peut être calculée par :

$$N_c = 76,6 \sqrt{\frac{1}{D}} \quad (\text{II.3})$$

Où :

D : est le diamètre de la chambre de broyage.

N_c : est la vitesse de rotation du broyeur en tour / minute.

Ces paramètres sont approximatifs et peuvent ne pas être valides pour les particules métalliques qui tendent à s'agglomérer par soudure.

Le mélange à l'état solide peut être mené dans un broyeur à boulets Tumbler , en utilisant des boulets de diamètre entre 6-25 mm, si le diamètre de broyeur est entre 1.5 et 1.8 m, et si les autres conditions qui favorisent l'agglomération par soudure sont satisfaites. Pour la production à grande échelle des superalliages alliés mécaniquement, le broyeur Tumbler remplace le broyeur à attrition. Les temps de broyage pour un broyeur Tumbler sont plus grands pour atteindre le même niveau de mélange mené dans un broyeur à attrition ou à vibration, mais la production est en générale plus grande. Souvent, les broyeurs Tumbler sont utilisés pour pulvériser, écailler les métaux (les mettre sous forme

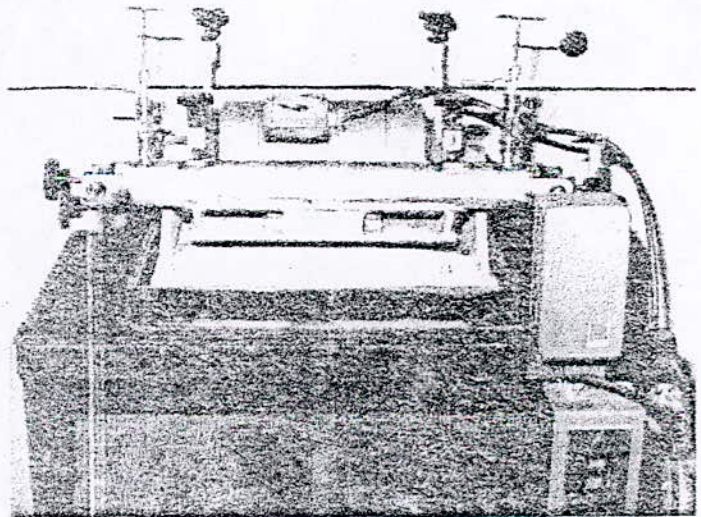
de flocon), en utilisant des aides broyant ou des lubrifiants pour éviter l'agglomération par soudure à froid et pour minimiser l'oxydation.[16],[17].

II.4.3 Les broyeurs à vibration de boulets

II.4.3.1 Le broyeur à tube vibratoire

Dans le cas du broyeur à tube vibratoire montré dans la figure (II.19) le mouvement oscillatoire des boulets est compliqué. La trajectoire des boulets dépend de plusieurs facteurs incluant : la vitesse de vibration, l'amplitude, la courbure des cotés des parois de la chambre de broyage, le mouvement horizontal du broyeur, et le contact de la charge avec le haut de la surface de la chambre de broyage. Les boulets tournent le long des parois de la chambre et parfois se déplacent horizontalement suivant des spires. Le mouvement giratoire des boulets dans des chambres cylindriques provoque parfois des déformations et /ou des rainures dans les parois de la chambre. Les boulets tournent aussi à différentes vitesses et dans différentes directions, causant ainsi une action de cisaillement qui est désirable dans les opérations de mélange.

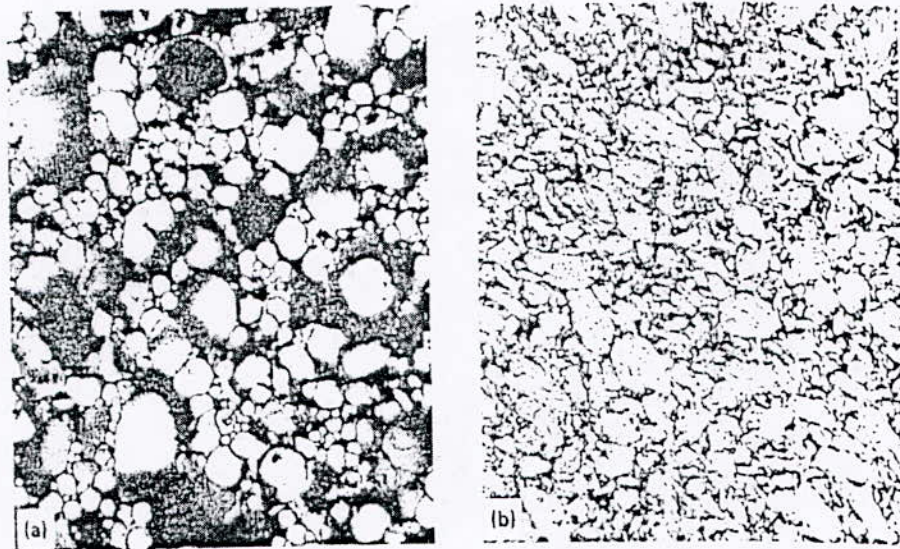
Figure II.19 Broyeur à
boulets à vibration
Mégapact [20]



Les forces d'impact qui agissent sur la poudre dans un broyeur à vibration sont une fonction du taux de broyage, de l'amplitude de vibration, et de la masse du milieu broyant. Les forces de broyage de haute énergie peuvent être obtenues en utilisant de hautes fréquences de vibration avec de petites amplitudes de vibration. Le broyeur montré dans la figure (II.19) opère a 3300 rpm, avec une amplitude de 2 mm atteignant un taux d'accélération maximal de 12.2 g, (g est l'accélération gravitationnelle qui est égale a 9.81m/s^2).les broyeurs destinés à de grandes productions opèrent à des fréquences de

vibration relativement basses avec de grandes amplitudes par exemple 1000 à 1500 rpm et jusqu'à 12 mm).

Le broyeur à boulets à vibration est un excellent moyen de production d'alliage à l'état solide et des métaux consolidés par diffusion avec une capacité allant jusqu'à 4.5 kg ou plus, selon la densité apparente de la poudre. Les figures (II.20.a) et (II.20.b) montrent une microstructure d'un alliage Al-Fe-Ce et une micrographie électronique de la diffusion d'oxyde dans le même alliage après alliage à l'état solide dans un broyeur à vibration de même type que celui montré dans la figure (II.19).



(a) poudre non traitée, rapidement solidifiée après pression à chaud. (b) poudre pressée à chaud rapidement solidifiée, après broyage de haute énergie dans un broyeur mégapact.

Figure II.20 Homogénéisation d'un alliage de Al-Fe-Ce au moyen de broyage à haute énergie [20]

Dans de grands broyeurs à tubes, figure (II.21) le mouvement vibratoire de milieu décroît en allant des parois de la chambre au centre de tube, par conséquent, l'effet de broyage est plus faible au centre de broyeur comparé au voisinage des parois de la chambre.

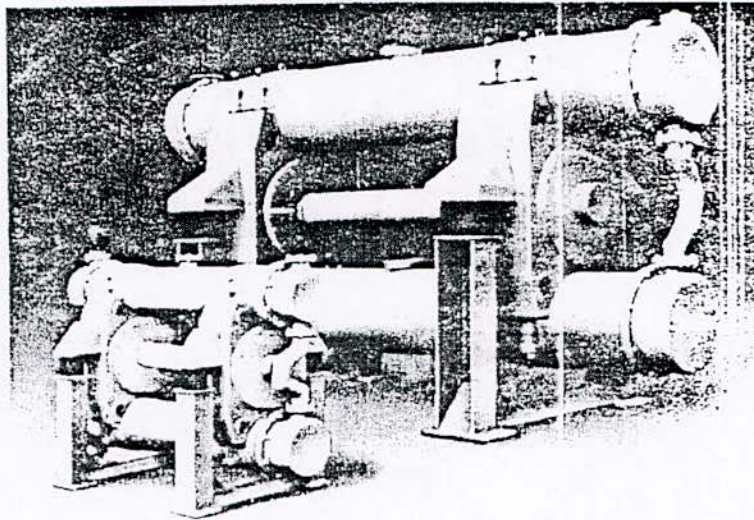


Figure II.21 Broyeur à vibration pilot [20]

Dans les broyeurs à vibration, le milieu de broyage reçoit des impulsions rapides avec un rapport proportionnel à la fréquence de vibration du broyage. Les forces d'impact agissant sur la poudre, dépassent les forces de cisaillement et de friction. Les broyeurs à vibration utilisent de petits boulets, à cause des grandes forces d'impact. fréquences et accélérations, ainsi une plus grande surface spécifique est disponible pour le broyage. Le taux de traitement dans un broyeur à vibration est :

- Proportionnel à la densité des boulets (diamètre des boulets).
- Proportionnel au diamètre des boulets (densité constante).
- Proportionnel au cube de la fréquence de vibration.
- Négligeable pour des vitesses inférieure à 900 à 1000 rpm.
- Proportionnel à la racine carrée du rapport du diamètre des boulets sur le diamètre moyen des particules.
- Indépendant de diamètre de la chambre.
- Augmente lorsque la quantité de la poudre dans le broyeur diminue.
- Plus grand avec les boulets qu'avec les cylindres ou autres formes

II.4.3.2 Le broyeur a vibration SWECO : figure (II.22)

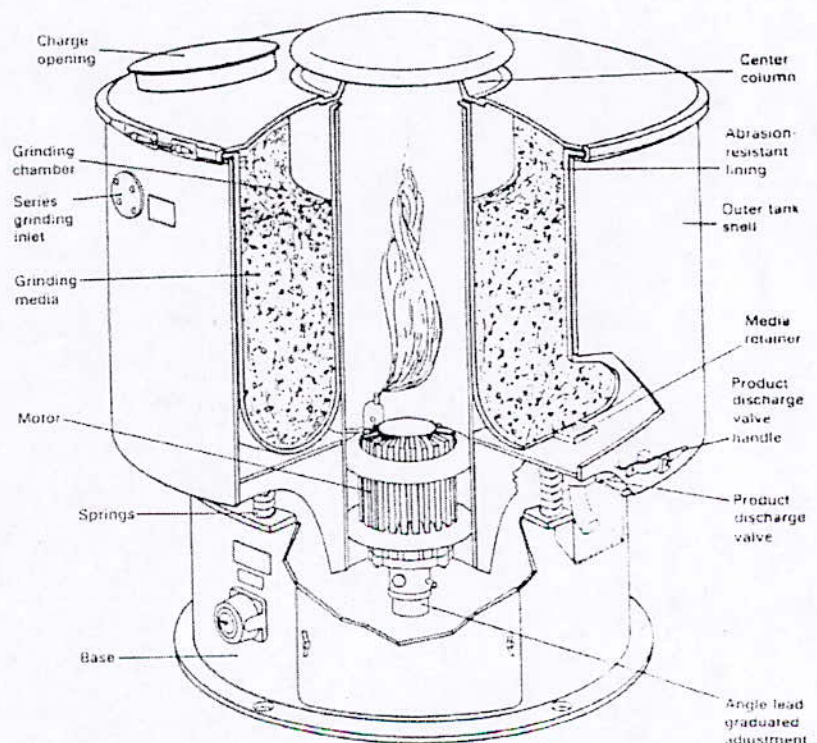
Ces broyeurs sont équipés avec des chambres de broyage en forme de cylindres verticaux avec un axe solide au centre.

Le moteur à double extrémité avec des poids excentriques qui est fixé au fond de la chambre, génère des vibrations tridimensionnelles à haute fréquence. L'ensemble du moteur et de la chambre est monté sur une base qui repose sur des ressorts. La vibration du milieu broyant à l'intérieure de la chambre, crée l'action de broyage. Les vibrations sont

transmises à partir des cotés et de la base de la chambre au milieu broyant, les particules prises à l'intérieure du milieu sont cassées par l'effet de l'impaction à haute fréquence.

Le milieu est emballé pour donner une densité d'empaquetage plus au moins maximale. La masse empaquetée tourne lentement dans un plan horizontal, et s'élève légèrement au voisinage des parois extérieures de la chambre et descend en approchant les parois intérieures. Ce mouvement facilite la distribution de charges dans le cas d'un broyage à sec, et sert à maintenir les solides en suspension dans le cas d'un broyage humide. Le broyeur **SWECO**, n'est pas très utilisé pour le broyage des poudres métalliques, il est particulièrement mal adaptable pour les métaux de haute densité, car les hautes densités causent l'entassement des particules et qui deviennent plaquées.

Figure II.22
Le broyeur
SWECO pour le
broyage humide à
vibration [20]



II.4.4 les broyeurs à attrition

Le broyage dans un broyeur à attrition figure II.23 , est influencé par l'action de remuement d'un agitateur qui a un axe de rotation verticale avec des bras horizontaux . La rotation de l'agitateur cause un mouvement différentiel entre les boulets et le matériau au cours du broyage. Par ce fait, le degré de contact en surface est plus haut que celui atteint dans le broyeur Tumbler ou à vibration.

Le broyage est accompli par l'effet des forces d'impact et de cisaillement. Le produit broyé est percuté par les boulets se déplaçant suivant différentes trajectoires, et qui se heurtent à l'intérieure de la charge.

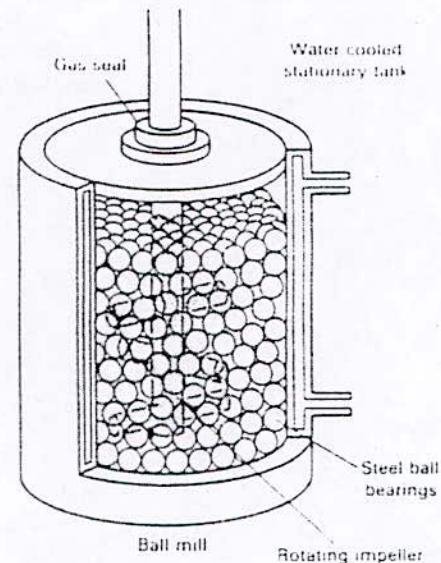


Figure II.23

Le broyeur à attrition [20]

Tandis que les broyeurs à boulets utilisent de gros boulets (12.7mm au plus) et tournent à des vitesses de rotation de l'ordre de 10 à 50 rpm, le broyeur à attrition utilise des billes de 3 à 6mm avec un agitateur qui tourne à des vitesses de l'ordre de 60 rpm pour les unités de production et à 300 rpm pour les unités de laboratoire. La puissance d'entrée dans un broyeur à attrition est utilisée pour agiter le milieu, et non pour faire tourner ou vibrer le lourd contenu de récipient.

Pour les matériaux durs tels que les céramiques, les carbures et les métaux durs, les broyeurs à attrition sont plus efficaces que les broyeurs conventionnels à vibration ou Tumbler. Les avantages essentiels de broyeur à attrition pour le mélange et le mixage des poudre des outils de coupe en tungstène carbure /cobalt incluent un court temps, de broyage, et une production de particule de taille fine (de l'ordre de micron).

Les broyages à attrition broient effectivement les métaux dans une atmosphère inerte, comme pour les processus d'alliage à l'état solide ou mécanique, comparés au gros broyeurs à boulets Tumbler ou à vibration. Par conséquent, les broyeurs à boulets Tumbler sont normalement utilisés pour une production de 135 à 180 kg/ jour.

II.4.4.1 Le mécanisme de broyeur à attrition

L'arbre central tournant d'un broyeur à attrition équipé de bras horizontaux robustes. Exerce une action d'agitation, suffisante pour culbuter le milieu broyant aléatoirement à travers le volume entier, causant un mouvement irrégulier par :

- L'action de l'impact sur le milieu.
- La force de rotation dans le milieu.
- Les forces de culbutage.

Pour le broyeur fin, les forces d'impact et de cisaillement doivent être présentes simultanément. Dans le broyeur à attrition, l'impact est causée par le contact constant du milieu de broyage, dû au mouvant irrégulier. L'action de cisaillement est produite par le mouvement aléatoire des boulets dans différentes directions de rotation. La plus grande agitation du milieu agit au point qui se trouve au deux tiers du chemin à partir du centre. Le broyage n'agit pas sur les parois de la chambre, qui sert non comme surface de broyage mais comme récipient.

Dans le broyeur a attrition, le temps de broyage est relie aux diamètre des boulets et la vitesse de l'agitateur par :

$$t = \frac{kd}{\sqrt{n}} \quad (\text{II.4})$$

t : temps de broyage requis pour donner une certaine taille moyenne.

k : une constante qui varie avec le type de milieu et du broyeur utilisé.

d : diamètre des boulets .

n : vitesse de l'arbre en tr/mn.

Les broyeurs à attrition sont classés en deux types : broyeur à attrition à fournée continue et à circulation.

Dans le broyeur à fournée, le matériau est introduit dans la chambre et est broyé juste à une taille de particule voulue. Les parois de la chambre sont revêtues de telle façon que l'eau chaude ou froide circule pour contrôler et maintenir la température de la fournée. Les broyeurs à attrition à fournée peuvent broyer des matériaux de haute densité comme les carbures de tungstène. Ces broyeurs peuvent aussi broyer les matériaux visqueux, et ils sont recommandés pour le broyage à sec et pour la désintégration des métaux durcis.

Le système de broyage à circulation comprend un broyeur à attrition avec un grand réservoir, généralement dix (10) fois plus grand que le volume de l'unité de broyage. Les broyeurs à attrition ont généralement des taux élevés de pompage. Normalement, le contenu du réservoir passe à travers le système à raison de dix (10) fois par heure.

Les avantages des broyeurs à attrition à circulation sont les grandes quantités de matières pouvant être manipulées avec un investissement minimum dans le milieu de broyage et de l'équipement.

II.4.5 Le processus d'impact Coldstream

Le processus Coldstream est un processus à vitesse élevée, durant lequel le matériau est entraîné par un courant de gaz pour ensuite s'écraser sur une cible stationnaire. Après que le matériau heurte la cible, il se fracasse, et il est enlevé de la chambre d'impact par aspiration. le matériau est ensuite transporté vers un classificateur, qui permet aux

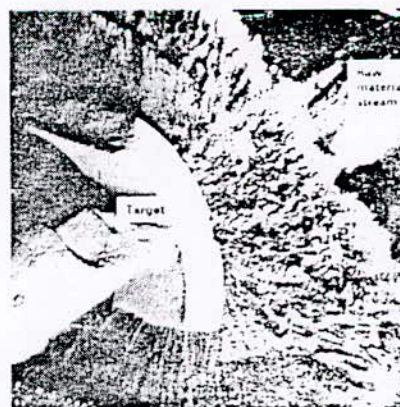
particules de grosse taille de tomber dans un récipient de stockage pour un impact ultérieur contre la cible. Le produit final est séparé par le classificateur, puis transporté dans les conteneurs de collection.

La chambre dans ce procédé est revêtue avec des carbures de tungstène ou un autre matériau résistant à l'usure. La lance supersonique et la cible sont fabriquées à partir des carbures de tungstène cimentés, mais d'autres matériaux résistants à l'usure ou les produits en cours de pulvérisation peuvent être utilisés pour fabriquer ces composantes. La figure (II.24) montre un courant de matériau brut à grande vitesse percutant une cible, et se fracasse.

Le procédé d'impact Coldstream est utilisé pour pulvériser les matériaux durs, abrasifs et relativement chers, comme les carbures de tungstène, le molybdène, les aciers à outils, le béryllium et d'autres alliages. Le processus convertit rapidement des particules atteignant 6 mesh à une taille de l'ordre de micro. Les avantages de ce 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.

Le coût élevé de traitement additionnel Coldstream 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. Durant le procédé Coldstream, le film fragile d'oxyde est rayé du métal puis fracassé en fine poussière. Le procédé Coldstream produit en général une poudre d'oxyde, qui est ultérieurement séparée de la poudre de métal produite.

Figure II.24
Courant de matériau brut percutant
une cible dans le procédé d'impact
Coldstream [20]



II.4.6 Le broyage de haute énergie

Les broyeurs à vibration, à attrition, et les broyeurs Tumbler de grand diamètre peuvent être classés comme des broyeurs de haute énergie, et peuvent être effectivement

utilisés dans les processus d'alliage à l'état solide ou mécanique. Figure (II.25) fournit la capacité d'équipement typique de réduction de taille pour le broyage d'un matériau de taille initiale donnée à une taille de produit voulue, lorsque l'objectif de broyage est la pulvérisation des matériaux céramiques ou des matériaux métalliques durs et /ou fragiles. Les applications qui conviennent au broyage de haute énergie incluent :

- La production de poudre métallique sous forme de flocons (flaconnage).[12],[14].
- L'alliage mécanique.[6],[7],[10],[15],[16].
- Les poudres composites,[18].
- Le contrôle de la forme des particules.
- Le contrôle de la coulabilité des poudres.
- Le contrôle de la densité apparente des poudres.
- Le carbure de tungstène et ses alliages.
- Le mélange par métallurgie des poudres[18].
- L'alliage des éléments non miscibles à l'alliage[10].
- Le contrôle de la taille des particules.
- Les poudres ultra fines.[8],[19].
- Le frittage activé.[7].

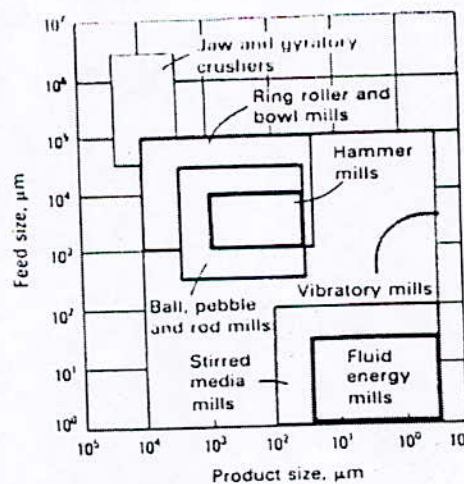


Figure II.25
Les capacités typiques de taille des classes communes d'un équipement de réduction des tailles [20]

II.4.7 Les broyeurs de Hammer et Rod

Les broyeurs de Hammer et Rod sont utilisés dans l'industrie de la métallurgie des poudres pour broyer de grande quantité de gâteaux frittés, qui sont un produit intermédiaire dans la production des poudres métalliques par la réduction des oxydes. Si de telles poudres sont destinées à être utilisées dans les processus conventionnels de la métallurgie des poudres, il est nécessaire qu'elles possèdent de bonnes caractéristiques de résistance à vert et de compressibilité. Pour ces raisons les gâteaux frittés doivent être réduits en une poudre dont la taille est inférieure à 80 mesh. La figure II.26 montre des particules de poudres de cuivre en forme de bloc, produites par un broyeur de type Hammer d'un gâteau spongieux fritté.

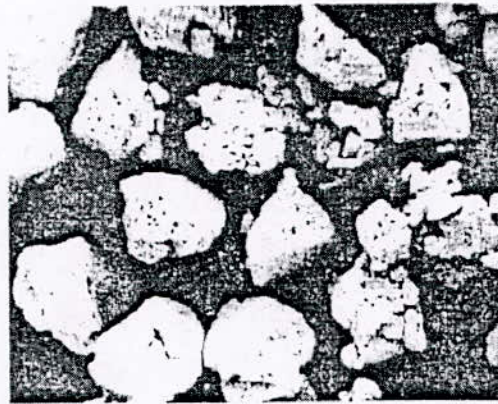


Figure II.26 Particules d'une poudre de cuivre broyée à partir d'un oxyde réduit dans un broyeur Hammer [20]

Chapitre 3 : production des poudres de cuivre et ses alliages

III.1 Introduction

Les poudres commerciales des alliages de cuivre incluent les laitons, les bronzes, et les alliages à base de Nickel-argent, et sont fabriqués de la même manière. Habituellement, les mêmes méthodes de fabrication sont utilisées pour compléter le processus de fusion, d'atomisation, et de mélange d'un lot ou d'une fournée.

Le processus d'élaboration des poudres est similaire à une opération de fonderie dans la quelle des métaux vierges de haute pureté sont chargés dans un four de fusion avec des fournées pré-pesé, pendant un temps, et pour une température prédéterminée. Les matériaux bruts de haute pureté sont exigés, car la fusion produit un minimum de raffinement. Pour assurer la continuité, l'homogénéité et une atomisation non interrompue, la fournée en fusion est transportée dans un second four avec une grande vitesse de fusion que le premier. Une opération de chauffage est préférable au moins dans un four, pour assurer un mouvement constant du métal, requis pour l'homogénéité de l'alliage.

L'atomisation est accomplie par la particularité de courant de fusion contrôlé et à coulabilité constante, émis depuis le second four par une pression moyenne d'air sec. Une fusion typique suivie par une atomisation est montrée dans la figure III.1. une réduction excessive n'est pas exigée pour les classes standards de la métallurgie des poudres.

Après un refroidissement à l'air, la poudre atomisée est collectée, et subit un premier contrôle par tamisage, pour enlever les particules de grande taille. L'ajustement de la distribution de la taille des particules d'un quelconque alliage est accompli par une manipulation contrôlée de taux de fluide atomiseur et/ou de la température de métal en fusion. Finalement, la poudre tamisée peut être mélangée avec des lubrifiants organiques sec, comme le lithium, pour sont utilisation dans l'industrie de la métallurgie des poudres des composants structuraux.

Une grande variété d'alliage à base de cuivre peut être produite par le processus d'atomisation ; cependant, les applications commerciales de la métallurgie des poudres sont normalement limitées à un domaine étroit de compositions spécifiques de phase alpha.

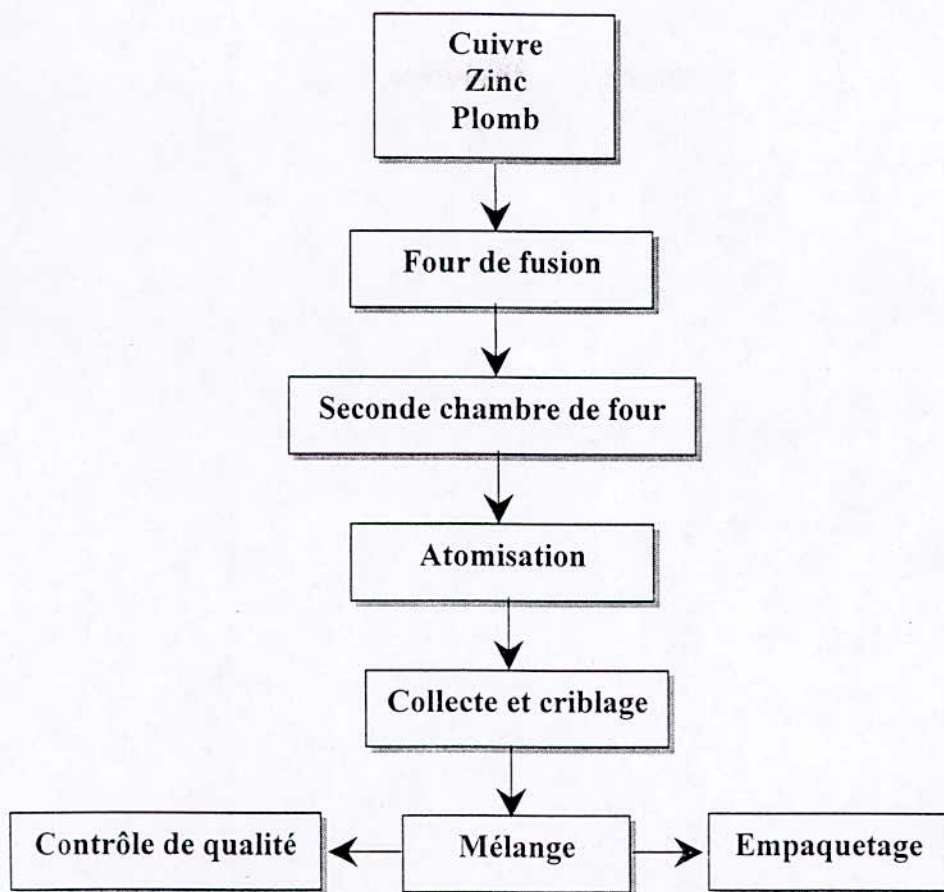


Figure III.1 : Schéma d'écoulement d'une poudre d'un alliage de cuivre atomisé.

III.2 Les laitons

Les laitons comprennent la majeure partie des poudres d'alliage à base de cuivre utilisée dans la fabrication des pièces, en comparaison avec les bronzes pré alliés, et les matériaux de Nickel-Argent. Les poudres typiques de laiton Cu-Zn contiennent des teneurs en zinc allant de 10 à 30%. Le plomb peut être additionné en petites quantités (1 à 2%) pour améliorer l'usinabilité de compact fritté. Une photomicrographie d'une poudre d'un alliage qui contient 80% Cu-18% Zn- 2% Pb est montrée dans la figure (III.2). Les températures de fusion de ces alliages varie de 1045 °C pour 90% Cu-10% Zn à 960 °C pour 70%Cu- 30%Zn. Ce qui fait que la température de fusion de l'alliage diminue quand la teneur en Zinc augmente[21].

Une surchauffe additionnelle ou un excès de température de fusion de l'alliage, dépend des pertes de chaleur à l'intérieur de système d'élaboration et des propriétés physiques exigées de la poudre atomisée. Les propriétés physiques typiques d'un alliage de laiton sont données dans le tableau (III.1.)



Figure III.2 : Photomicrographie d'un laiton préallié, atomisé à l'air (80% Cu-18% Zn-2% Pb) [21]

Propriétés	laiton(a)	bronze(a)	Nickel-Argent(a)(b)
Analyse par tamisage, %			
+100 mesh.....	2.0 max.	2.0 max.	2.0 max.
-100 +200.....	15-35	15-35	15-35
-200 +325.....	15-35	15-35	15-35
-325.....	60 max.	60 max.	60 max.
les propriétés physiques			
Densité apparente.	3.0-3.2	3.3-3.5	3.0-3.2
Taux de coulée.....	24-26		
Propriétés mécaniques			
Compressibilité(c) à 414 MPa (30 tsi).g/cm ³	7.6	7.4	7.6
Dureté à vert (c) à 414 Mpa (30 tsi). Mpa(psi).....	10-12 (1500-1700)	10-12 (1500-1700)	9.6-11(1400-1600)
(a) Taille nominale moyenne en mesh : laiton.-60 mesh ; bronze.-60 mesh ; Nickel-argent.-100mesh.			
(b) Ne contient pas de plomb,			
(c) Les données de compressibilité et de dureté à vert des poudres lubrifiées avec 0.5% de seterate de lithium			

Tableau III.1 Les propriétés physiques des alliages de laiton, de bronze et de l'alliage Nickel – Argent [21]

III.3 Les bronzes

Les bronzes pré alliés et atomisés ne sont pas utilisés largement dans la fabrication des pièces compactées à base de poudre, à cause de la forme nodulaire de leurs particules et de leur densité apparente très élevée. Deux facteurs qui contribuent à donner au compact une densité à vert médiocre. Les compositions courantes des pré-alliés sont 90% Cu – 10%Sn et 85% Cu – 15% Sn, élaborés de ma même manière que les poudres de laiton excepté que le cuivre et l'étain utilisés sont de grande pureté. Une photomicrographie d'une poudre d'un alliage de composition de 89% Cu – 9% Sn – 2% Zn est montré dans la figure (III-3). Et les propriétés physiques d'un alliage de bronze sont données dans le tableau (III-1) [21].



Figure III.3 : Photomicrographie d'un alliage de bronze (89%Cu-9% Sn-2% Zn) préallié, atomisé à l'air. (G=165) [21].

III.4 : Les argents au Nickel

Un seul alliage à base de nickel- Argent, de composition 65%Cu – 18% Ni – 17% Zn est couramment utilisé dans l'industrie de la métallurgie des poudres. Cet alliage peut être modifié par une addition de plomb pour augmenter son usinabilité. L'élaboration par fonderie est similaire à celle utilisée pour les laitons, sauf que la température de fusion s'élève à plus de 1093°C. Une photomicrographie d'une poudre d'un alliage de composition 63%Cu – 18% Ni – 17% Zn – 2% Pb est montrée dans la figure (III.4).Et les propriétés physiques typiques d'un alliage de composition Nickel - Argent est données le tableau (III.1) [21].

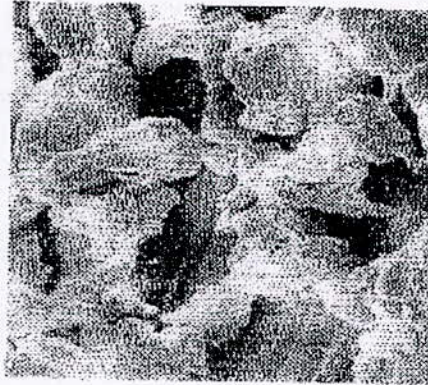


Figure III.4 : Photomicrographie d'un alliage Nickel-Argent (63% Cu-18% Ni-17% Zn-2% Pb) Préallié atomisé à l'air [21].

Chapitre IV : Procédure expérimentale

IV.1 Introduction

Le présent travail traite un sujet très important dans le domaine de l'industrie métallurgique, à savoir la récupération et le recyclage des déchets provenant de l'usinage des pièces métalliques.

Le procédé de recyclage consiste à réduire les copeaux à l'état de poudre, après un traitement pour plus de pureté, on procède à la mise en forme de la poudre par compactage, les pièces ainsi produites sont frittées pour leur donner les propriétés voulues. Plusieurs paramètres peuvent influencer la taille de la poudre lors de sa production par broyage, à savoir :

- le temps de broyage.
- La charge broyante.
- La vitesse de broyage.
- La masse broyée.
- La taille initiale des copeaux.
- L'environnement de broyage.

Tout en travaillant dans des conditions optimales déjà élucidés dans une étude altérieur nous allons essayer de montrer l'influence des trois paramètres suivants : la masse broyée, l'environnement de broyage et la vitesse de broyage.

IV.2 Déroulement des expériences

Pour l'élaboration de notre poudre métallique, nous avons eu en premier lieu à produire des copeaux à partir d'un barreau cylindrique en bronze par usinage au tour.

Après caractérisation par tamisage et pesée de ces copeaux, et pour des paramètres définis par l'expérience on procède à leur broyage.

La poudre obtenue après cette opération est caractérisée par tamisage et pesée pour déterminer sa taille , ensuite, et dans le but d'une bonne observation microscopique , elle est lavée par une solution d'acide nitrique pour éliminer la couche d'oxyde de fer déposée sur la surface des particules .

IV.3 Description des opérations

IV.3.1 Fabrication des copeaux

Les copeaux sont fabriqués à partir d'un barreau cylindrique en bronze usiné à l'aide d'un tour.

L'avantage de l'utilisation du tour est la possibilité de contrôler la forme et la taille des copeaux.

Les paramètres influençant la nature des copeaux sont :

- La vitesse de rotation du mandrin.
- L'outil utilisé
- La vitesse d'avance de l'outil.
- La pénétration de l'outil.

Pour les besoins de notre expérience on a choisi de fabriquer des copeaux de taille moyenne, pour cela on a utilisé :

- Une vitesse de rotation du mandrin assez faible (60tr/mn) car le barreau à usiner est d'une masse assez grande (20 kg) ;
- Une vitesse d'avance de l'outil de l'ordre de 1mm/s ;
- Un outil coteau droit à charioter ;
- Et une pénétration de l'outil selon l'axe transversal du barreau cylindrique de 0,5mm sur le rayon.

IV.3.2 Caractérisation des copeaux

La caractérisation des copeaux se fait en plaçant une masse de 500 grs de copeaux au dessus d'une série de tamis dont la taille des ouvertures diminue de haut en bas, une vibration de 12min à l'aide d'un vibreur de tamis nous permet de séparer les différentes gammes de taille des copeaux.

Après à l'aide d'une balance électronique on procède à la pesé des refus de chaque tamis pour établir la courbe de distribution des taille, qui après calcul nous donne la taille moyenne des copeaux

IV.3.3 Description de l'opération de broyage

Le broyeur utilisé est un broyeur à boulets à vibration, il est composé d'un moteur électrique à vitesse de rotation de l'ordre de 1390 tr/mn, ce moteur est relié à un réducteur de vitesse à roue et vis sans fin, d'un rapport de réduction de 1/28.

L'ensemble moteur et réducteur est lié par un arbre de transmission à une chambre de forme torique contenant des boulets à l'intérieur, appelée chambre de Broyage.

Lors de l'opération de broyage, et sous l'effet des chocs générés par le mouvement des boulets à l'intérieur de la chambre de broyage, des fissurations apparaissent sur la surface des particules, qui par la suite vont se propager vers le volume pour former des cracks, ce qui va permettre aux particules de se désintégrer en deux ou plusieurs particules secondaires.

Au cours de cette opération, les particules peuvent subir des chocs de trois manières différentes, soit elles sont prises entre deux boulets en contact, ou entre les boulets et les parois de la chambre au cours de la montée des boulets ou aussi par le fait de la chute des boulets.

- **Installation d'un moteur à vitesse variable**

Pour permettre l'étude de l'influence de la vitesse de rotation de la chambre de broyage sur la taille moyenne des poudres produites, et vu que le broyeur dont on dispose opère à une vitesse fixe (50 tr/mn), nous avons procédé à l'installation d'un moteur à vitesse variable.

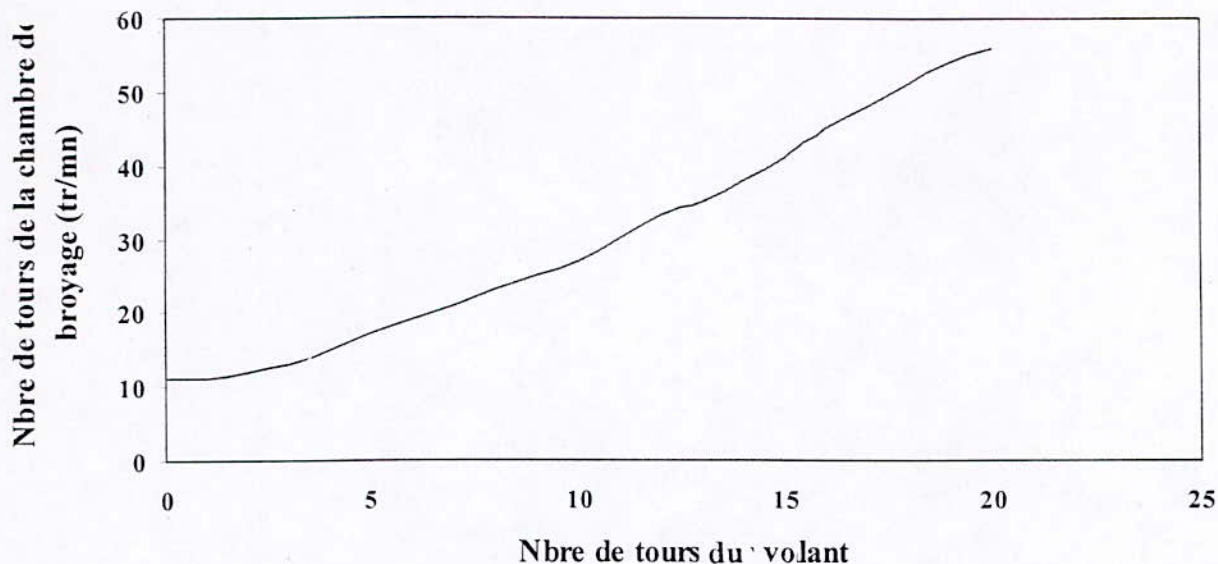
Dans le but de faciliter cette installation, et pour garder l'ancien dispositif (pour pouvoir travailler avec l'un ou l'autre) nous avons relié le variateur de vitesse directement au moteur initial par une liaison flexible.

L'avantage d'une telle liaison est de faciliter la transmission du mouvement, et aussi de récupérer l'écart qui peut se produire entre les deux axes des moteurs.

Le variateur de vitesse est doté d'un volant, qu'actionné dans un sens ou dans un autre permet d'augmenter ou de diminuer la vitesse de rotation à sa sortie. Une fois le dispositif installé, nous avons procédé à la détermination des vitesses de rotation de la chambre de broyage en fonction du nombre des tours du volant en utilisant un tachymètre ; que nous présenterons dans le tableau et le graphe suivant.

Nbre de tours du volant	Nbre de tours de la chambre de broyage (tr/mn)	Nbre de tours du volant	Nbre de tours de la chambre de broyage (tr/mn)
0	11	11	30
1	11	12	33
2	12	13	35
3	13	14	38
4	15	15	41
5	17	16	45
6	19	17	48
7	21	18	51
8	23	19	54
9	25	20	56
10	27		

Tableau V.1



Courbe IV.1 : détermination de la vitesse de rotation de la chambre de broyage en fonction de la vitesse de variateur de vitesse (courbe de calibrage)

IV.3.4 Description de la balance électronique

La balance utilisée est une balance à affichage digital d'une précision de 0,1 gr dotée de quatre appuis qui permettent de la régler d'une façon à avoir une surface horizontale de la palette ; ce qui permet l'obtention d'une pesée exacte du fait de la distribution homogène de la charge sur la palette de la balance électronique

IV.3.5 Description des tamis

Un tamis est un récipient de forme cylindrique qui contient en son fond un filtre de maille carrée ; Pendant le tamisage les particules de taille inférieure au côté de la maille carrée passent à travers le filtre tandis que celles dont la taille est supérieure ou égale à l'ouverture du filtre restent dans le tamis. L'ensemble de ces particules restantes est appelé refus.

IV.3.6 Description de vibreur de tamis

C'est un dispositif qui permet la séparation de la poudre initiale en plusieurs fractions de taille moyenne distincte, en une seule opération de tamisage, pendant un temps de 12 min. Il est constitué d'un moteur électrique générant des vibrations de haute

fréquence, lié à un système qui assure la fixation de la série des tamis, de telle façon que toutes les vibrations soient transmises à la série des tamis.

IV.3.7 Décapage des surfaces des particules

Pour pouvoir bien observer les particules de poudre au microscope, et déterminer ainsi l'influence des paramètres de broyage sur leurs formes. On procède au décapage de la surface des particules par une solution d'acide nitrique, d'une manière à enlever la couche d'oxyde déposée sur ses surfaces, et qui provient du fait que les parois de la chambre, et les boulets utilisés ; sont en acier.

Pour cela on utilise différentes concentrations de l'acide décapant, qui décroissent dans le sens décroissant du diamètre moyen des particules de poudre.

Après avoir introduit la poudre dans un bain de solution d'acide nitrique pendant un certain temps (5 à 20 s), on rince la poudre à l'eau pour empêcher la réaction de l'acide avec le bronze, après quoi la poudre est séchée pour éliminer toute humidité.

Chapitre V : Résultats et interprétations

V.1 Présentation des résultats

V.1.1 Caractérisation des copeaux

Après avoir produit les copeaux de bronze par usinage au tour, nous avons procédé à la caractérisation d'une masse de 500 grs des copeaux par tamisage, puis par pesée des refus dans chaque tamis, les résultats obtenus sont présentés dans le tableau suivant ;

Tamis (μm)	Refus (gr)	%
1700	0.25	0.25
850	0.7	0.14
600	308.8	61.76
425	121.8	24.36
315	53.7	10.74
212	7.4	1.41
160	3	0.6
bas fond	4.4	0.88

Tableau V.1 : Résultats du tamisage des copeaux initiaux.

Après l'opération de tamisage, on calcule la taille moyenne des copeaux en se basant sur la formule suivante :

$$D_m = [(O_1 + O_2)/2]X_2 + [(O_2 + O_3)/2]X_3 + \dots + [(O_n + O_{n+1})/2]X_{n+1} \dots \dots \dots (V.1)$$

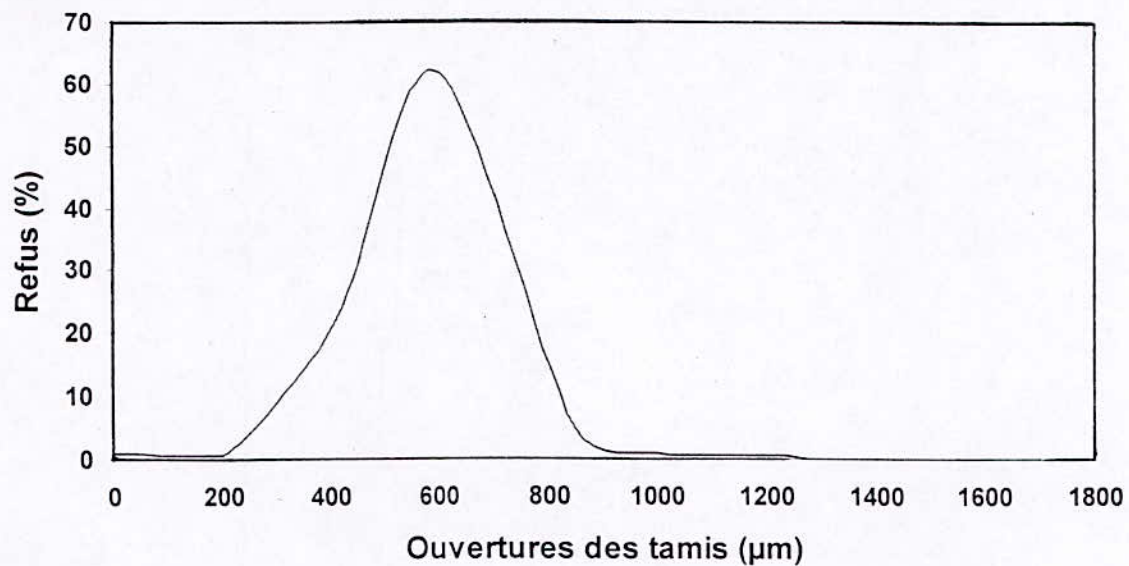
Où :

D_m : taille moyenne des particules en μm ;

O_1, O_2, \dots, O_n : ouvertures des tamis en μm ;

X_1, X_2, \dots, X_n : fraction de poudre retenue par les tamis respectifs.

Après calcul, on trouve : la taille moyenne des copeaux initiaux est égale à 620.69 μm .



Courbe V.1 : distribution de taille pour les copeaux initiaux.

V.1.2 Résultats de l'opération de broyage

Après caractérisation des copeaux, nous avons procédé à leur broyage, en utilisant un broyeur à boulets, dans les conditions suivantes :

- Le temps de broyage = 16 heures;
- Masse broyant = 1368 grs.
- Les boulets utilisés sont des grands boulets.

Les résultats obtenus en utilisant comme paramètres du broyage la masse broyée, l'environnement de broyage, et la vitesse du broyage sont présentés dans les tableaux et figures qui suivent.

V.1.2.1 Etude de l'influence de la masse broyée et de l'environnement du broyage sur la taille moyenne de la poudre

Pour montrer l'influence de la masse broyée et de l'environnement du broyage sur la qualité de la poudre, on a procédé au broyage de trois masses différentes de copeaux (250, 500, 750 grs) dans deux milieux différents : broyage à sec et broyage humide (eau)

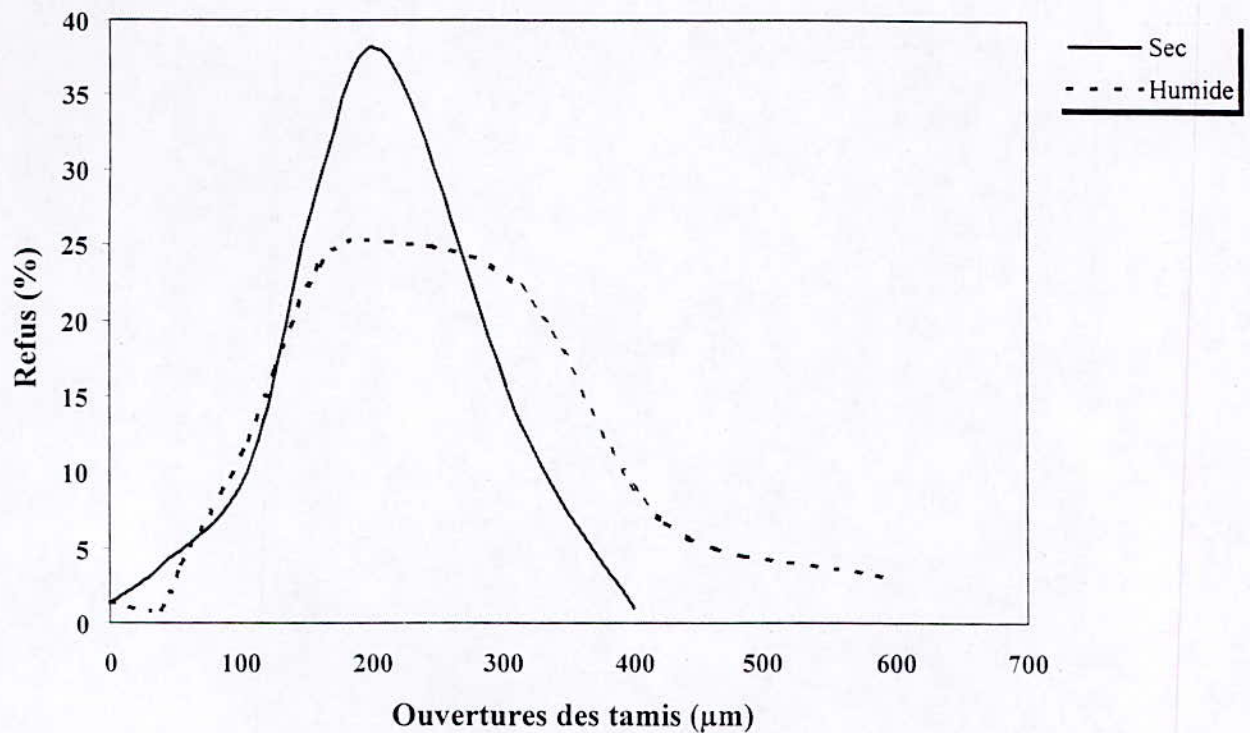
➤ Résultats du broyage de $m_1 = 250$ grs.

Tamis (μm)	Refus (grs)	%
400	2.2	0.88
315	32.4	12.96
212	94.1	37.64
160	73.4	29.36
106	25.3	10.12
38	9.2	3.68
bas fond	3.5	1.4

**Tableau V.2 : résultat de tamisage d'une masse de 250 grs
Broyage à sec
($d_m = 220.01 \mu\text{m}$)**

Tamis (μm)	Refus (grs)	%
600	7.2	2.88
425	16.6	6.64
315	55.3	22.12
212	62.9	25.16
160	59.3	23.72
106	30.6	12.24
53	9.75	3.9
38	2.4	0.96
bas fond	3.3	1.32

**Tableau V.3 : résultats de tamisage après broyage dans un milieu humide d'une masse de 250 grs
($d_m = 263.32 \mu\text{m}$)**



Courbe V.2 : Distribution de taille après broyage sec et humide d'une masse de 250g

➤ Résultats du broyage d'une masse $m_2=500g$

Tamis (µm)	Refus (grs)	%
850	1.6	1.18
500	28.5	5.7
212	246.7	49.34
125	167.5	33.5
63	39.7	7.94
38	8.6	1.72
bas fond	3.1	0.62

**Tableau V.4 : résultat de tamisage d'une masse de 500 grs
Broyage à sec
d.m : 260.02**

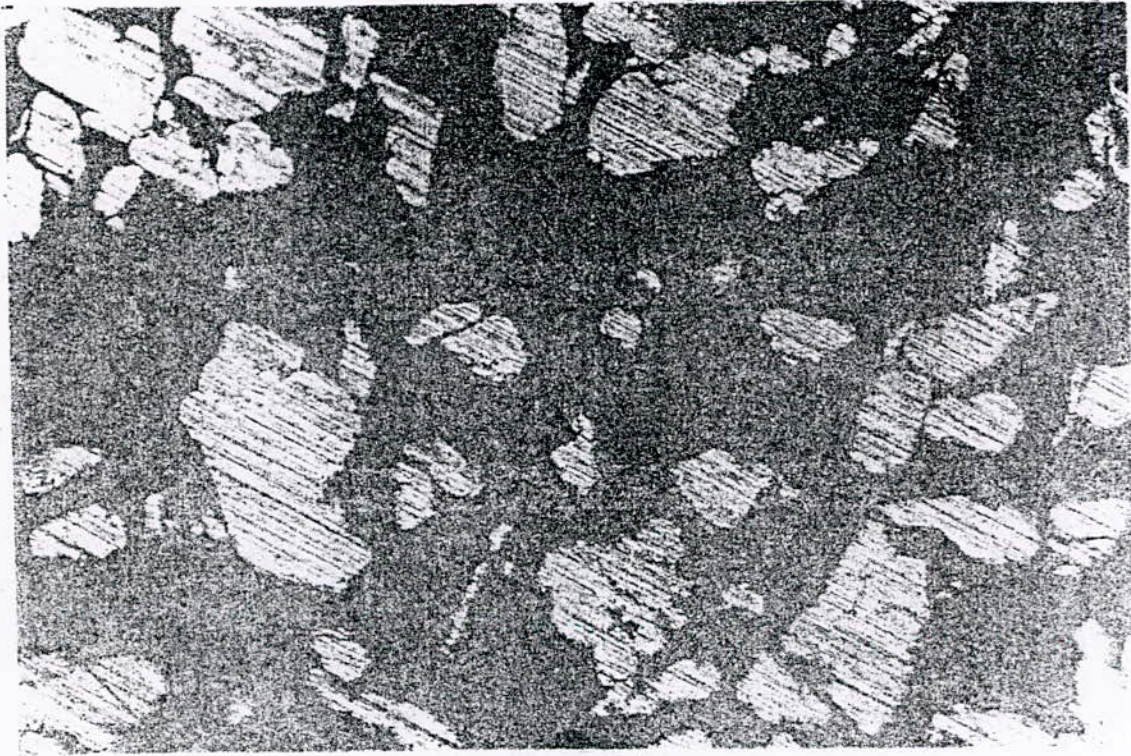
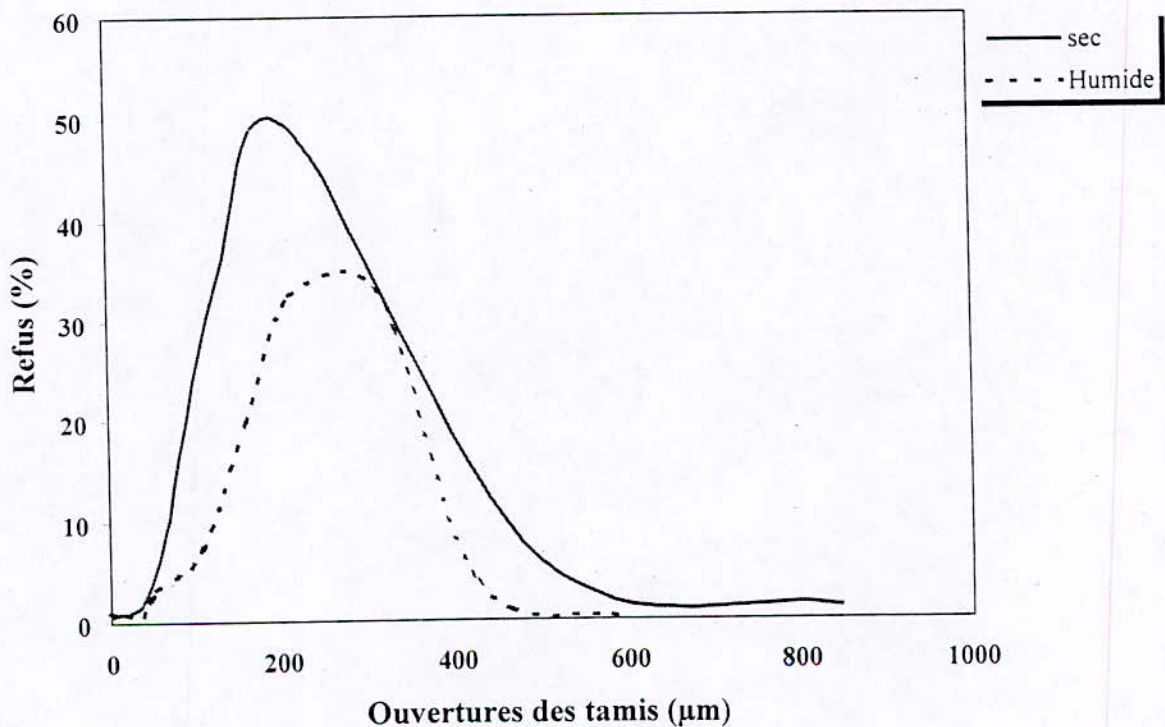


Figure V.1

Broyage à sec d'une masse de 250 grs
Micrographie optique montrant une poudre fine
(broyage optimal)
G = 160

Tamis (μm)	Refus (grs)	%
600	0.7	0.14
425	17.6	3.52
315	164.6	32.92
212	162.7	32.54
160	99.0	19.8
106	35.5	7.1
53	15.7	3.14
38	3.8	7.6
bas fond	5.2	1.04

Tableau V.5 : résultats de tamisage après broyage dans un milieu humide d'une masse de 500 grs
($d_m = 276.55 \mu\text{m}$)



Courbe V.3 : Distribution de taille après broyage sec et humide d'une masse de 500g

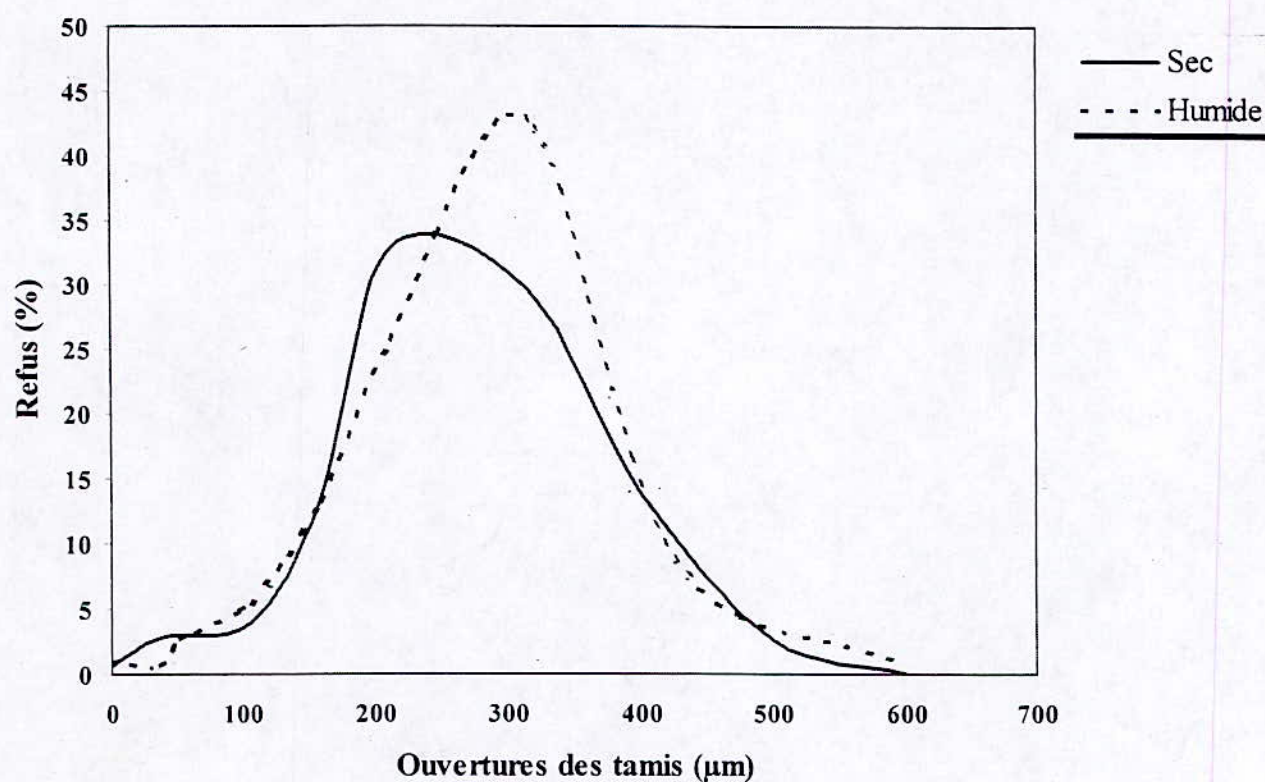
➤ Résultats de broyage d'une masse $m_3 = 750\text{g}$

Tamis (μm)	Refus (grs)	%
600	0.5	0.06
500	19.9	2.65
400	104.0	13.86
315	223.0	29.73
212	246.3	32.84
160	100.4	13.38
106	29.6	3.94
38	20.6	2.74
bas fond	5.3	0.7

Tableau V.6 : résultats de tamisage d'une masse de 750 grs
Broyage à sec
($d_m = 302.47 \mu\text{m}$)

Tamis (μm)	Refus (grs)	%
600	6.1	0.81
425	65.3	8.7
315	321.3	42.84
212	192.8	25.7
160	98.1	13.08
106	40.6	5.41
53	20.5	2.73
38	4.6	0.61
bas fond	7.1	0.94

Tableau V.7 : résultats de tamisage après broyage dans un milieu humide d'une masse de 750 grs
($d_m = 309.89 \mu\text{m}$)

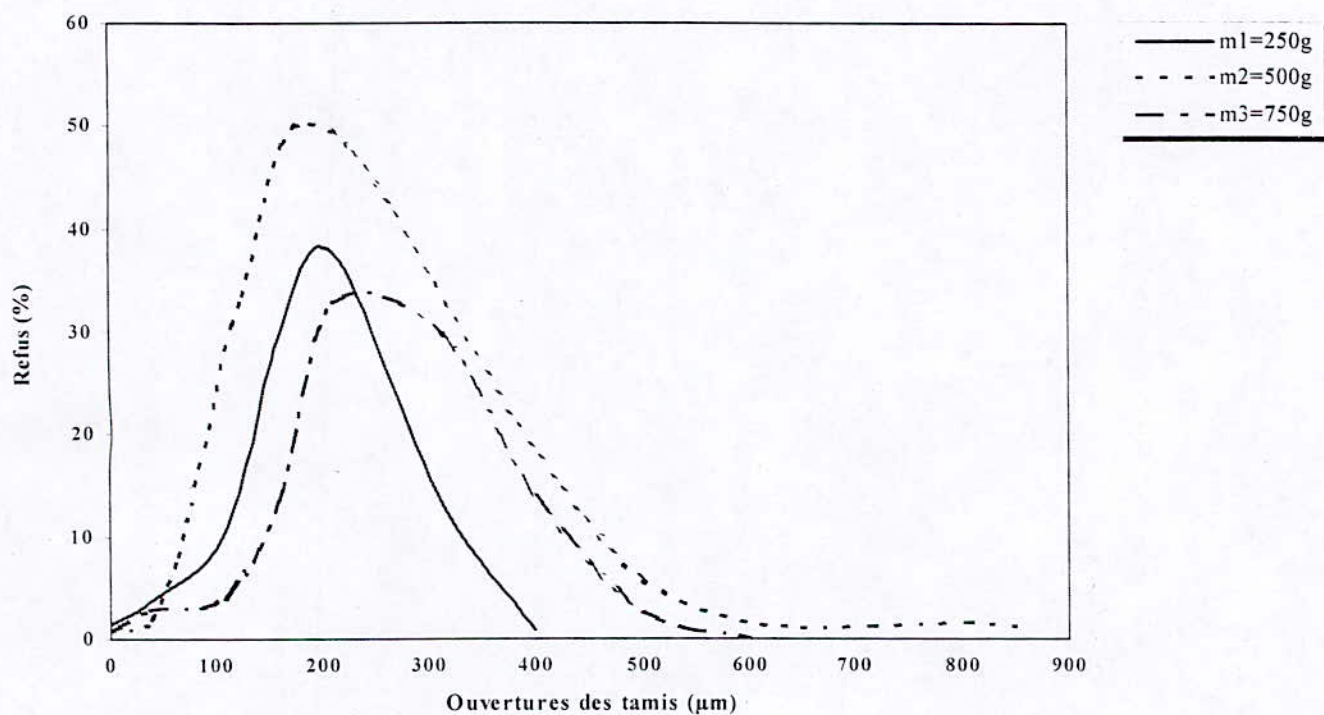


Courbe V.4 : Distribution des tailles après broyage sec et humide d'une masse de 750g

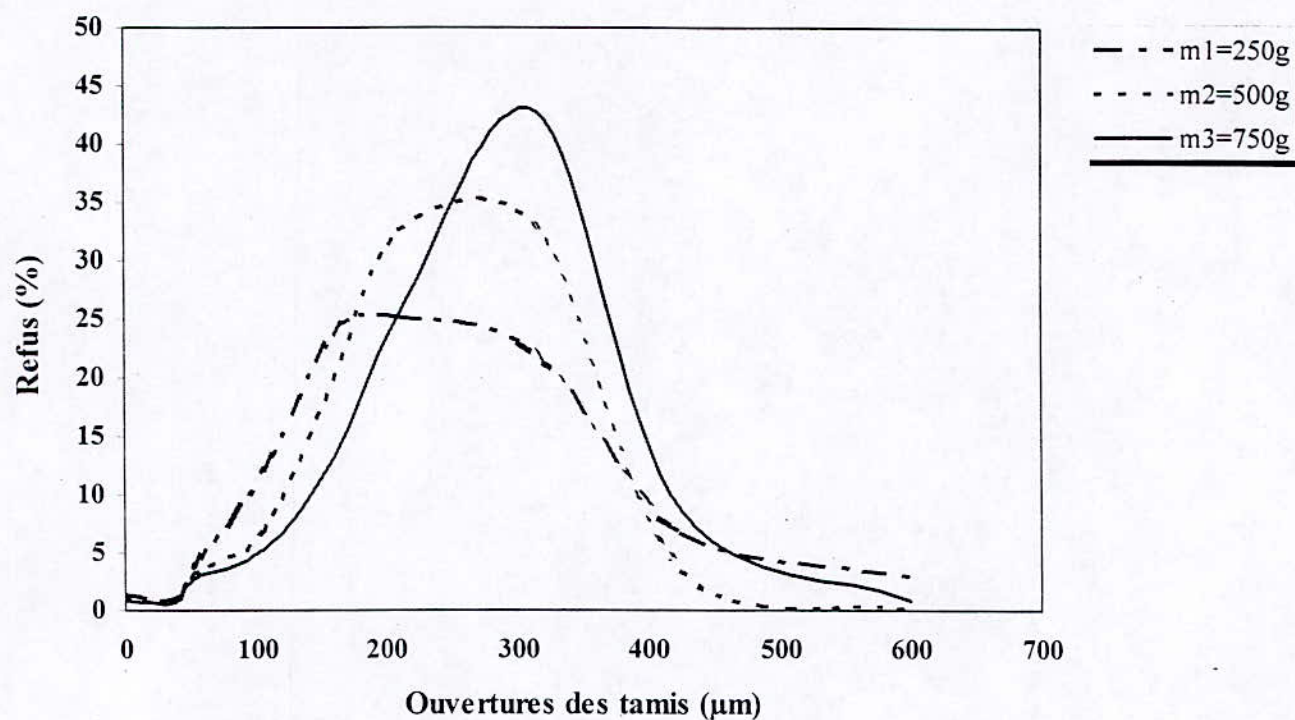


Figure V.2

Broyage à sec d'une masse de 750 grs
Micrographie optique montrant le phénomène d'agglomération
G = 160



Courbe V.5 : Distribution des tailles après un broyage à sec de 250, 500, 750g



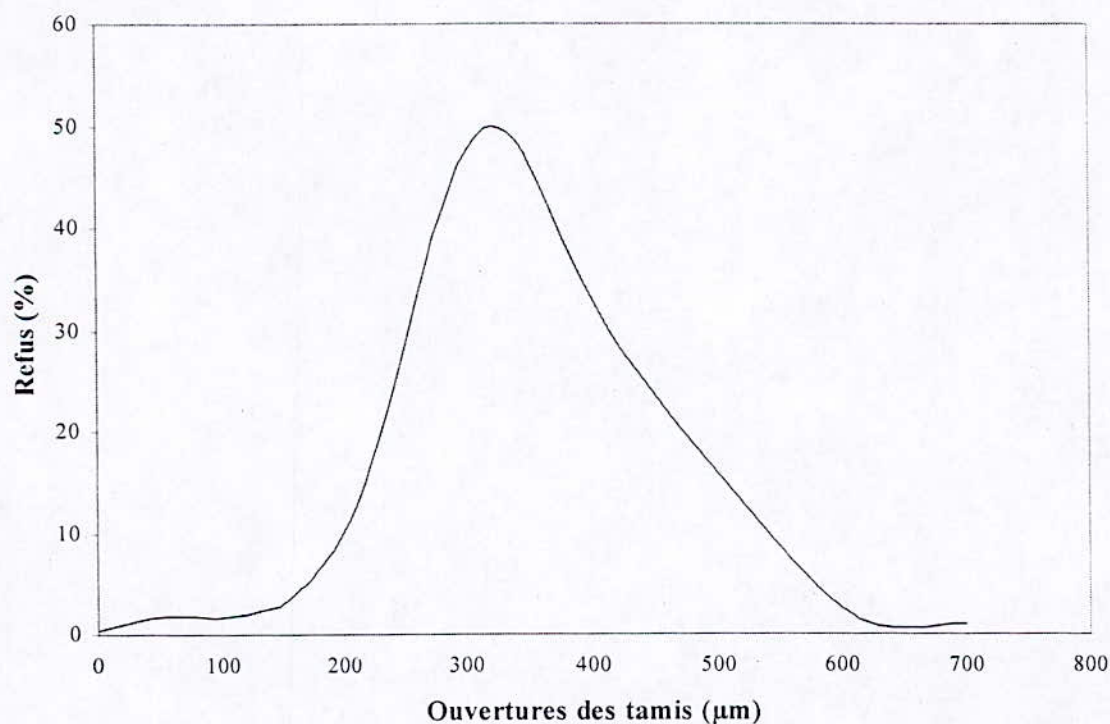
Courbe V.6 : Distribution des tailles après un broyage humide des masses de 250, 500, 750g

V.1.2.2 Etude de l'influence de la vitesse du broyage

➤ résultats de broyage d'une masse de 250 grs à une vitesse de broyage de 11 tr/mn

Tamis μm	Refus en gr	%
600	0.7	0.28
425	69.9	27.96
315	124.3	49.72
212	33.1	13.24
160	10.0	4
106	4.7	1.88
53	4.5	1.8
bas fond	0.8	0.32

Tableau V.8 : résultats du tamisage de $m_1 = 250$ grs à une vitesse de 11 tr/mn
($d_m = 375.26 \mu\text{m}$)



Courbe V.7 : distribution de taille après broyage d'une masse de 250 gr à une vitesse de 11 tr/mn



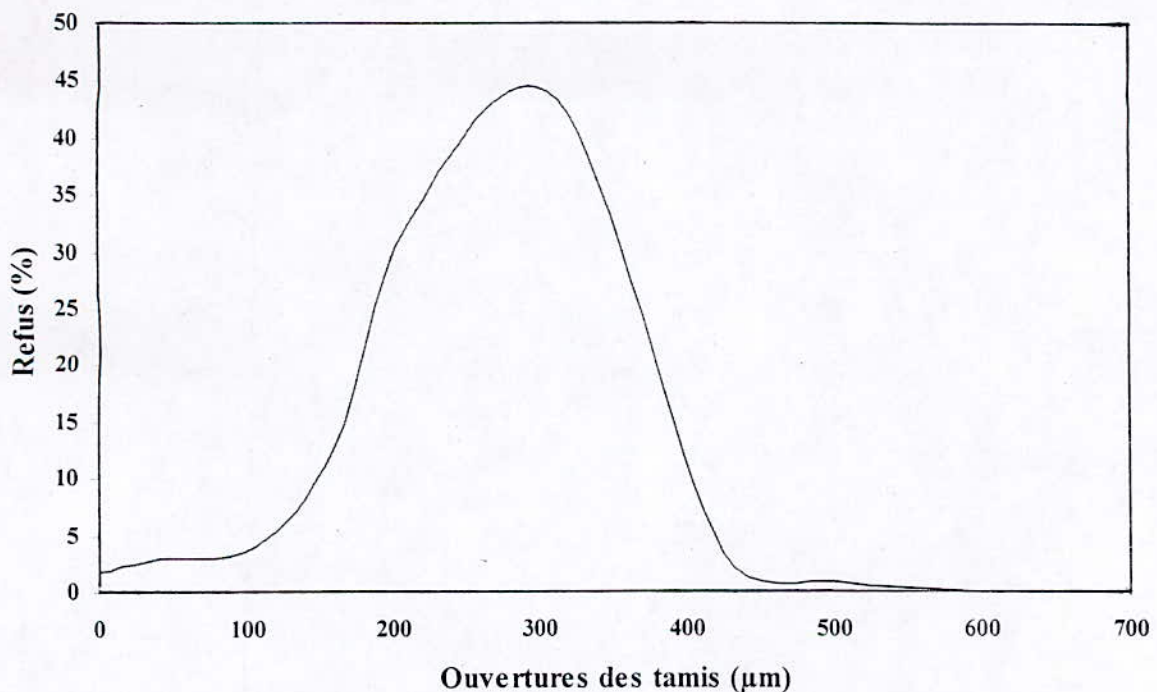
Figure V.3

**Broyage à sec d'une masse de 250 grs à $V = 11\text{tr/mn}$
Micrographie optique montrant fissuration et rupture
 $G = 160$**

➤ Résultats de broyage d'une masse $m_1=250$ grs à une vitesse de 33.5 tr/mn

Tamis μm	Refus en gr	%
600	0.1	0.04
425	6.4	2.56
315	108.3	43.32
212	81.4	32.56
160	32.0	12.8
106	10.1	4.04
53	7.0	2.8
bas fond	4.6	1.84

Tableau V.9 : résultats du tamisage de $m_1 = 250$ grs à une vitesse de 33.5 tr/mn
($d_m = 291.3 \mu\text{m}$)



Courbe V.8 : Distribution des tailles après broyage d'une masse de 250 gr à une vitesse de 35.5 tr/mn

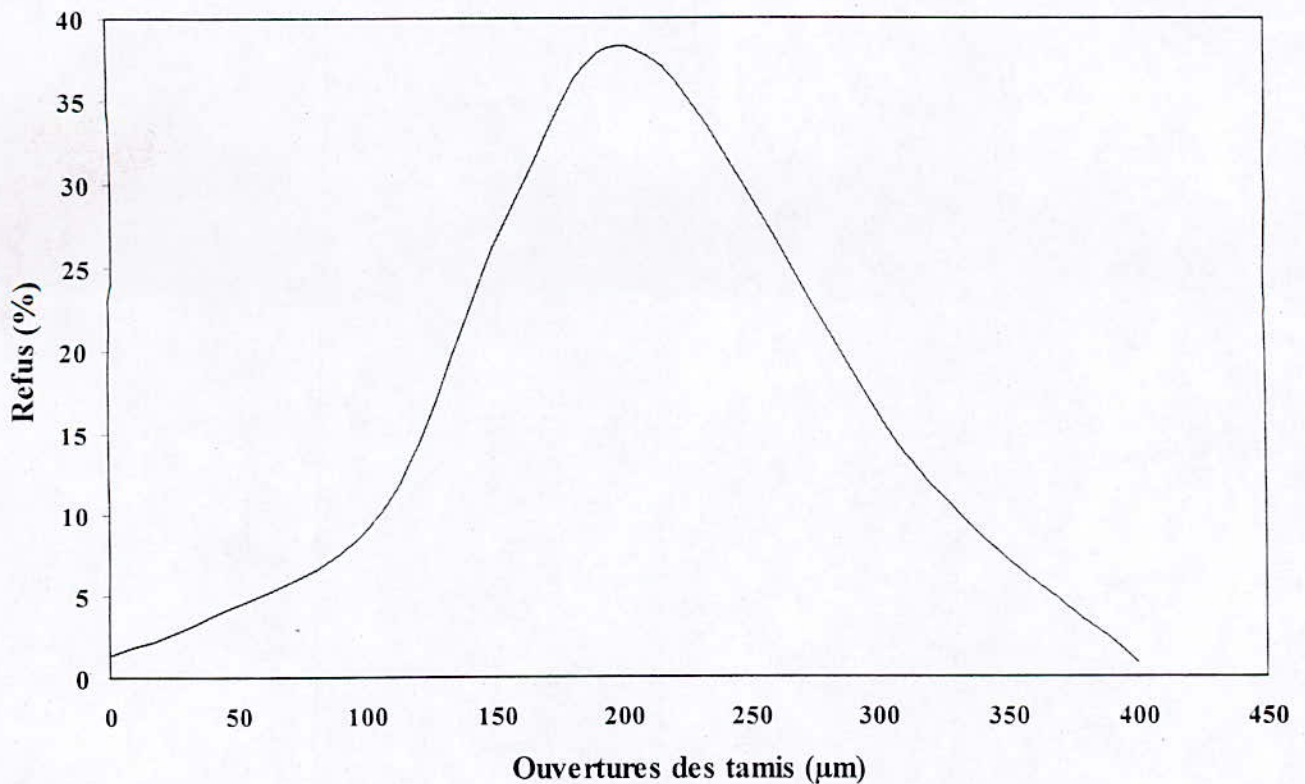


Figure V.4 :

**Broyage à sec d'une masse de 250 grs à $V = 33.5$ tr/mn
Micrographie optique montrant l'amorce d'une fissure
 $G = 160$**

➤ Résultats du broyage d'une masse de 250 grs à une vitesse de 50 tr/mn

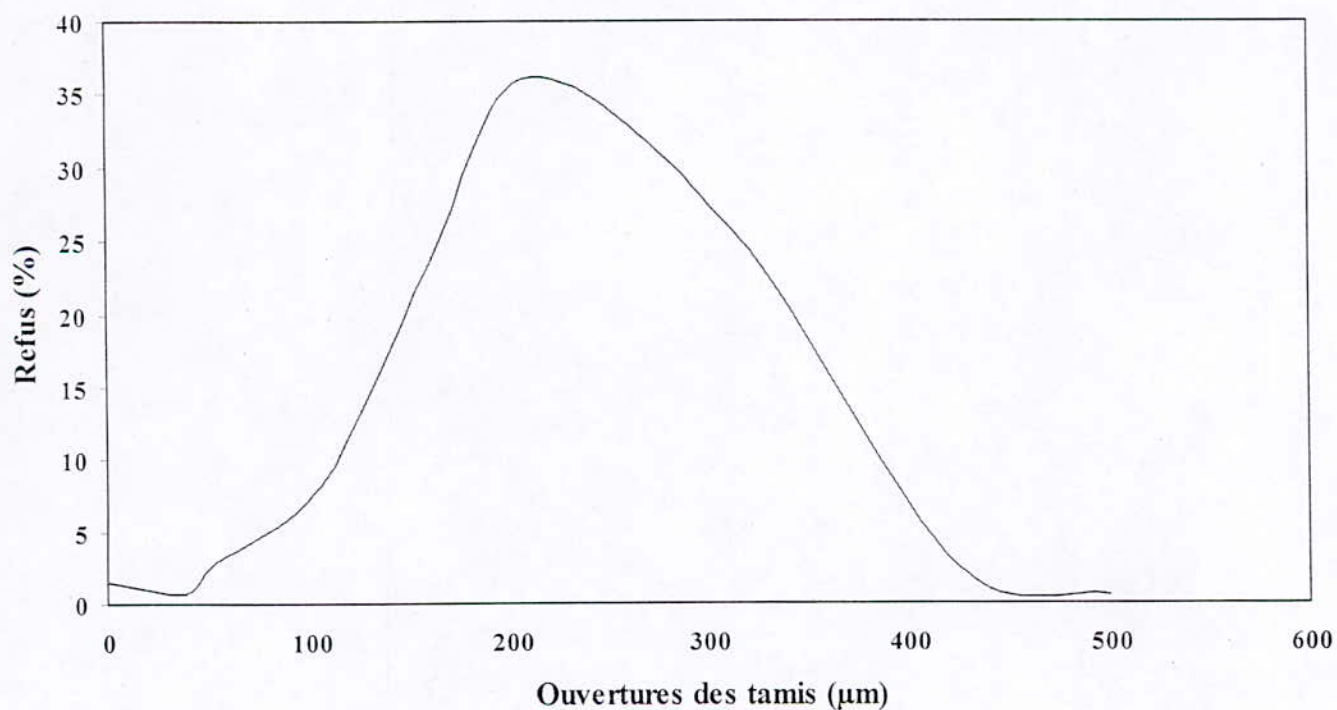
Tamis (μm)	Refus (grs)	%
400	2.2	0.88
315	32.4	12.96
212	94.1	37.64
160	73.4	29.36
106	25.3	10.12
38	9.2	3.68
bas fond	3.5	1.4

Tableau V.10 : résultats du tamisage de $m_1 = 250$ grs à une vitesse de 50 tr/mn

Courbe V.9 : distribution de taille après broyage d'une masse de 250 gr à une vitesse de 50 tr/mn

➤ Résultats du broyage d'une masse de 250 grs à une vitesse de broyage de 56 tr/mn

Tamis (μm)	Refus (gr)	%
425	1.5	0.6
315	63.7	25.48
212	90.5	36.2
160	58.3	23.32
106	20.6	8.24
53	7.2	2.88
38	1.8	0.72
bas fond	3.7	1.48

Tableau V.11 : résultats de tamisage de $m_1 = 250$ grs à une vitesse de 56 tr/mn $(d_m = 249.25 \mu\text{m})$ 

Courbe V.10 : Distribution de taille après broyage d'une masse de 250 gr à une vitesse de 56 tr/mn

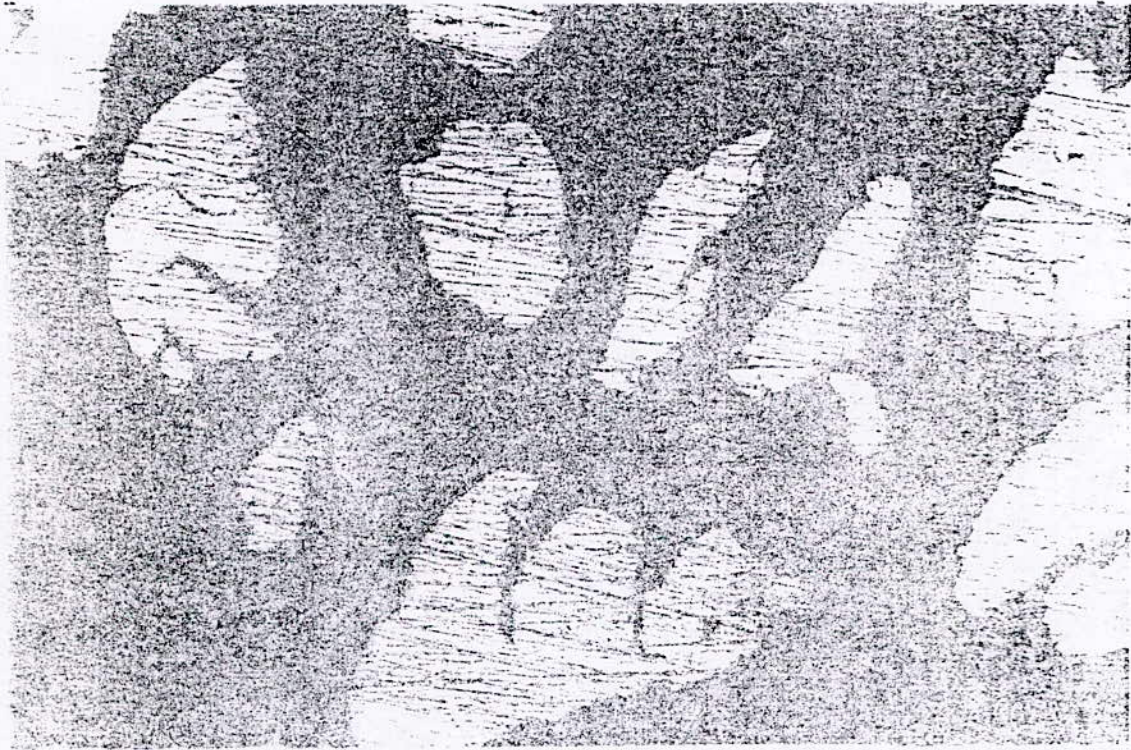
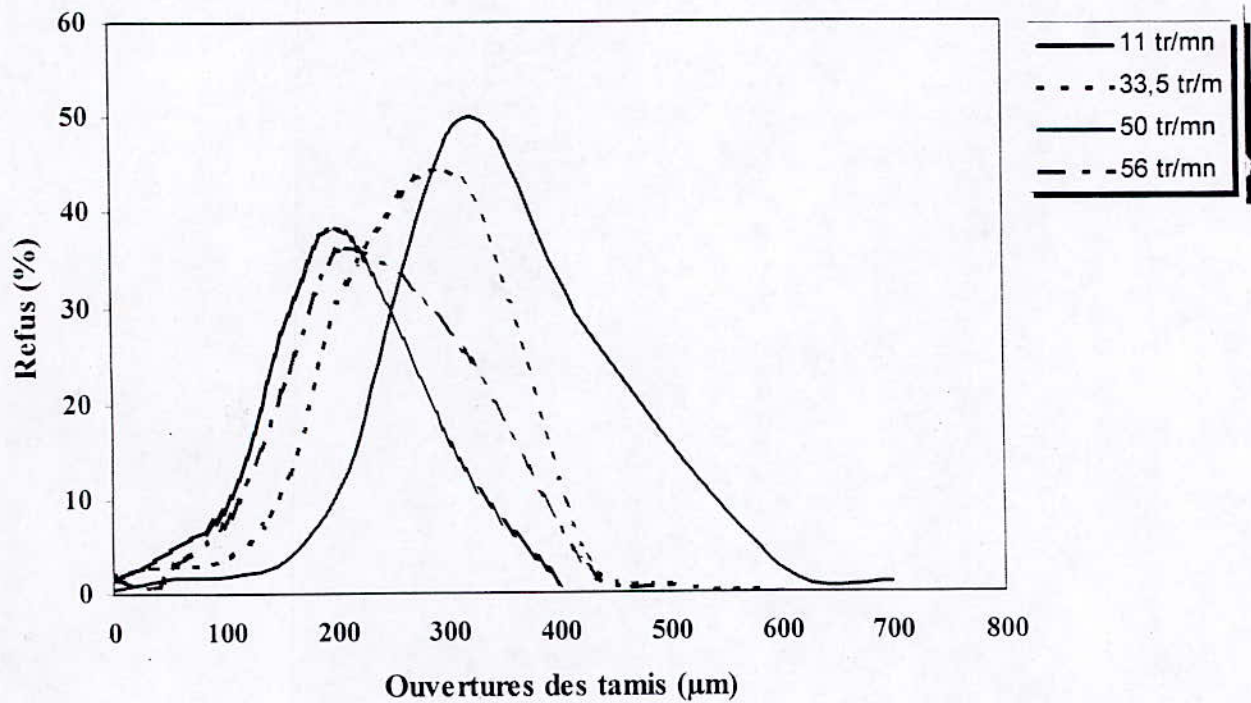


Figure V.5

**Broyage à sec d'une masse de 250 grs à $V = 56$ tr/mn
Micrographie optique montrant un écouissage important suivi de
fissuration et désintégration
 $G = 160$**



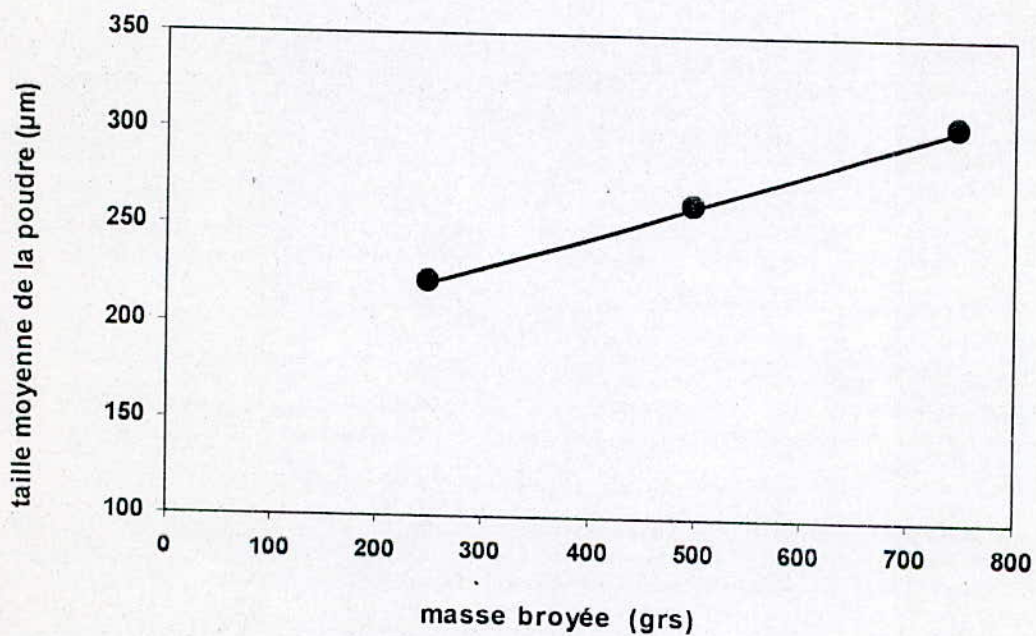
Courbe V.11 : Distribution de taille après broyage à 11, 33.5, 50 et 56 tr/mn

V.1.3 Influence des paramètres de broyage

➤ Influence de la masse broyée sur la taille moyenne des particules

Masse broyée (grs)	Taille moyenne de la poudre (μm)
250	220.01
500	260.02
750	302.47

Tableau V.12



Courbe V.12 : Influence de la masse broyée sur la taille moyenne de la poudre

D'après ce graphe, et en calculant la pente de la droite $x = \text{tg } \alpha_1 = 0.1649$

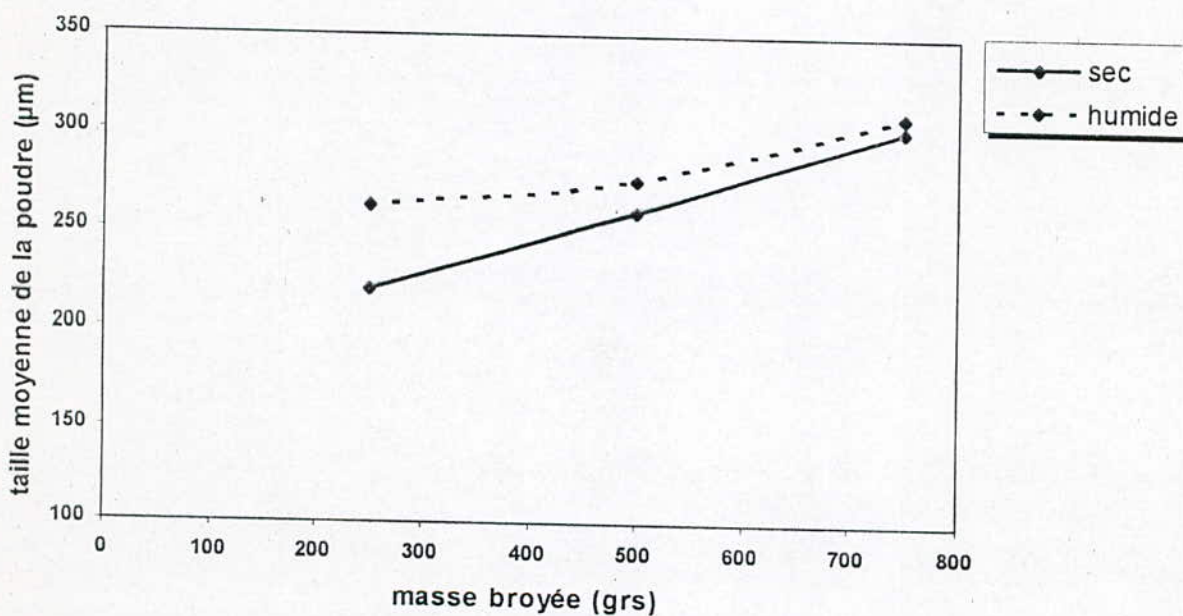
on peut écrire : $d_m \approx M_b^x \approx M_b^{0.1649}$ où

M_b = masse broyée ;

➤ influence de l'environnement de broyage sur la taille des particules

Masse broyée (grs)	Taille moyenne de la poudre (μm)	
	Broyage à sec	Broyage humide
250	220.01	263.32
500	260.02	276.55
750	302.47	309.89

Tableau V. 13



Courbe V.13 : Influence de l'environnement de broyage sur la taille de la poudre

D'après ce graphe, et en calculant les pentes des droites on trouve :

- pour le broyage à sec, la pente $x = \text{tg } \alpha_1 = 0.1649$, d'où $d_{m\text{S}} \approx M_b^{0.1649}$
- pour le broyage humide, la pente $y = \text{tg } \alpha_2 = 0.09314$, d'où $d_{mh} \approx M_b^{0.09314}$

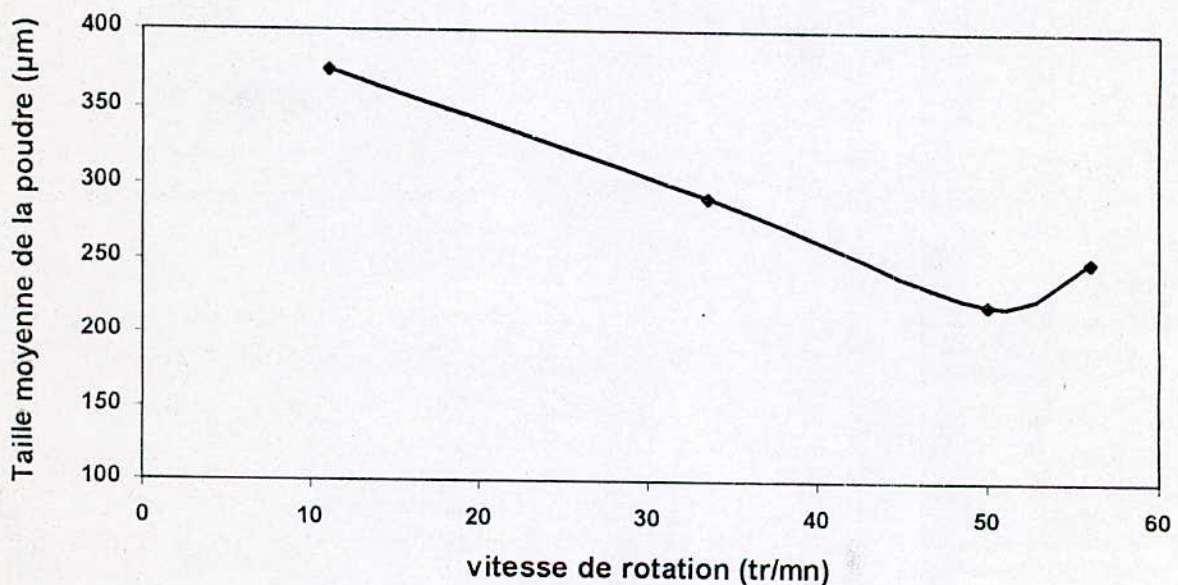
où

M_b = masse broyée ;

➤ Influence de la vitesse de broyage sur la taille moyenne de la poudre

Vitesse de rotation de la chambre de broyage (tr/mn)	Taille moyenne de la poudre (μm)
11	375.26
33.5	291.3
50	220.01
56	249.25

Tableau V. 14



Courbe V.14: Influence de la vitesse de broyage sur la taille moyenne de la poudre

D'après ce graphe, et en calculant la pente de la droite $z = \text{tg } \alpha_3 = -3.9661$

on peut écrire : $d_m \approx V^{-3.9661}$ où

V = vitesse de broyage ;

V.2 Interprétation des résultats

V.2.1. influence de la masse broyée

D'après les résultats obtenus précédemment et en se référant à la courbe V.12, on constate que cette courbe est une droite de pente positive. Aussi la taille moyenne de la poudre varie d'une façon proportionnelle avec la masse broyée, c'est à dire que la taille des particules est plus grande dans le cas d'un broyage d'une grande masse. Et inversement elle est plus petite dans le cas contraire.

En prenant en considération les conditions dans lesquelles sont effectuées les opérations, c'est à dire temps de broyage fixe (16 h), masse broyante fixe (1368 grs, ce qui représente 3 grands boulets), une vitesse de broyage fixe (50 tr/mn) et une taille des copeaux initiaux qui est la même dans tous les cas. On peut expliquer cette variation de la manière suivante :

- Que le remplissage des espaces entre les boulets ou entre les boulets et les parois de la chambre de broyage par les particules de poudre se fait d'une manière identique au cours des trois essais, ce qui fait qu'en augmentant la masse broyée, la quantité ou le nombre de particules à broyer augmentent, et la probabilité qu'une particule soit prise et percutée entre les boulets et les parois de la chambre se trouve diminué. Ce qui est confirmé par les résultats des tableaux V.2, V.4 et V.7. à savoir que le pourcentage des refus retenus dans les tamis des grandes ouvertures est plus grand dans le cas de broyage de 750 grs, que dans celui de 500 ou aussi 250 grs.
- Aussi le choc reçu par les particules de poudre au cours de la chute des boulets est plus grand dans le cas des petites masses à broyer que quand la masse broyée est plus grande. D'une autre manière, il y a une plus grande capacité à absorber et à dissiper le choc pour une grande masse que pour une petite masse.

V.2.2. influence de l'environnement du broyage

Pour le broyage dans un environnement humide, on a utilisé l'eau comme milieu de broyage, qui n'est pas un milieu réactif pour le bronze.

En partant des résultats obtenus des courbes des figures V.6 et V.13, on constate que la distribution des tailles dans le cas d'un broyage humide est plus large que dans le cas des opérations de broyage à sec. Et que la taille moyenne des particules est plus grande dans le cas d'un broyage humide. Cette augmentation de taille on peut l'expliquer de la manière suivante :

- Le milieu broyant (eau) dans lequel les boulets et la charge se déplacent joue un rôle d'amortisseur des chocs. De telle façon que lors de la chute des boulets, l'eau va diminuer de l'importance des chocs des boulets ce qui va diminuer l'énergie nécessaire pour initier la fracture dans les copeaux. Donc l'effet de fragilisation recherchée des particules n'a pas eu lieu.

V.2.3 influence de la vitesse de rotation de la chambre de broyage

A partir des résultats obtenus lors de ces essais, et en se référant à la figure V.14 on remarque que cette courbe est divisée en deux parties. Dans la première partie, la taille moyenne de la poudre est inversement proportionnelle à la vitesse de broyage. C'est à dire que la taille moyenne des particules diminue en augmentant la vitesse de broyage jusqu'à une valeur critique de $220.01 \mu\text{m}$ qui correspond à la vitesse de broyage de 50 tr/mn. Par contre dans la deuxième partie, c'est à dire au delà de la valeur de 50 tr/mn il y a une variation proportionnelle entre les deux paramètres.

On peut expliquer ces variations par le fait de la force centrifuge qui agit sur l'ensemble des boulets et de la charge broyée.

On sait que la force centrifuge est proportionnelle à la vitesse de rotation de la chambre de broyage, plus grande est la vitesse de rotation, plus importante sera la force centrifuge. A partir de la on peut dire que pour les faibles vitesses de rotation (11 tr/mn), la force centrifuge est tellement faible que les boulets vont faire un petit déplacement lors de leurs montés. Et la distance parcourue lors de leurs chute sera petite. Ce qui produira des petits chocs sur les particules de poudre, et qui ne seront pas suffisant pour initier la fracture nécessaire pour désintégrer le copeau initial, comme l'atteste l'observation

microscopique d'un échantillon de cette poudre, de telle façon qu'on distingue des copeaux déformés et très écroués.

Par contre, en augmentant la vitesse de rotation le déplacement des boulets sera plus important et le choc produit lors de leur chute sur les particules sera plus grand. Et la désintégration sera plus importante.

Au delà de la valeur de 50 tr/mn la force centrifuge sera d'autant plus importante que les boulets vont faire un plus grand déplacement et produire ainsi un grand choc. Mais dans ce cas les particules de poudre vont s'étaler et se répartir sur une surface plus importante sur les parois de la chambre alors la probabilité qu'une particule soit percutée sera diminuée.

D'autre part, si la force centrifuge s'approche du poids des boulets, ceux-ci resteront collés contre la paroi de la chambre de broyage, ce qui rend le broyage impossible. Donc on constate d'après la figure V.14 que la vitesse optimale de broyage est de 50 tr/mn, car elle permet l'obtention d'une poudre plus fine.

V.3 Equations paramétriques de simulation

L'équation de simulation est la relation qui relie tous les paramètres qui affectent la taille moyenne de la poudre produite par broyage. Il permet de faciliter l'optimisation des paramètres pour l'élaboration d'une poudre de taille moyenne voulue. Dans notre cas, on propose les deux équations paramétriques suivantes :

- Pour le broyage à sec, l'équation est de la forme suivante :

$$d_{m\ s} = M_b^{0.1649} \cdot V^{-3.9661}$$

avec :

$d_{m\ s}$: taille moyenne de la poudre produite par broyage à sec (μm).

M_b : masse broyée (grs).

V : vitesse de broyage (tr/mn)

- Pour le broyage humide (dans de l'eau), l'équation est de la forme suivante :

$$d_{m\ h} = M_b^{0.09314} \cdot V^{-3.9661}$$

avec :

$d_{m\ h}$: taille moyenne de la poudre produite par broyage humide (μm).

M_b : masse broyée (grs).

V : vitesse de broyage (tr/mn).

D'après les deux équations précédentes, les facteurs d'optimisation peuvent se présenter comme suit :

- Si la vitesse de broyage est imposée alors pour produire une poudre fine il faut diminuer la masse broyée.

Conclusion générale

Notre travail consiste en la production d'une poudre de Bronze par broyage des copeaux d'usinage.

En premier lieu, nous avons commencé par la production des copeaux en usinant un barreau cylindrique en bronze à l'aide d'un tour. Après cette première étape, nous avons procédé à leur caractérisation par tamisage.

Ensuite nous avons abordé une autre phase qui consiste à broyer ces copeaux dans des conditions bien précises, et en variant trois paramètres qui sont la masse broyée, l'environnement de broyage, ainsi que la vitesse de broyage. Après caractérisation des poudres obtenues par tamisage, nous avons mis les résultats sous forme de tableaux et de courbes pour bien expliquer les variations de la taille moyenne des poudres en fonction des ces paramètres. En dernier lieu nous avons fait une caractérisation par microscope des poudres obtenues.

D'après les résultats obtenus, on a pu faire les constats suivants :

- La taille moyenne de la poudre augmente avec l'augmentation de la masse broyée. Ce qui est un facteur défavorable pour la production des poudres fines en grande quantité.
- Dans le cas d'un broyage dans un environnement humide qui n'est pas favorable à la désintégration des copeaux initiaux, ou un milieu non réactif pour le métal utilisé. Ce milieu va jouer le rôle d'un amortisseur de choc, et affecte ainsi la poudre en augmentant la taille des particules.
- La vitesse de broyage est un facteur qui affecte la taille des particules d'une manière plus considérable, et que l'augmentation de la vitesse est favorable à la diminution de la taille de la poudre dans l'intervalle de vitesse 0-50 tr/mn et elle est défavorable au delà de la vitesse de 50 tr/mn

Ce qui nous amène à suggérer d'utiliser la vitesse de 50 tr/mn qui est la vitesse optimale pour la production des tailles fines par broyage.

Références bibliographiques

- [1] G.Cizeron, La revue de métallurgie-CIT / sciences et génie des matériaux, mai 1994. Pp. 683-692.
- [2] R. Mbybr, Poudres Métalliques, Techniques de L'ingénieur, Fasc M862, 1980
- [3] R. Kieffer ; W.Hotop, Fer et Aciers Frittés, Ed Dunod, 1959.
- [4] C. Chaussin ; G. Hilly, Elaboration des métaux, Ed Dunod tome2, 1984.
- [5] A.J.Yule ; J.J.John, Atomisation of Melts for Powders Production and Spray Deposition, Oxford university press, 1994.
- [6] Senna.M ; Kuno.H, Polymorphic Transformation of PbO by Isothermal Wet Ball-Milling, J.Am. Ceram.Soc. vol 54 (N° 5), may 1971.
- [7] Kuhn, W.E.and lucky, H.,Charctérisation of Ball-Milled Type 316-L Stainless Steel Powder, fine Particules, W.Kuhn and J.Ehretsmann, Ed., The Electrochemeical Society, Inc.,1974, p 95-121
- [8] Griffith, A.A., Trans. Roy. Soc. Lond., Vol A221, 1921, p 163.
- [9] Gilvarry, J.J. and Borgstrom, B.M., Fracture and Comminution of Brittle Solids, AIME Tranc., Vol 220, 1961, p 380.
- [10] Harris,C.C., On the limit of comminution, Tranc. Soc. Mining Eng., March 1967, p 17-30.
- [11] Kuhn, W.E., High Energy milling of Electrityc Iron powder, Modern Developements in Powder Metallurgy, Vol 12, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ, 1980. p 195-218.
- [12] Patel, A.N. and Kuhn, W.E., Influence of High Energy Vibra-Milling on the Annealed and sintered structures and properties of a P/M Austenetic Stainless Steel, Modern developements in Powder Metallurgy, Vol 13, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ, 1980, p 27-50.
- [13] Arias, A., Chemical Reactions of Metal Powders with Organic and Innorganic Liquids During Ball Milling, NASA TN D-8015, Sept 1975.
- [14] Benjamin,J.S. and Volin, T.E., The Mechanism of mechanical Alloying, Met. Trans., Vol 5, Aug 1974, p 1929.
- [15] Rose, E. and Sullivan, R.M.E., A Treastise on the Internal Mechanics of Ball, Tube, and Rod Mills, Chemical Publishing Co.,New York, 1958.
- [16] U.S. Patent 4 172 720, Oct 1979.

- [17] British Patent 1 224 736, Jan 1969.
- [18] U.S. Patent 4 115 107, Sept 1978.
- [19] Gilman, P.S. and Nix, W.D., The Structure and Properties of Aluminum Alloys Produced by Mechanical Alloying : Powder Processing and Resultant Powder Structures, Met. Trans., Vol 12A, May 1981, p 813.
- [20] Domazer, H.G., New Milling Process for Fine Grinding of Powder Alloys in a Gas-Tight Attrition Mill, Powder Metall.Int., Vol 10(No. 3), 1978.
- [21] E. Matthews., Production of Copper Alloy Powders, Metals Handbook., Ninth Edition., Vol 7, 1984, p 121-122.