

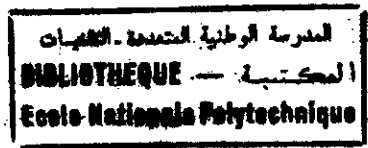
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

**MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR  
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE**

**ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE**

**DEPARTEMENT DE METALLURGIE**

Projet de fin d'étude en vue de l'obtention du diplôme  
D'ingénieur d'état en Métallurgie



Thème:

**Elaboration d'une poudre de laiton par broyage  
mécanique des copeaux d'usinage**

Proposé et encadré par:  
Mr M.KASSER

Réalisé par:  
R.AFFIF CHAUCHE

Promotion Septembre 2000

## DEDICACES



Je dédie ce travail à mes parents, à mon frère, à mes sœurs, à ma nièce Jasmine, à mes amis(es) et à tous ceux qui m'ont soutenu pendant la réalisation de ce travail.

Je n'oublie pas de mentionner à l'occasion mon cousin Hcène pour m'avoir inculqué mes connaissances en mécanique auto, je salue au passage mes oncles Sofiane, Mourad, Said et Mohamed, mes amis Karim Jesus, Karim bekam, Salim victor, Malik noufel, Malik ahboul, Khier l'ehmoum, Karim nasri ...etc.

A la mémoire de Matoub Lounes.

## Remerciements



Mes remerciements s'adressent en premier lieu à monsieur Kasser, mon promoteur, pour avoir accepté de m'encadrer dans ce sujet, pour m'avoir fourni une bibliographie précieuse. Mon entière reconnaissance lui est adressée pour ses conseils, ses orientations, sa patience et son aide.

A monsieur Bouabdellah pour avoir accepté de présider mon jury, à madame Kechoud, monsieurs Daimellah et Keddou pour avoir accepté de siéger dans mon jury.

J'adresse un grand merci à monsieur Saada pour son aide et pour nous avoir fait profiter de l'équipement du laboratoire de génie minier, à l'effectif de l'atelier de Mécanique pour leur aide et leur compréhension.

Je n'oublierai pas de remercier au passage l'ensemble des enseignants à qui ont été à la base de ma formation.

Je réitère ici ma reconnaissance et ma gratitude envers les membres de ma famille.

**Abstract:**

One of the problems whose affect the cost of the production during milling operation is the lost of the substance.

To avoid this kind of problems, milling is the technique who consiste to produce a powder from parts of usining. The powder can be used to produce mechanical parts with powder metallurgy process.

**Résumé:**

L'un des problèmes affectant directement le coût de production lors d'une opération d'usinage est la perte de matière. Pour remédier à de tels problèmes, le broyage mécanique est la technique qui consiste à produire une poudre métallique à partir des opérations d'usinage. La poudre en question servira à la production de pièces mécaniques par les procédés de la métallurgie des poudres.

**ملخص:**

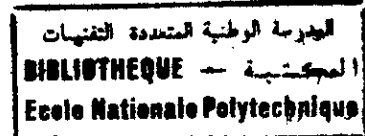
أحد المشاكل التي تؤثر بصفة مباشرة على سعر إنتاج عن عمليات التصنيع هي ضياع المادة.

من أجل حل هذه المشاكل ، الطحن الميكانيكي ، هي التقنية التي تتمثل في إنتاج مسحوق معدني من بواقي عمليات الإنتاج. المسحوق التحصل عليه يتمثل في المادة الأولية لإنتاج القطع الميكانيكية عن طريق تقنيات تعدين المساحق.

**Mots clés:**

Copeaux initial, fracture fragile, microforgeage, agglomération, soudure à froid.

# SOMMAIRE



## Partie I : Revue bibliographique

	INTRODUCTION GENERALE.....	1
<b>Chap I</b>	<b>METHODES D'ELABORATION DES POUDRES METALLIQUES.....</b>	<b>3</b>
I.1	Introduction.....	3
I.2	Procédés physico-chimiques.....	3
I.2.1	Réduction d'oxydes.....	3
I.2.2	Electrolyse.....	3
I.2.3	Dissociation des métaux carbonyles.....	4
I.3	Procédés mécaniques.....	4
I.3.1	Pulvérisation mécanique.....	4
I.3.2	Broyage.....	7
<b>Chap II</b>	<b>BROYAGE.....</b>	<b>9</b>
II.1	Introduction.....	9
II.2	Les principes de broyage.....	10
II.2.1	La fracture fragile.....	15
II.2.2	Le broyage ultrafin des matériaux durs et fragiles.....	17
II.2.3	Le broyage des particules individuelles.....	18
II.3	Les paramètres de broyage et les caractéristiques des poudres.....	20
II.3.1	La relation de l'énergie.....	22
II.3.2	Les processus de broyage.....	23
II.3.2.1	Microforgeage.....	25
II.3.2.2	Fracture.....	25
II.3.2.3	Agglomération.....	25
II.3.3	Mécanisme de broyage.....	25
II.3.4	La destruction des films d'oxydes, des particules durs et des débris d'usures.....	29
II.3.5	L'environnement de broyage.....	29
II.4	Les équipements de broyage.....	33
II.4.1	Le broyeur à boulets Tumbler.....	34
II.4.2	Les paramètres de charge d'un broyeur à boulets.....	34
II.4.3	Les broyeurs à vibration de boulets.....	35
II.4.3.1	Le broyeur à tube vibratoire.....	35
II.4.3.2	Le broyeur à vibration Sweco.....	38
II.4.4	Les broyeurs à attrition.....	39
II.4.4.1	Le mécanisme du broyeur à attrition.....	40
II.4.5	Le processus d'impact Coldstream.....	41
II.4.6	Le broyage de haute énergie.....	42
II.4.7	Les broyeurs de "Hammer et rod".....	43
<b>Chap III</b>	<b>PRODUCTION DES POUDRES EDE CUIVRE ET SES ALLIAGES.....</b>	<b>45</b>
III.1	Introduction.....	45
III.2	Les laitons.....	46
III.3	Les bronzes.....	48



**Partie II : Partie expérimentale**

<b>Chap IV</b>	Description des expériences .....	51
IV.1	Introduction.....	51
IV.2	Déroulement des expériences.....	51
IV.3	Description des opération.....	51
IV.3.1	Fabrication des copeaux.....	51
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.....	54
IV.3.5	Description des tamis.....	54
IV.3.6	Description du vibreur de tamis.....	55
IV.3.7	Décapage des surfaces des particules de poudre.....	56
<b>Chap V</b>	Présentation des résultats.....	57
V.1	Caractérisation des copeaux d'usinage.....	57
V.2	Résultats du broyage des copeaux d'usinage.....	58
V.2.a	Broyage des copeaux à taille initiale grossière.....	58
V.2.b	Broyage des copeaux de taille initiale moyenne.....	61
V.2.c	Broyage des copeaux de taille initiale fine.....	74
V.2.d	Influence des paramètres de broyage sur la taille moyenne de la poudre broyée.....	76
<b>Chap VI</b>	Interprétation et discussion des résultats.....	82
VI.1	Introduction.....	82
VI.2	Le copeau initial.....	82
VI.3	Influence du temps sur le produit broyé.....	83
VI.4	Influence de la charge broyante sur la taille moyenne de la poudre produit.....	83
VI.5	Influence du copeau initial sur la taille moyenne de la poudre produite.....	84
VI.6	Influence de la taille des boulets sur la taille moyenne de le poudre produit.....	85
VI.7	Equation paramétrique de simulation.....	85
<b>Conclusion</b> .....		87
<b>Suggestions pour travaux ultérieurs</b> .....		89
<b>Références</b>		



## INTRODUCTION GENERALE

La métallurgie des poudres est un ensemble de techniques permettant d'obtenir des matériaux divers sous forme pulvérisée à partir de leurs constituants. Ce qui n'était à l'origine que procédés empiriques relevant plus de l'artisanat que d'une démarche réfléchie, s'est progressivement transformé principalement durant le XX<sup>ème</sup> siècle, en une discipline scientifique structurée. Les domaines d'application se sont diversifiés avec deux optiques principales, l'une consistant à développer des méthodes de fabrication de pièces à usage mécanique antérieurement obtenues par métallurgie conventionnelle ; la réduction des étapes de production et l'absence quasi totale de chutes ou de pertes (on utilise que la quantité de poudre dont le poids est celui de la pièce à réaliser), l'autre à façonner plus aisément des matériaux à très haut point de fusion, voire à élaborer des matériaux difficiles à obtenir par les méthodes classiques

Différentes techniques peuvent être mises en œuvre en vue de réaliser des poudres métalliques. On citera :

- Les méthodes électrolytiques relevant de l'électrolyse de solutions aqueuses avec des densités de courant de l'ordre de  $9A/dm^2$  convenant aux métaux purs tels que (Cu, Ag, Fe, Zn, Ni, Sn ... etc.)
- Les méthodes chimiques basées sur la précipitation du métal à partir des solutions de sulfates (Fe, Ni, CO...etc.) ou par précipitation en solution ammoniacale d'hydroxydes, lesquels par calcination à l'air, sont convertis en oxydes anhydres ( $ZrO_2$ ,  $Al_2O_3$ ... etc.)
- La méthode physique répandue dans la pratique de la métallurgie des poudres sous le nom d'atomisation. Dans ce cas le matériau (élément pur ou alliage) est préalablement fondu dans une poche (four) ; le liquide résultant est ensuite évacué à travers une buse. Le jet formé est soumis à un gaz (air, azote, gaz rare) ou d'eau, sous pression. Les gouttelettes résultantes de la fragmentation du jet métallique liquide prennent souvent une forme quasi sphérique avant de se solidifier avec des vitesses élevées (500 à 3000°C/S). Les particules de la poudre récupérées dans la partie basse de l'installation, doivent satisfaire à de multiples conditions : Morphologie adaptée des granules, faible taille des particules (généralement entre 1 et 500  $\mu m$ ), une aptitude à la déformation plastique de telle sorte que l'imbrication des particules soit optimale.

- Une dernière méthode doit également être mentionnée, c'est la méthode mécanique ; impliquant des processus de morcellement par choc et abrasion ; les appareils utilisés sont essentiellement des broyeurs à mâchoires, à marteaux, à billes...etc., convenant aux matières fragiles telles que (Mn, Sb, Bi, Fe-Al, Fe-Si...etc. ) et peut être également utilisé pour réduire les métaux ductiles en poudre après les avoir rendus fragiles et cassants, soit par chargement en hydrogène, soit en utilisant des pré-alliages fragiles ( Fe-Si, Fe-Cr, Fe-Al ...etc.).

Le présent travail porte sur cette dernière technique ; en particulier sur la description des matériels utilisés dans le laboratoire en vue d'élaborer une poudre de laiton à partir des copeaux d'usinage. En fonction des paramètres de broyage adoptés (temps de broyage, type et la masse de la charge broyante, taille moyenne des copeaux initiaux ...etc.). Les poudres obtenues forment l'objet d'une caractérisation structurale au moyen de la microscopie optique notamment.

La partie bibliographique de ce document présente au chapitre I, un aperçu théorique sur les diverses techniques d'élaboration des poudres métalliques, ensuite il traite au chapitre II la théorie et mécanismes de broyage, ainsi que les relations entre paramètres influant sur les caractéristiques de la poudre produite. Au chapitre III on parlera du cuivre et ses alliages et des techniques appropriées à la production de ses poudres.

La partie expérimentale est constituée de quatre chapitres, dont le premier traite le déroulement des expériences menées, le deuxième décrit les méthodes de caractérisation. Arrivant au troisième chapitre, on présentera les résultats obtenus, pour les interpréter au chapitre quatre. Pour terminer notre étude, on donne une conclusion générale et des propositions pour travaux ultérieurs.



## **CHAPITRE I**

### **Méthodes d'élaboration des poudres métalliques**

#### **I.1 Introduction**

Les procédés de fabrication des poudres métalliques doivent permettre d'obtenir, à des prix acceptables, des quantités importantes de poudres de métaux et alliages ayant des caractéristiques physiques et chimiques répondant à des spécifications précises de façon à garantir la qualité des produits frittés. On distingue deux groupes de procédés d'élaboration des poudres : Les procédés physico-chimiques et les procédés mécaniques.

#### **I.2 Procédés physico-chimiques**

##### **I.2.1 Réduction d'oxydes**

Cette réduction s'opère à une température inférieure à la température de fusion du métal. On utilise l'hydrogène pour réduire les oxydes de (W, Cu, Fe, Pb). Les oxydes sont purifiés au préalable.

Les poudres obtenues sont d'autant plus fines que le broyage des oxydes a été plus poussé, que la réduction a été effectuée à plus basse température et la teneur en humidité du gaz réducteur est plus faible.

Le procédé "Höganas" (suédois) qui produit la plus grande quantité de poudre de fer, consiste à réduire un minerai très pur par du charbon dans un creuset chauffé vers 1200°C en présence de chaux. On obtient l'éponge de fer qui, après broyage, purification par triage magnétique et recuit réducteur fournit une poudre de taille allant de 10 à 150 [1].

##### **I.2.2 Electrolyse**

L'électrolyse de solution aqueuse de sels (avec anode soluble ou non soluble) est utilisée pour la production de poudre de fer, de cuivre, de plomb, d'étain, de chrome et de manganèse. En contre partie des conditions d'obtention d'un dépôt électrolytique adhérent et continu (fortes densités de courant, forte concentration en acide avec une faible concentration en ions métalliques, circulation rapide du bain et une température modérée de l'électrolyte) et en ajoutant des colloïdes au bain, la poudre se broie facilement en poudre plus fine.

Les poudres électrolytiques se présentent souvent sous forme de grains à structure dendritique caractéristique. 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 leur donner la granulométrie désirée et, en même temps, pour les rendre plus denses et plus plastiques, donc plus compressibles.

### I.2.3 Dissociation des métaux carbonyles

Ce procédé est utilisé pour la préparation du fer et du nickel très purs. Ces carbonyles liquides à bas point d'ébullition ( $43^{\circ}\text{C}$  pour  $\text{Ni}(\text{Co})_4$  et  $107^{\circ}\text{C}$  pour  $\text{Fe}(\text{Co})_5$ ), se forment en faisant passer de l'oxyde de carbone sous une pression de 200 bars à une température allant de 200 à  $250^{\circ}\text{C}$  sur le métal.

La décomposition du carbonyle à la pression atmosphérique entre 200 et  $300^{\circ}\text{C}$ , fournit une poudre sphéroïdale dont la taille varie entre 1 et  $50\ \mu\text{m}$  [1].

## I.3 Procédés mécaniques

### I.3.1. Pulvérisation mécanique

- Procédé D.P.G

Le métal liquide est pulvérisé mécaniquement à la sortie d'un orifice. Dans le procédé allemand D.P.G, le métal liquide subit une première désintégration en traversant une nappe d'eau se présentant sous la forme d'un double cône de révolution. Les gouttes obtenues sont par la suite pulvérisées par des chocs successifs sur des couteaux portés par un disque tournant à environ 3000tr/min(fig.I.1)[2].

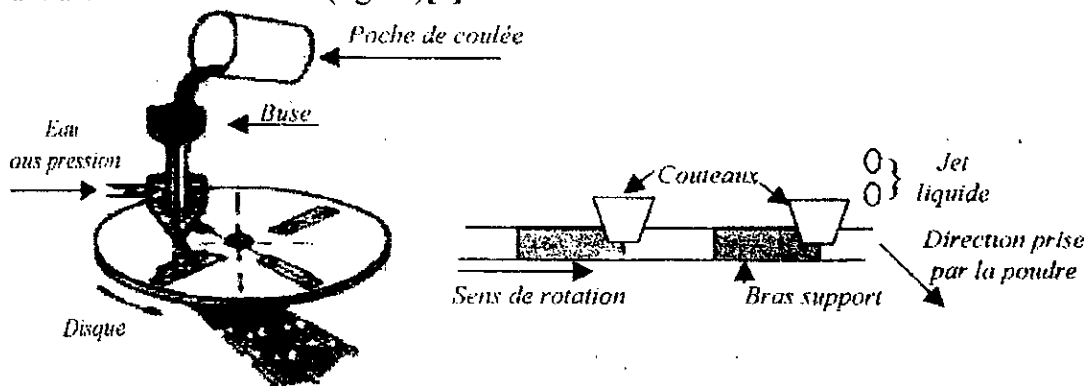


Figure I.1 Schéma d'un pulvérisateur mécanique (procédé D.P.G) [2].

- **Atomisation**

L'atomisation des métaux fondus est très employée pour l'aluminium, le cuivre et peut être appliquée à la plupart des métaux et alliages dont le point de fusion est inférieur à 1600°C. Le métal s'écoule sous forme d'un jet liquide de plusieurs millimètres de diamètre sur lequel est appliqué un fluide atomiseur (liquide ou gazeux) sortant d'une buse annulaire sous une forte pression. Le métal est ainsi pulvérisé dans une chambre d'atomisation. La forme des particules et leur granulométrie dépend de la nature du métal pulvérisé, des paramètres d'atomisation et du fluide atomiseur (fig.I.2).

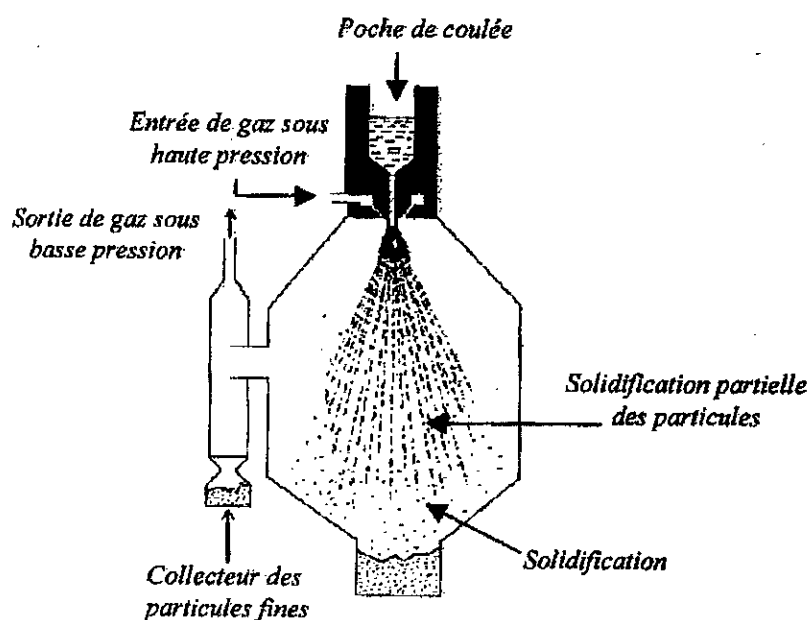


Figure I.2 Vue schématique d'un atomiseur [2].

- \***Pulvérisation sous vide**

Le procédé consiste à fondre le métal dans un creuset au moyen d'un four à induction. Le métal liquide est mis sous une surpression d'hydrogène qui se dissout en grande quantité dans le métal liquide. Le creuset est ensuite remonté jusqu'à ce qu'un tube de transfert, relié à une chambre supérieure, plonge au fond du métal liquide. La chambre supérieure maintenue sous vide est enfin mise en communication avec le tube à l'aide d'une vanne ; ainsi, le métal liquide afflue en explosant dans la chambre supérieure sous la forme de gouttelettes fines pulvérisées par l'hydrogène quittant le métal (fig.I.3).

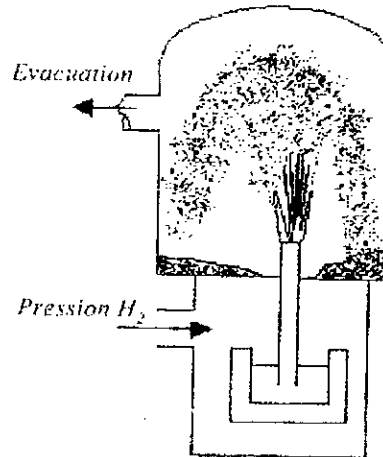


Figure I.3 Vue schématique d'un atomiseur à explosion sous vide [2].

#### \*Atomisation centrifuge (électrode tournante)

Le matériau à réduire en poudre est mis sous la forme d'une électrode que l'on fait tourner à une vitesse de l'ordre de 200tr/min [3]. Celle-ci est fondue localement par un arc électrique (procédé R.E.P, Figure I.4 ) ou par arc plasma (procédé P.R.E.P) ou par bombardement électronique.

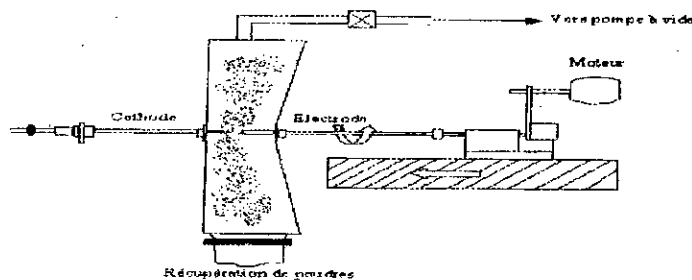


Figure I.4 Pulvérisateur à électrode tournante [3].

Si on utilise le procédé R.E.P la poudre peut être contaminée par le tungstène de la cathode. Le liquide forme une couche s'étendant au delà du bord de l'électrode tournante. Des protubérances et des ligaments se forment ; ils sont dûs au cisaillement et à la tension superficielle. Durant la chute libre après éjection, les ligaments se transforment en gouttelettes et éventuellement en sphères. La forme des poudres est sphériques alors que la taille moyenne est de l'ordre de 250 $\mu$ m [3]. La taille des particules est donnée par l'équation suivante :

$$d = \frac{3.464}{\omega} \left( \frac{\gamma_s}{D\rho_m} \right)^2 \quad (I.1)$$

Avec:

$\omega$  : vitesse de rotation de l'électrode (rd/s),

$\gamma_s$  : tension superficielle du métal fondu

$\rho$  : densité du métal,

D : diamètre de l'électrode.

### I.3.2. Broyage

Ce procédé s'applique aux métaux fragiles tels que le manganèse et le chrome qui peuvent être réduits en poudre dans des broyeurs à billes ou à marteaux. Il peut être également utilisé pour réduire les métaux ductiles en poudre après les avoir rendus fragiles (Fe-Si, Fe-Cr, Fe-Al). Pour cela, plusieurs types de broyeurs peuvent être utilisés soit pour le broyage grossier: broyeur à mâchoires, à marteaux ou à cylindres, soit pour le broyage fin. Ce dernier suit généralement le concassage préliminaire du fait qu'il ne donne que rarement une poudre immédiatement utilisable [4].

Les machines les plus utilisées, sont le broyeur à boulets, à secousses (figure I.5) [5], à marteaux, à cylindres, les tubes broyeurs, les broyeurs tourbillonnaires, ainsi que divers désintégrateurs à choc.

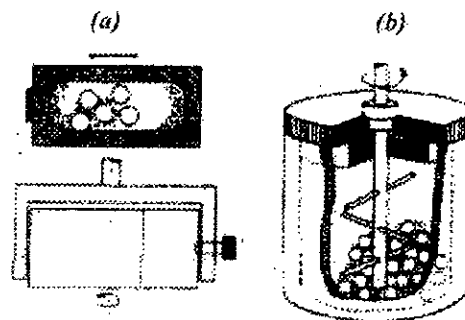


Figure I.5 Exemple de broyeurs [5].

- a) Broyeur vibrant ( $300 < V < 900$  tr/mn)
- b) Broyeur attriteur ( $100 < V < 300$  tr/mn)

Les deux principaux procédés de broyage sont:

**a/ Poudre Macro-Mesh**

Cette poudre est obtenue par le broyage des copeaux d'usinage d'acier ou de fonte malleable. L'utilisation de broyeurs à marteaux permet d'obtenir des poudres d'acier assez grossières (0,2 à 0,7mm) pouvant servir à fabriquer des pièces de grandes dimensions.

**b/ Procédé Coldstream**

Ce procédé utilise le principe du broyage à jet. Les particules de poudre ou les fragments à broyer sont entraînés à une vitesse supersonique par un courant de gaz (air ou azote) dans la chambre de broyage où ils rencontrent une enclume fixe en métal dur. La détente adiabatique du gaz abaisse fortement sa température dans la chambre, ce qui fragilise le produit. La poudre obtenue a une taille de grain de l'ordre de 10µm et une forme irrégulière [3].

## CHAPITRE II

### Le broyage

#### II.1.Introduction

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

La pulvérisation mécanique est la méthode la plus utilisée pour le broyage des matériaux durs et les oxydes en poudres. Le broyage des gâteaux spongieux, réduits, atomisés, ou poudres électrolytiques, est le plus commun des processus de broyage. Les broyeurs de Hammer et Rod sont utilisés pour ce type de broyage.

La pulvérisation mécanique est réduite aux métaux relativement durs et fragiles (fer électrolytique ou bismuth, par exemple). Quelques métaux réactifs comme le béryllium et les hydrures de métaux, sont utilisés pour la production des flocons de métaux et les matériaux chimiquement fragilisés.

L'intérêt grandissant des poudres de métaux aux particules plus fines que celles produites par atomisation, a réactivé l'intérêt du broyage, particulièrement pour allier des métaux à l'état solide ou par broyage de haute énergie. De toutes manières, le broyage de poudres de métaux a reçu un minimum d'intention jusqu'à nos jours. Les recherches menées dans le broyage à boulets des métaux sont celles liées aux propriétés primaires et empiriques, et celles restreintes aux applications spécialisées de la métallurgie des poudres. Les objectifs du broyage incluent :

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

Dans la plus part des cas, l'objectif du broyage est la réduction de la taille des particules. L'opération de broyage ; fracture, déforme, ou soude à froid les particules percutées.

Aussi, le broyage peut produire des transformations polymorphes [6], comme est le cas avec l'oxyde de plomb et l'acier inoxydable [7]. L'effet spécifique que le broyage a sur la poudre dépend des propriétés physiques et chimiques de la poudre, ainsi que l'environnement liquide, vide ou gaz dans lequel les opérations sont effectuées ainsi que les conditions de broyage. La sélection des processus de broyage est basée sur les résultats désirés de l'opération de broyage, sur le comportement de la poudre dans les conditions de broyage (si elles sont connues), les caractéristiques de la poudre, les propriétés physiques et mécaniques du matériau.

Durant le broyage, quatre types d'efforts agissent sur un matériau défini ; 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 l'un stationnaire. L'attrition est la production de débris d'usure ou de particules par l'action du frottement entre deux corps. Ce type d'effort de broyage est préféré lorsque le matériau est friable, et montre une abrasivité minimale. Le cisaillement consiste à un coupage ou à un clivage des particules, et est normalement combiné avec deux types d'effort. Le cisaillement contribue à fracturer par cassure, les particules, en des morceaux individuels avec un minimum de finesse. La compression, c'est l'application lente des forces de compression sur un corps. Ce type d'effort de broyage est normalement associé au mâchoires du broyeur et au concassage de grands agglomères de matériaux non ductiles. La conception et le perfectionnement des processus ont été basés sur des données empiriques et semi-empiriques. L'avancement a été perçu dans la nature de la fracture fragile des matériaux relativement homogènes comme les verres.

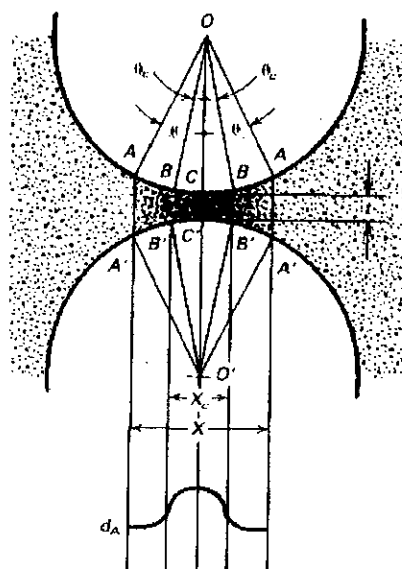
La pulvérisation n'est pas adéquatement comprise telle qu'elle est appliquée au mécanisme détaillé associé, quand les particules sont percutées au moyen de la collision. La fracture survient dans les matériaux fragiles avec une déformation minimale des particules et des agglomérés. La déformation résulte de l'action de pulvériser ou de mélanger des matériaux particuliers. Déformation, soudure à froid et fracture opèrent à différents degrés sur les matériaux, qu'ils soient durs ou ductiles. Bien que le cas fréquent soit le broyage de poudre de granulométrie  $<150\mu\text{m}$ , on peut broyer des particules ayant une granulométrie de 6mm.

## II.2. Les principes de broyage

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



Le nombre de particules prises entre deux boulets en collision dans une masse de poudre, augmente avec l'augmentation du rapport du diamètre ( $D$ ) du boulet sur le diamètre ( $d$ ) de la particule. Aussi, la probabilité pour qu'une particule soit prise et percutée entre deux boulets, augmente au fur et à mesure que le remplissage de la poudre augmente et la densité apparente de la poudre agitée ou fluidifiée augmente.



**FigII.1 Modèle de percussion montrant la formation d'un micro-compact au moment où la force d'impact est maximum [20].**

Lorsque le rapport  $d/D$ , du diamètre moyen des particules sur le diamètre des boulets, devient élevé lors du broyage des particules fines ( $<150\mu\text{m}$ ), la prise de volume consiste en des particules à l'intérieur du microvolume  $BB'BB'$  (Fig II. 1).

Dans ce volume incrémenté, la densité apparente de la poudre décroît jusqu'à atteindre la densité de la poudre libre et agitée.

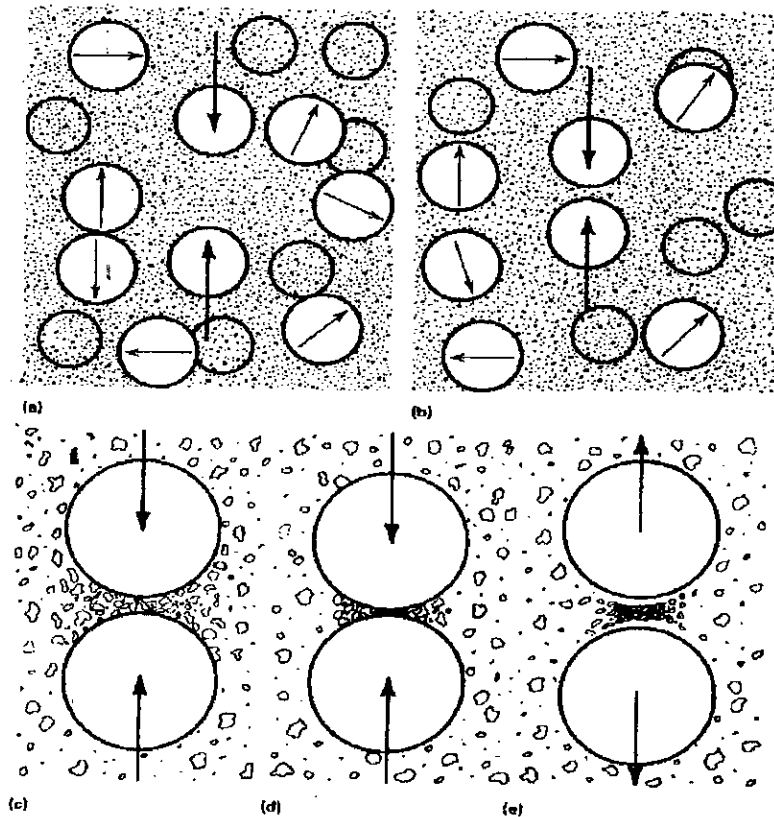
Le processus de prise du volume incrémenté entre deux boulets, à l'intérieur d'une charge de boulets et de poudre agitée aléatoirement, présentant ni rotation ni mouvement transversal des surfaces courbées, est montré dans Fig II.2.

Entre les stades montrés dans les figures (II.1.a) et (II.1.c), un certain volume de poudre agitée est pris entre deux boulets en collision. La quantité de poudre prise et la taille du volume pris dépendent de plusieurs facteurs, incluant 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 du gaz à l'intérieur du broyeur, et l'état de surface des boulets et leurs vitesses.

Dans une atmosphère gazeuse antérieure à la percussion, la majorité des particules sont éjectées aussitôt qu'un boulet approche un autre, pendant que la fraction restante est prise puis compactée entre les boulets en mouvement décéléré au moment de la collision (Fig II.2.a et c). Si la force de percussion est suffisante, le volume incrémenté, pris de la poudre, est comprimé pour former un aggloméré de particules (Fig II.2.d), lequel est relâché (Fig II.2.e) quand l'énergie élastique pousse les boulets.

Si la liaison par soudage ou par adhérence qui se produit entre les surfaces des particules en contact et les forces de liaison est suffisante, l'aggloméré ne se casse pas. De même, les particules peuvent se lier aux surfaces des boulets, lesquels peuvent devenir couverts de poudre, comme c'est montré dans les figures (II.3) et (II.4).



(a) through. (c) Prise et compaction des particules. (d) Agglomération. (e) Relâchement des agglomérés par énergie élastique.

**FigII.2 Processus de prise de volume de poudre entre deux boulets dans une charge de boulets et de poudre aléatoirement agitée [20].**

Si les forces de compression à l'impact, déployées par les boulets et les particules, sont suffisantes, les particules se fracturent ou se compriment dans une zone critique de diamètre  $X_c$  et d'épaisseur  $(t)$ , à l'intérieur des liaisons B-B' et B-B' (Fig II.1). La zone initiale de

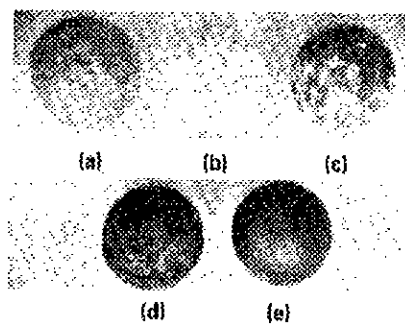
compactions n'excède théoriquement pas  $AA' AA'$ . Le volume incrémenté de poudre comprimé, consiste à sauver les particules originales et les fragments des particules fracturées. Les particules épargnées, incluent les particules protégées par de grosses particules qui produisent la fracture et les particules qui absorbent et dissipent la force de percussion sans fracture. La densité du lit de particules prises, varie du maximum, au point du premier contact entre les deux boulets C-C' (Fig II.1), à la densité de la poudre librement agitée en dehors des deux liaisons A-A'.

Comme les boulets décelèrent durant la percussion, par l'effet de l'amortissement de la poudre prise, un déplacement radial des particules de poudre loin de la ligne de contact O-O' (Fig II.1), se produit dans la direction de la moindre résistance à l'écoulement de la particule.

Plus la courbature des boulets est grande, plus l'effet d'action du coin radial sur les particules prises, et la vitesse de l'éjection sont élevés. Le déplacement radial de la poudre est résisté par la friction inter-particules et la friction entre particules et boulets.

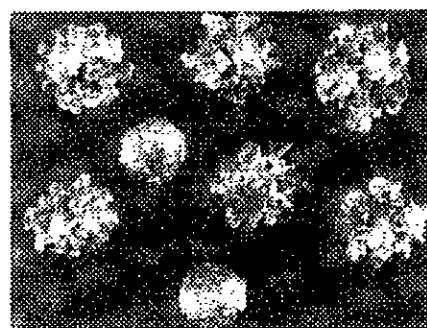
Le déplacement est dépendant de la finesse des particules, de la surface des boulets et le degré d'adhérence par liaison, entre les agglomères et les surfaces des boulets.

Le compactage commence avec une masse de poudre caractérisée par un espace entre particules relativement grand, comparé à la taille de la particule. Le produit final est une masse de poudre avec des pores relativement petits. Le premier stade de la compactions consiste en le réarrangement et le réempilement des particules. Le glissement des particules entre elles, se fait avec un minimum de déformation ou de fracture, ce qui aide à produire spécialement à partir des particules fragiles, de forme irrégulière, des particules fines. Durant ce stade, la coulabilité se trouve réduite, et les espaces vides se remplissent avec de fines particules.



(a) Cément. (b) Marbre. (c) Silice. (d) Silicone.  
(e) Corundum.

**Fig II.3 Les boulets de broyage couverts de poudre [20].**



**Fig II.4 Des aiguille de magnésium Produits par des boulets de 12.7mm de diamètre [20].**

La forme des particules joue un rôle important durant ce stade. Les particules sphériques ayant une plus grande coulabilité et une moindre friction, sont souvent totalement éjectées hors de l'espace de contact entre boulets en collision. Les particules en forme galette ou en écaille (paillette), ayant une coulabilité moindre et une grande résistance à la friction, tendent à être retenues entre les surfaces des boulets. Les particules de forme irrégulière tendent à être liées mécaniquement pour former des agglomérés.

Le second stade de la compaction nécessite des déformations élastiques et plastiques des particules. Durant ce stade, la soudure à froid peut agir entre les particules du métal. La déformation élastique joue un rôle minime, tandis que la déformation plastique et la soudure à froid ont des effets majeurs, dépendants de la ductilité du matériau et l'environnement du broyage. Pour les céramiques fragiles et les matériaux métalliques, la déformation plastique et la soudure à froid, ont un petit effet sur la pulvérisation. Cependant, la déformation plastique et la soudure à froid, altèrent énergétiquement le mécanisme de broyage pour les métaux ductiles.

Le troisième stade de la compaction, nécessitant la fracture des particules, résulte d'une déformation et/ou d'une fragmentation plus avancée des particules. La densification des céramiques fragiles et les matériaux métalliques spéciaux dans les micro-lits, se produit lorsque les pores sont remplis de particules fragmentées.

La poudre métallique et les particules céramiques molles arrivent à de grandes densités, lorsque les pores sont remplis par le processus de la coulée.

Comme le montre la figure (II.1), la densité du lit de poudre devint maximum au cœur de la zone de compaction, C-C'. La résistance du micro-compact dépend de la force des liaisons entre particules, lesquelles à leur tour dépendent de quelques facteurs tels : la conformance de surfaces de liaison, les films d'oxydes, la propreté des surfaces, la température et la force de percussion.

La taille des micro-compacts dépend des facteurs ci-dessous : la forme des particules, la rugosité des surfaces des boulets et des particules, et leurs tailles. Ainsi, entre particules, la force de liaison varie de la plus faible pour les céramiques à la plus forte pour les métaux. Pour la plupart 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 varie du plus petit pour les non-métaux ductiles et légers tel que le chlorure de sodium, au relativement gros pour les poudres de métaux hautement ductiles, dépendant des caractéristiques des poudres et le type des forces d'attraction associées à la

taille des particules. Les plages des tailles de particules et des aires en surface associées aux forces en surface, sont :

<i>Taille des particules ou aire de la surface</i>	<i>Force en surface</i>
<ul style="list-style-type: none"> <li>• 50-10 <math>\mu\text{m}</math></li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Les forces de Van-Der-Waals et un bas niveau de forces d'adsorption.</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>• 10-0.1 <math>\mu\text{m}</math></li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Prédominance des forces d'adsorption.</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>• 200-500 <math>\text{m}^2/\text{g}</math></li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Forces d'adsorption et forces de valence.</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>• 500-1000 <math>\text{m}^2/\text{g}</math></li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Les forces de valence.</li> </ul>

Les espèces chimiques qui ont une tendance d'adsorption à la surface des particules, dans un environnement sec ou gazeux, peuvent être réduites pour former de gros agglomérés. Si les espèces dans l'environnement provoquent l'adhérence entre surfaces de particules, les agglomérés tendent à être plus gros. En général, les réactions chimiques entre l'environnement fluide ou humide et la poudre inhibent la formation des agglomérés et aide la pulvérisation, surtout pour les poudres métalliques. Le moins réactif que soit le broyage fluide, grande sera la tendance des particules à s'agglomérer par soudage. La buée dans les poudres provoque l'empaquetage de grosses masses de poudre sur les boulets du broyeur. Le séchage de la poudre à 100°C ou plus allège ou élimine carrément ce problème.

### II.2.1 La fracture fragile

La théorie énoncée par Griffith, assume que tout matériau fragile contient des fissures bien dispersées, et que sa fracture émane de l'ensemble de ces fissures[8]. La contrainte  $\sigma_c$  à laquelle le crack se propage, dépend de la taille du crack. La forme générale de l'équation de la fracture pour les modes de chargement qui mènent à des fissures catastrophiques est

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

Où :

A : constante numérique dépendant de la géométrie du crack, de sa position, du Mode de chargement et des dimensions de la particule (exp:  $A = \sqrt{2/\pi}$  pour un crack en fente sur une feuille infinie).

c : La taille du crack.

E : Module d'élasticité.

$\mu$  : Coefficient de Poisson ;

$\gamma$  : Energie de surface de la substance utilisée.

Ainsi, la force mesurée dépend de la taille du crack, les propriétés élastiques et l'énergie de surface. Pour les matériaux fragiles,  $\gamma$  est pris entre  $10^3$  et  $10^4$  erg/cm<sup>2</sup>.

La contrainte  $\sigma$  pour la fracture d'une particule peut être représentée par:

$$\sigma = \sqrt{\frac{2Er}{L}} \quad (\text{II.2})$$

Où :

L : Longueur du crack.

r : Rayon du crack au point d'inflexion.

Lorsque la contrainte à la pointe du crack égalise la force de cohésion entre atomes, toutes les nouvelles énergies sont approvisionnées 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 arrête) ont été découverts par Gilvarry [9], avec le respect de la situation, dans la surface ou à l'intérieur des particules. La fracture initiale en surface des particules, commence dans les défauts de surface de la particule originale. Cependant, l'insuffisance des défauts en surface explique le grand nombre de fragments formés dans les fractures fragiles. Lorsque les défauts internes sont activés, deux surfaces en opposition sont créées, chacune d'elles contient des défauts intercouvés par la propagation des fractures. De nouvelles fractures sont produites en surfaces tour à tour avec la propagation des fractures à partir des défauts en volume. De même les arrêtes formées par l'intersection des fractures en surface contiennent des défauts linéairement distribués le long de cette arrête, lesquels en activation, génèrent de nouvelles fractures.

Selon Gilvarry, les trois types de défauts sont distribués indépendamment l'un de l'autre, comme conséquence de l'orientation hasardeuse des fractures en surface et la contrainte de fracture. Les défauts activés sont distribués hasardeusement, indépendamment d'une quelconque contrainte produisant des fractures. Plus spécifiquement, la position du défaut à l'intérieur d'un domaine est indépendante de la position des autres défauts. Le nombre de défauts contenus dans un sous-domaine, est indépendant du nombre de défauts contenus dans un quelconque autre sous-domaine. Les fractures sont initiées par un système de contraintes extérieures qui sont dégagées avec la propagation des premiers défauts faciaux.

Après la fracture initiale, les défauts sont activés par les ondes de contraintes qui sont générées par l'application et le retraitement des contraintes extérieures externes. Selon Gilvarry, l'exposition des défauts est distribuée selon une forme parabolique.

Durant une opération de broyage, les conditions de réalisation d'une fracture sont satisfaites occasionnellement. La valeur du temps et de l'énergie requise pour produire une fracture varient avec le processus de broyage et son environnement. Comme la taille des défauts décroît, la concentration et la taille des défauts diminuent à un point où les défauts en arrêtes ne restent pas plus longtemps dans la particule activées par les contraintes [9]. En ce point, la fracture s'arrête.

### II.2.2 Le broyage ultrafin des matériaux durs et fragiles

Durant le broyage la majeure partie de l'énergie emmagasinée est dépensée dans des processus internes variés qui ne contribuent pas à la cassure de la particules. Comme le broyage continue dans la région ultrafine, 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 ont atteint 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 directement avec le carré de l'aire de la surface spécifique. Ainsi, la probabilité pour qu'une particule individuelle soit sous état de contrainte jusqu'à la cassure devient de plus en plus petite.

Si la particule est déformée plastiquement, la fracture sera difficile à faire, et la probabilité pour qu'une contrainte agisse est réduite d'avantage. Comme la taille des fragments décroît, la tendance à aggréger augmente. Les particules deviennent d'autant plus fines et approchent leur limite de finesse pendant que le broyage continu et l'énergie maximum est dépensée. Les facteurs majeurs contribuant à un broyage limite sont [10] :

- l'augmentation de la résistance à la fracture.
- l'augmentation de la cohésion entre particules et la diminution de la taille des particules causant l'agglomération.
- un dégagement excessif entre les surfaces d'impact qui se trouve minimise lorsque le diamètre des boulets et le rayon de courbure décroissent.
- le revêtement du milieu broyant par de fines particules qui recouvrent le micro-lit de particules d'impact.
- la rugosité de surface du milieu broyant.
- le pontage de grosses particules pour la protection des plus petites dans le micro-lit.
- l'augmentation de la viscosité apparente lorsque la taille des particules diminue.

- la diminution de la friction interne du film avec la diminution de la taille des particules, et de même, la réduction de production de fines particules par le mécanisme d'usure et la probabilité d'impaction des particules.

Généralement, quand la pulvérisation agit durant un temps en excès, la contrainte requise pour la fracture des particules augmente, pendant que l'amplitude des contraintes locales, requise pour initier la fracture diminue

### II.2.3 Le broyage des particules individuelles

Les poudres sont caractérisées selon les tailles de leurs particules, la distribution de taille, la forme des particules et la texture de la surface des particules. Ces caractéristiques déterminent la coulabilité, la densité apparente, la couleur, la frittabilité, la compressibilité et les propriétés des produits frittés (Fig II.5).

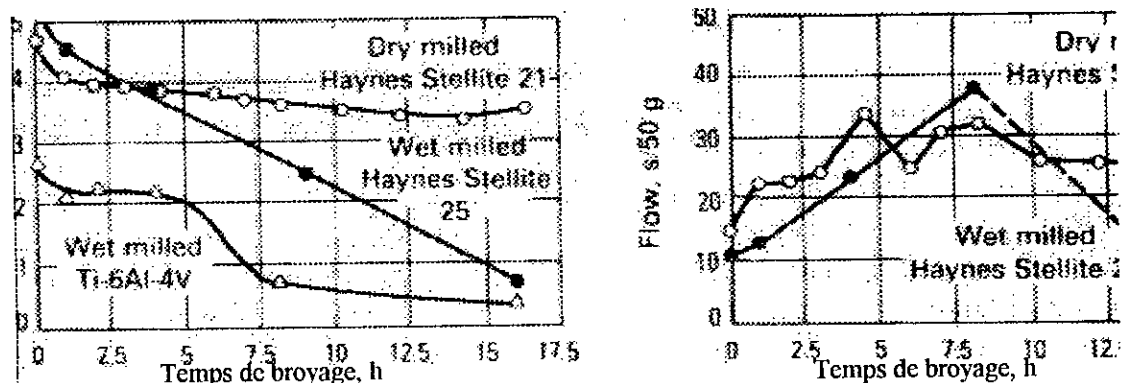


Fig II.5 : Effets du temps de broyage à vibration sur la densité apparente et le champ de coulabilité des poudres à base de cobalt et de titane [20].

Les caractéristiques des particules déterminent la manière dont elles sont déformées ou fracturées et leur résistance à la cassure. La fracture mécanique des particules individuelles doit être prise en considération pour la sélection de l'équipement de broyage et ses conditions. La figure (II.6) illustre l'écrasement des particules individuelles entre les boulets. Cette condition est rencontrée dans le broyage des particules relativement grosses ou une fraction de poudre, comme avec les gros granules des matériaux céramiques, les métaux durs, ou les grosses particules des poudres de métaux ductiles atomisées. Sous ces conditions, on rencontre l'impact de particules individuelles.



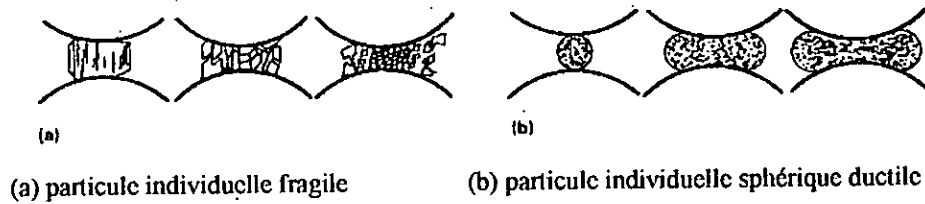
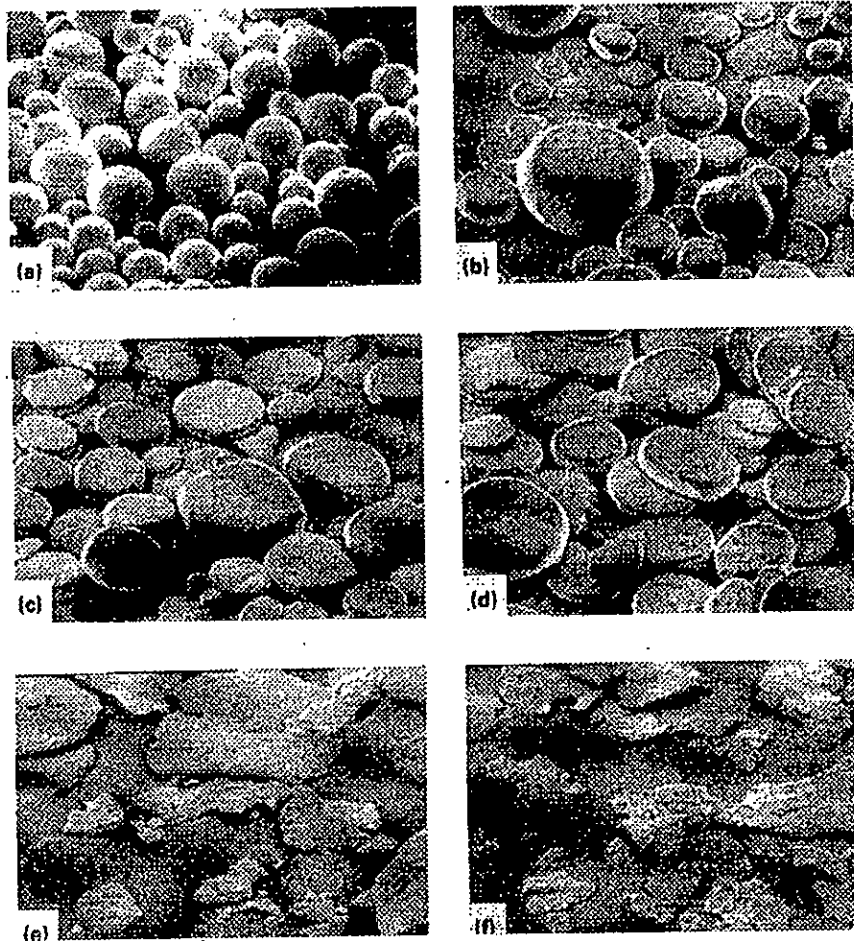


Fig II.6 Effet de l'impact [20].

Avec les céramiques et les métaux durs, de grosses particules fragiles sont rapidement réduites en poudre fine et ultrafine. Le broyage de particules individuelles fragiles est montré dans Fig II.6.a. Durant le broyage des métaux ductiles (Fig II.6.b), les particules individuelles ne se fracturent pas, mais se déforment en impliquant un changement de forme avec un changement de masse négligeable (Fig II.7). Les grosses particules individuelles des matériaux fragiles se désintègrent en fragments, pendant que celles des matériaux ductiles se déforment en galette pour prendre ensuite une forme de flocons.



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

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

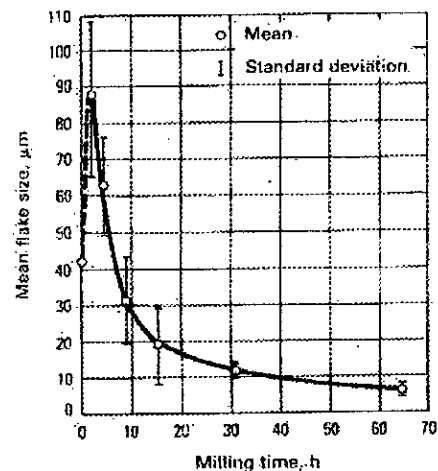
### II.3 Les paramètres de broyage et les caractéristiques des poudres

Les éléments de broyage dans le broyeur à boulets se déplacent à différentes vitesses. Par conséquent, les forces de collision, la direction et l'énergie cinétique entre deux ou plusieurs éléments varie grandement à l'intérieur de la charge de boulets. L'usure frictionnelle ou les forces de frottement agissent sur les particules comme bien le fait l'énergie de collision. Ces forces sont dérivées des mouvements rotatoires des boulets et le mouvement des particules à l'intérieur du broyeur et les zones de contact des boulets en collision.

La rugosité de surface des boulets est un facteur significatif dans le broyage. Plus rugueuse que soit la surface, plus grande sera l'énergie de friction dépensée, causant une action abrasive croissante. Les forces de friction exercent une action d'usure entre particules en contact sur l'une l'autre, produisant des débris d'usure. Les forces d'impact dans les applications du broyage réduisent effectivement la taille des particules entraînant la fraction des particules grossières ou des matériaux durs et/ou fragiles.

Les forces d'impact sont désirables pour les processus de déformation des poudres de métaux. La figure (II.8) montre le changement de largeur du flocon de poudre de fer en fonction du temps de broyage à vibration de boulets. L'attrition est la plus effective des forces dans le broyage fin des matériaux à la fois durs et ductiles et dans l'alliage mécanique. Pour la plupart des broyeurs à boulets, les particules sont soumises à la fois à l'attrition et à l'impact. Lorsque les forces sont hautement énergétiques, on peut avoir des soudures entre particules de poudre et les parois de la chambre.

**Fig II.8 La relation entre la taille des flocons et le temps de broyage pour un fer électrolytique broyé dans le broyeur à vibration de boulets Megapact [20].**



La force d'impact est directement proportionnelle à la masse du milieu broyant. Par conséquent, le nombre de processus et de forces qui agissent sur les particules sont une fonction directe du diamètre effectif et de la masse des corps broyants.

Les véritables valeurs des forces de collision diffèrent largement des valeurs théoriques à cause du mouvement complexe du milieu et la variation de vitesse, de la longueur du chemin et des trajectoires des corps individuels de broyage. La viscosité du fluide influe aussi sur le taux de collision dans le cas d'un broyage humide.

Généralement, la taille et la densité du milieu broyant sélectionnées sont déterminées par la déformation et la résistance à la fracture des métaux. Pour les matériaux durs et fragiles, la résistance à la fracture est uniquement un critère de sélection. Les milieux broyants, gros et denses, sont utilisés pour broyer des particules plus grosses et plus robustes, alors que les milieux de diamètres plus petits sont utilisés pour le broyage fin. Par exemple, les baguettes de céramiques ayant un diamètre de 1.6 mm et une densité de  $3.9\text{g/cm}^3$  peuvent être utilisées pour réduire la grosseur des flocons minces de métaux à des flocons très fins. Les éléments de broyage de petite taille ne peuvent effectivement être utilisés dans le broyage conventionnel à boulets Tumbler. Pour le broyage fin des matériaux durs, les milieux en carbures de tungstène sont recommandés.

Souvent, un compromis doit être pris pour la sélection de la taille des particules des boulets et le matériau. Bien que les boulets en carbures de tungstène sont économiques pour un broyage expérimental à petite échelle ou pour broyer des matériaux chers, les coûts peuvent être prohibitifs pour quelques opérations de broyage à grande échelle. Certains milieux, comme les boulets de broyage en acier inoxydable, peuvent être facilement 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 du milieu augmente lorsque la taille des particules diminue. Cependant, avec les métaux, deux facteurs additionnels doivent être pris en considération en addition à la pulvérisation. Les particules du métal peuvent à l'impact, s'agglomérer par soudure froide, consommant ainsi de l'aire de la surface. Par conséquent, cela cause un changement de forme à cause de la ductilité et de l'aptitude à la soudure froide.

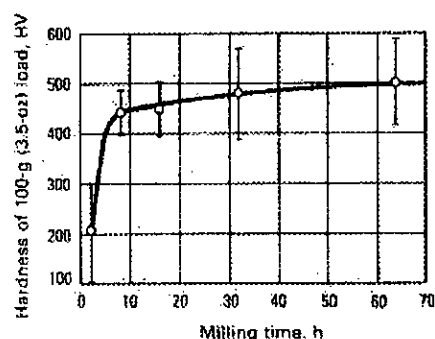
Ainsi, dépendant du processus dominant durant le broyage (fracture, soudure ou micro-forgeage), la particule peut :

- devenir plus petite durant la fracture,
- augmenter de taille grâce à l'agglomération par soudure,
- changer de forme, equiaxiale une forme de platelet ou flocon, par un processus de micro-forgeage.

Pour les métaux, le changement dans les mesures de la surface et de la taille des particules ne fournit pas un critère fondé pour la comparaison des effets de changement dans les paramètres des processus, la concurrence des processus et les équipements de broyage.

Un critère plus utile pour l'évaluation des processus de broyage est celui qui reflète le spectre des changements structuraux et physiques dans le métal et qui est sensible aux changements des paramètres des processus. La mesure de la micro-dureté des particules individuelles, assez grosses pour contenir l'empreinte de la plus petite pyramide de dureté à tête en diamant, donne une mesure convenable de l'effet du broyage sur les poudres de métaux, parce que la dureté est la mesure d'un travail à froid et des défauts internes produits par le broyage. Comme le montre la figure (II.9), la mesure de la dureté est sensée jusqu'à atteindre un temps de broyage approprié à un maximum de travail à froid produit.

**Fig II.9 L'effet du temps de broyage sur la microdureté du Nickel 123 [20].**

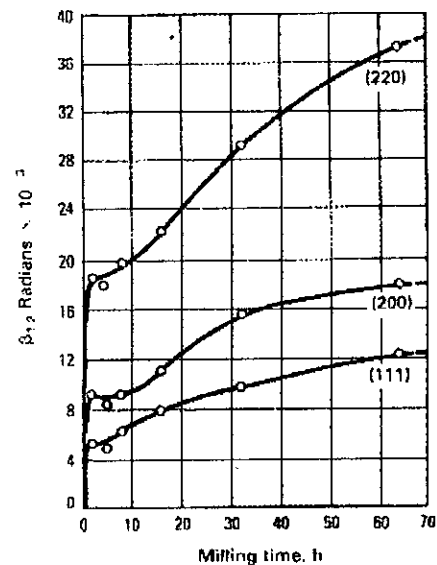


L'espacement des raies de diffraction X sont sensible à l'importance du travail à froid et à l'affinement de la structure cristalline qui résulte d'un travail à froid poursuivi au-delà du niveau de saturation. La variation des taux de déformations des poudres produites par un ensemble de paramètres de broyage donné, est illustrée au moyen de la relation entre l'écartement des raies de diffraction et les temps de broyage.

### II.3.1 La relation de l'énergie

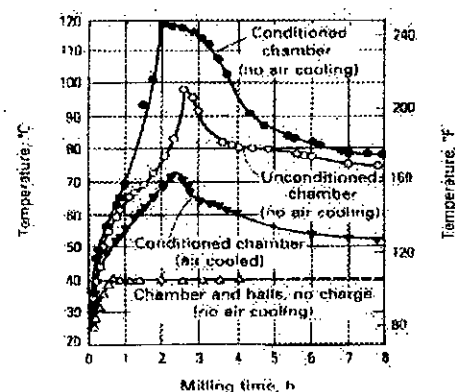
Lorsque le métal est déformé plastiquement par un travail à froid, la majeure partie de l'énergie mécanique du processus de déformation est convertie en chaleur. Cependant, une petite quantité (5 % environ) est emmagasinée dans le métal, ce qui hausse son énergie interne. L'énergie associée à la tension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

**Fig 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].



Si la température de la poudre monte au delà d'un certain point, les particules du métal ayant subit un travail à froid peuvent subir une recristallisation. La chaleur est générée par la déformation plastique des particules, la déformation élastique des boulets de broyage et des parois de la chambre de broyage. La figure (II.11) illustre les courbes de température typique contre le temps de broyage, pour une poudre d'un alliage Fe-27Ni-16Cr broyée à sec dans un broyeur à vibration [11]. Généralement, la température qui augmente durant un travail à froid rigoureux, chute brusquement avant que le travail à froid n'atteigne son niveau de saturation, après quoi, elle décroît lentement après l'extension du temps de broyage. Les chambres de broyage dites "Water-Jacketed" sont normalement recommandées pour les gros broyeurs à haute attrition et à haute énergie de vibration, qui atteignent des températures supérieures à 200°C.

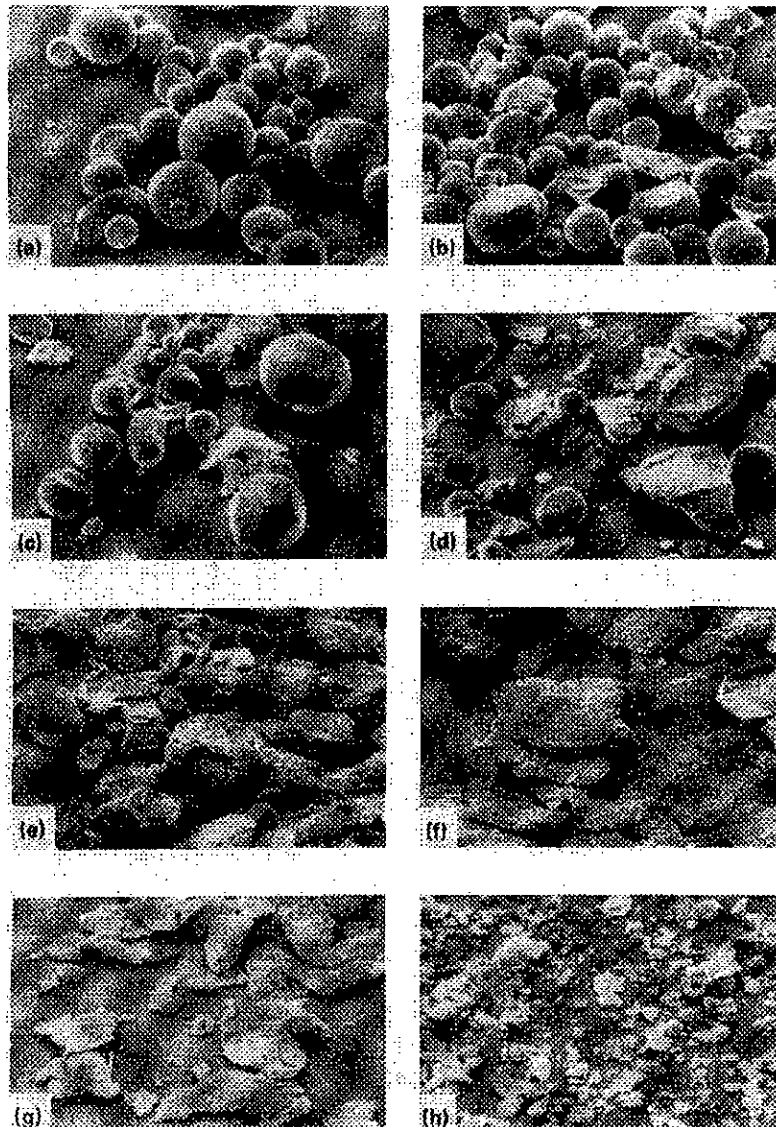
**Fig II.11** La courbe de chauffage pour une chambre de broyage de 280 cm<sup>3</sup> en acier inoxydable durant un broyage à vibration du Fe-17Ni-16Cr [20].



### II.3.2 Les processus de broyage

Les changements dans la morphologie des particules de poudre (Fig II.12) survenants durant le broyage des poudres de métaux sont obtenus par les processus suivants :

<i>Processus</i>	<i>Symboles de désignation</i>
Micro-forgeage	M
Fracture	F
Agglomération	A
Soudure (liaison atomique)	A <sub>w</sub>
Imbrication mécanique	A <sub>m</sub>
Auto-adhésion	A <sub>a</sub>
Desagglomération	D



(a) poudre initiale. (b) Apres 1 h. (c) Apres 2 h. (d) Apres 4 h. (e) Apres 8 h. (f) Apres 16 h. (g) Apres 32 h.  
(h) Apres 64 h

**Fig II.12 Micrographie électronique d'une poudre d'alliage à base de Cobalt [20].**  
(La poudre est broyée dans un milieu aide broyage, composée de l'alcool éthylique avec Un nitrate d'aluminium)

### II.3.2.1 Microforgeage

Le processus initial prédominant durant le broyage, est la compression des formes de particules de métaux ductiles au moyen de l'impact par le milieu broyant, comme le montre la figure (II.6.b). Les particules individuelles ou en groupe sont percutées à plusieurs reprises par le milieu broyant de telle sorte qu'elles se déforment (s'aplatissent) avec un changement de masse petit ou nul.

### II.3.2.2 Fracture

Après une période de broyage, les particules individuelles se déforment à un point où s'initie les cracks qui se propagent pour finalement fracturer la particules. La présence de fissures, cracks, imperfections et inclusions dans les particules facilitent la fracture. Les particules formées de particules irrégulières ou spongieuses, contiennent des fissures et des cracks qui facilitent la compression, la fragmentation, la rupture par la fatigue et la fragmentation, comparées aux particules sphéroïdales lisses et relativement non poreuses produites par atomisation. Quelques métaux friables (Antimoine, Bismuth, Manganèse et le chrome par exemple) et alliages intermétalliques fragiles (Cu-Al, Al-Mg, Cu-Sn, Ni-Fe, Ni-Zr et P-Cu) peuvent facilement être broyés en poudre.

### II.3.2.3 Agglomération

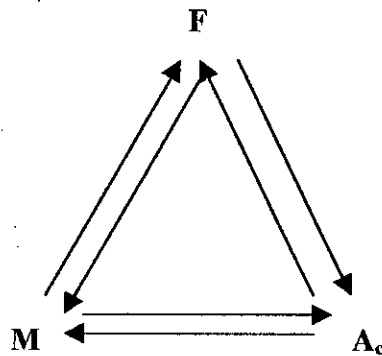
L'agglomération des particules peut se faire par soudure, par imbrication mécanique des surfaces spongieuses ou rugueuses ou par autocohésion. L'autocohésion est l'interaction moléculaire de particules entre elles, caractérisées par les forces de Van-Der-Waals. La désagglomération est le processus qui casse les agglomérés formés par autocohésion sans pour autant, désintégrer les particules individuelles de poudre.

### II.3.3 Mécanisme de broyage

Un des mécanismes de broyage consiste en un stade initial de micro-forgeage, durant lequel les particules sont déformées en l'absence de l'agglomération par soudure et de la fracture. Eventuellement, les particules deviennent tellement déformées et écrouies puis fragilisées par le travail à froid qu'elles entrent en second stage, durant lequel, elles se fracturent par le mécanisme de rupture par fatigue et/ou par la fragmentation de flocons fragiles. Les fragments générés par ce mécanisme peuvent continuer à diminuer en taille en l'absence des grandes forces d'agglomération, par alternance du microforgeage et de la fracture. Lorsque la fracture domine et le rôle du microforgeage est négligeable en l'absence de l'agglomération par soudure, les flocons continuent à devenir plus petits tant que l'interaction moléculaire agisse.

Comme les particules (particulièrement les flocons) deviennent encore plus fins, le couplage des forces tend à être plus important, et les agglomérés deviennent plus gros. Eventuellement, les forces de broyage qui désagglomèrent les particules, s'équilibrent avec les forces couplées présentes, et le résultat, est un aggloméré de taille de particules équilibrée.

Lorsque c'est la soudure froide entre particules qui agit, le processus initial sera le microforgeage. Ce dernier est suivi d'un second stade impliquant des processus de fracture (F), de microforgeage (M) et d'agglomération par soudure ( $A_m$ ) en boucle fermée, comme le montre le schéma ci-dessous :



Le mélange continu, la fracture et la soudure, produisent des particules composites, composées essentiellement de particules originales fragmentées et de particules composites. A des stades avancés du processus de broyage, les particules composites sont entièrement composées des particules composites fragmentées. Le degré de raffinement et d'attachement de la structure composite est une fonction du temps de broyage, comme le montre les figure (II.13) et (II.14) respectivement, pour le fer humidement broyé et le nickel sèchement broyé.

Après une période de temps, la soudure à froid et la fracture atteignent un état d'équilibre stable. La taille moyenne des particules obtenue dans ce stade, dépend de la facilité relative avec laquelle l'aggloméré peut être formé par soudure, par la fatigue et la force de rupture des particules composites et par la résistance des particules à la déformation. La distribution de taille des particules est resserrée, parce que les particules plus grosses que la moyenne sont réduites en taille avec le même rapport, avec lequel les fragments plus petits que la moyenne grandissent dans un tas de petites particules et de débris produits par attrition.

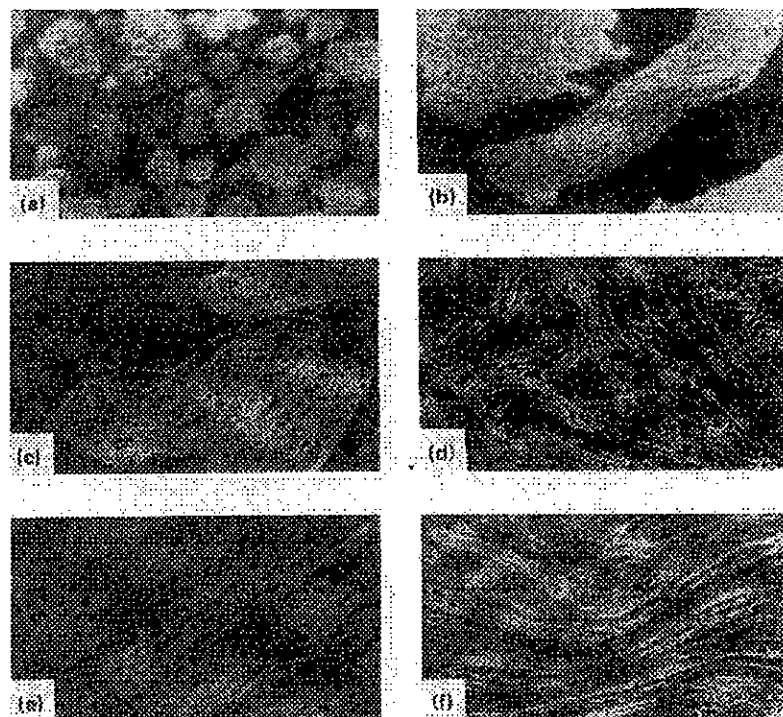
Ce processus est montré dans les figures (II.8) et (II.15). Lorsque un grand nombre de fines particules sont produits par attrition, le degré de raffinement est très grand. Si les particules sont spongieuses, rugueuses, le micro-forgeage peut être accompagné par l'agglomération avec une interdépendance mécanique.





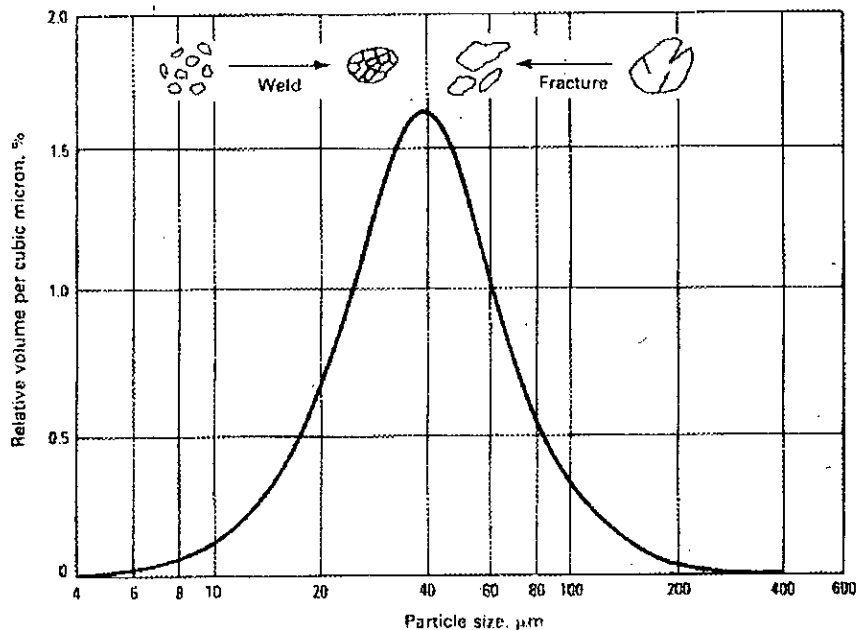
(a) poudre initiale. (b) Apres 4 h. (c) Apres 8 h. (d) Apres 16 h. (e) Apres 32 h. (f) Apres 32 h.

**Fig II.13 Le fer électrolytique montrant des sections transversales de particules [20].**  
(La poudre est broyée dans de l'heptane)



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

**Fig II.14 Le nickel 123 montrant des sections transversales de particules [20].**  
(La poudre broyée à sec)



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

### II.3.4 La destruction des film d'oxydes, des particules dures et des débris d'usures

L'effet durcissant, produit par les particules ultrafines d'oxyde à travers l'état solide ou l'alliage mécanique, est un facteur important influençant l'équilibre final de la taille des particules et du temps nécessaire pour établir l'équilibre de la taille des particules. Les particules d'oxydes dérivant des films d'oxydes présents à l'origine aux surfaces des particules et/ou de l'oxygène présent dans l'environnement de la chambre, deviennent prises entre les surfaces soudées à froid par l'effet du mélange. L'effet durcissant du dispersoïde, le travail à froid et la structure composite, augmente intensément la solidité et la résistance à la fracture des particules individuelles. Sous ces conditions, les particules prennent des formes plus équiaxiales. Plus important, le degré de durcissement peut limiter le taux de raffinement structural si l'énergie de broyage est insuffisante.

Du fait que l'effet de l'alliage mécanique dépend de l'accomplissement du degré final de raffinement, une énergie suffisante est nécessaire pour le broyage.

### II.3.5 L'environnement de broyage

Les agents actifs à la surface et les lubrifiants sont utilisés pour neutraliser les forces de soudure et par le même moyen, inhiber l'agglomération. Les agents actifs à la surface qui sont absorbés par la surface des particules, interviennent avec le soudage et diminuent de la tension

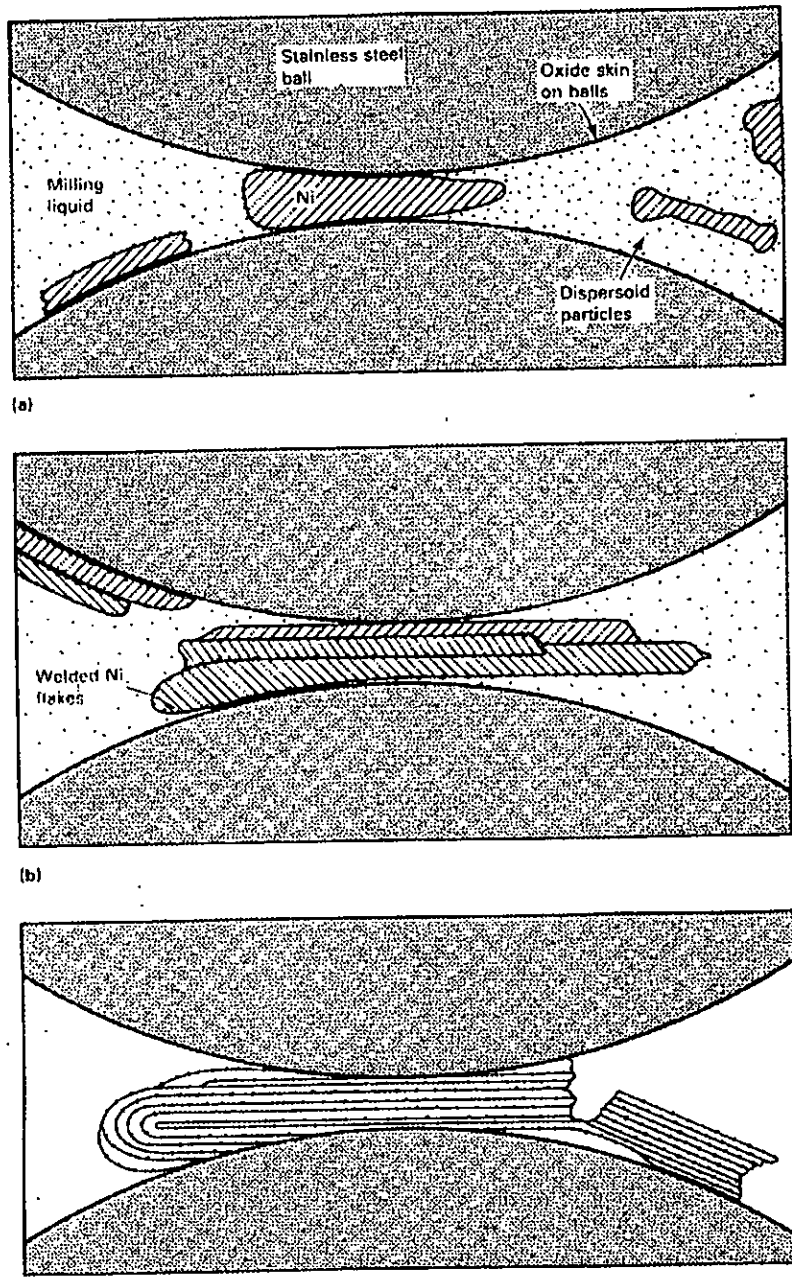
de surface du matériau solide. Du fait que l'énergie requise pour le broyage soit égale au produit des nouvelles surfaces générées que multiplie la tension de surface, une réduction de la tension de surface résulte de l'utilisation d'un temps de broyage plus court et/ou d'une poudre plus fine.

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

Le broyage du fer dans de l'eau, environnement hautement réactif pour ce métal, produit une mixture ultrafine d'oxyde de fer et de particules de métal. L'heptane est le moins réactif des environnements fluide de broyage pour les métaux. Cependant, l'addition d'agents qui aident le broyage, comme l'alcool cetylique peut réduire l'agglomération par soudure. L'efficacité d'une addition donnée, dépend de sa réactivité avec le métal en cours de pulvérisation ; plus le métal est réactif, plus l'addition est efficace.

Les poudres de métaux broyées dans des fluides organiques ou inorganiques, retiennent de petites quantités de fluide qui diffusent à travers quelconques particules [12]. Ainsi, les hydrocarbures contenant de l'hydrogène et du carbone et les carbohydrates contenant de l'hydrogène, du carbone et de l'oxygène sont favorable pour faire introduire du carbone et/ou de l'oxygène dans la particule. L'hydrogène s'échappe ultérieurement comme gaz s'il n'est pas absorbé dans le réseau durant le chauffage ou le frittage. Par exemple, la figure (II.17) montre les quantités d'oxygène, de carbone et de nitrogène trouvées durant le broyage d'un fer électrolytique dans de l'heptane. les films d'oxyde d'aluminium hydraté à la surface des poudres d'alliage d'aluminium, produisent des bulles durant le laminage antérieur en feuilles après l'alliage à l'état solide, sauf si elles sont enlevées par chauffage à un intervalle de température qui varie de 370 à 480°C dans une atmosphère inerte ou dans un fluide gazeux inerte.

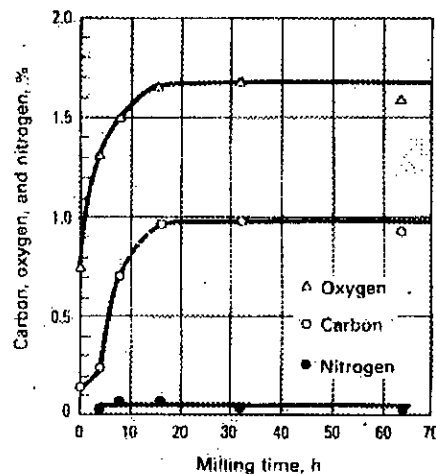
Quelques métaux, comme l'aluminium, le nickel et le cuivre, réagissent avec certains alcools durant le broyage pour former des composants métallorganiques complexes. Par exemple, l'aluminium réagi avec l'alcool isopropyle. D'autres métaux, comme le titane et la zircone peuvent réagir explosivement avec les fluides chlorurés tel le carbone tétrachloridrique. Les fluides chlorurés ne doivent jamais être utilisés avec les métaux réactifs.



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

Fig II.16 Processus de broyage non-reactif [20].

**Fig II.17 Prélèvements d'oxygène, de carbone et de l'azote d'un fer électrolytique [20].**



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

Durant le broyage mono-actif, la poudre métallique réagit avec douceur ou pas du tout avec le fluide broyant durant le broyage. Pendant le broyage à boulets, les particules de poudre se soudent entre elles à une grande échelle. Additionnellement, boulets, parois de la chambre de broyage et poudre de même métal, peuvent se souder entre eux. La soudure de la poudre aux boulets et aux parois de la chambre de broyage, peut comme même avoir lieu, si ces derniers sont hétérogènes.

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

Le broyages de 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 et les propriétés physiques et chimiques du métal ou de l'alliage en cours de broyage. Ces changements en cours affectent les propriétés physiques du métal procédé et la consolidation des produits qui résultent. Les caractéristiques de la poudre associés au broyage, incluent :

**Externes**

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

**Internes**

- Les structure composites et les agglomérés composites,
- Le travail à froid ( l'énergie emmagasinée),
- Une haute densité de dislocations,
- Amélioration de l'homogénéité (alliages),
- Une taille de cristallite raffinée,
- La composition chimique (incorporation de gaz et fluides de l'environnement de broyage).

**Physiques**

- Les propriétés mécaniques (la résistance à la déformation et à la dureté),
- les propriétés physiques (la résistivité magnétique),
- les propriétés chimiques (la corrosion),
- les propriétés de la métallurgie de poudre (la densité apparente, la coulabilité, la friabilité, la compressibilité et le densité frittée).

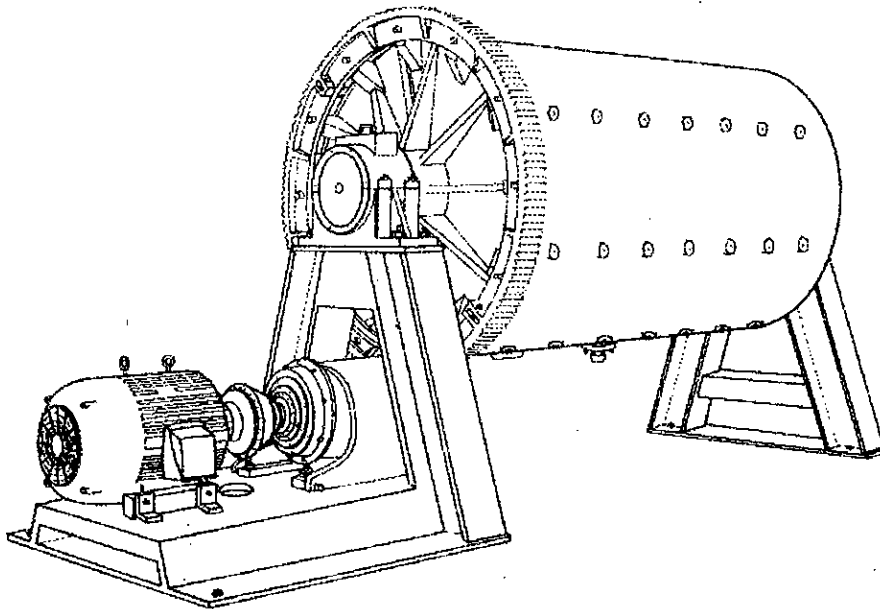
La connaissance des variables qui influencent les caractéristiques du produit broyé, peut être utilisée pour l'amélioration, des performances du produit, les propriétés du matériau et à accomplir les applications innovatrices de la métallurgie de poudre, qui ne sont pas possibles par la métallurgie. L'ensemble de ces applications inclus la destruction d'oxydes d'alliages durcis et les composants supraconducteurs tels  $NB_3Sn$ .

**II.4 Les équipements de broyage**

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

### II.4.1 Le broyeur à boulets Tumbler

Dans le broyeur Tumbler montré dans la figure (II.18), le mouvement des boulets ou des tiges dépend de la vitesse de rotation des parois de la chambre.



**Fig II.18 Le broyeur Tumbler utilisé pour le broyage des poudres de métaux [20].**

Les boulets peuvent rouler, "cascade", tomber sur la surface de la charge dans des séries de couches parallèles ou peuvent être projetés dans l'espace. Une discussion mathématique détaillée des trajectoires suivies par les boulets est donnée dans [15].

### II.4.2 Les paramètres de charge d'un broyeur à boulets [15]

Le taux de broyage d'une poudre est fonction de la quantité de poudre dans le volume total entre boulets, il atteint sa valeur maximale quand le remplissage de la poudre est à 100% (c'est à dire que l'espace entre boulets est complètement rempli de poudre). La vitesse de broyage doit être réglable pour assurer l'opération avec les proportions requises de boulets pour la cascade ou pour la cataracte. Cette proportion est largement dépendante de la vitesse de rotation et du coefficient de friction du matériau constituant la charge. Avec la taille croissante du boulet, la proportion de broyage augmente atteignant son maximum lorsque 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 du broyage peut être calculée par :

$$N_c = 76.6 \sqrt{\frac{1}{D}} \quad (\text{II.3})$$

Où :

D : le diamètre du broyeur

$N_c$  : la vitesse critique du broyage, en tour par minute.

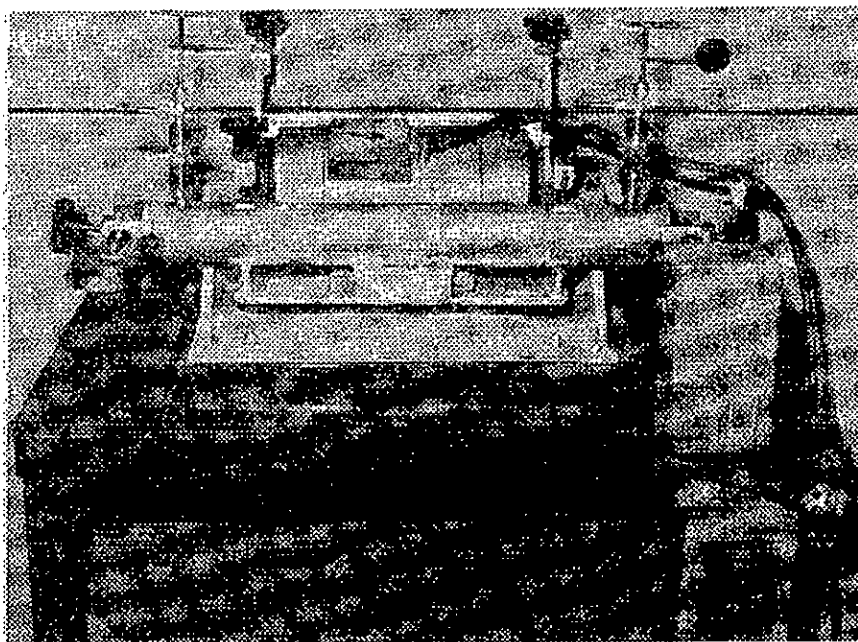
Ces paramètres sont approximatifs et peuvent ne pas être valides pour les particules de métaux qui tendent à s'agglomérer par soudure.

Le mélange à l'état solide peut être mené dans le broyeur à boulets Tumbler, utilisant un diamètre de boulets variant de 16 à 25mm, dans le cas où le diamètre du broyeur varie de 1.5 à 1.8m et dans le cas où les autres conditions encourageant l'agglomération par soudure à froid son satisfaites. Pour les grands plateaux de production de superalliages alliés mécaniquement, le broyeur Tumbler remplace le broyeur à attrition. Les temps de broyage pour le broyeur Tumbler sont plus longs pour atteindre le même niveau de mélange mené dans les broyeurs à attrition ou à vibration, mais la productivité est en général substantiellement plus grande. Généralement, les broyeurs Tumbler sont utilisés pour pulvériser ou écailler (mettre sous forme de flocons) les métaux en utilisant un aide broyage ou lubrifiant, pour prévenir 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

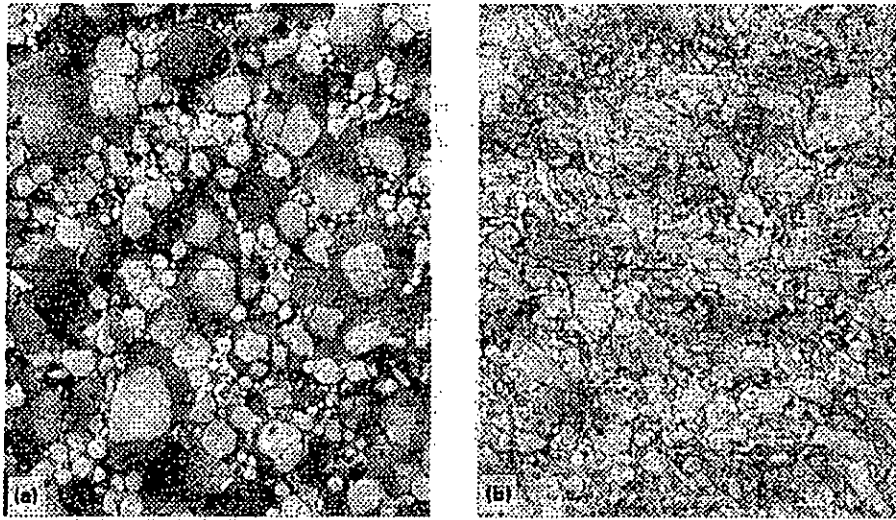
Dans le laboratoire du broyeur à tube vibratoire montré dans la figure (II.19), le mouvement oscillatoire des boulets est compliqué. Le chemin des boulets et des particules est déterminé par un nombre de facteurs, incluant la vitesse de vibration, l'amplitude, la courbure des cotés des parois de la chambre de broyage, son mouvement horizontal et le contact de la charge avec la surface du haut de la chambre de broyage. Les boulets tournent le long des parois de la chambre, et se déplacent parfois horizontalement selon des chemins spiraux. La giration dans des chambres cylindriques produit occasionnellement des déformations et/ou des rainures dans les parois intérieures de la chambre. Ces rainures peuvent s'étendre jusqu'à 360°, dépendant de la possibilité de contact des boulets avec la surface supérieure des parois de la chambre. Les boulets tournent aussi à différentes vitesses et directions, causant une action de cisaillement substantiel qui est désirable dans les opérations de mélange.



**Fig II.19 Le broyeur à boulets à vibration Megapact [20].**

Les forces d'impact agissant sur les poudres dans un broyeur à vibration sont une fonction du taux de broyage, 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 à 3300 rpm, avec une amplitude de 2mm donnant un taux maximum d'accélération de 12.2g, où g est l'accélération gravitationnelle qui est égale à 9.81 m/s. Les broyeurs de grande production, opèrent à des fréquences 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 pour la production d'alliages à l'état solide et de métaux consolidés par diffusion, avec une capacité allant jusqu'à 4.5 kg ou plus, dépendant de la densité apparente de la poudre. Les figures (II.20.a et b) montrent la 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 de laboratoire à vibration du type montré dans la figure (II.19).

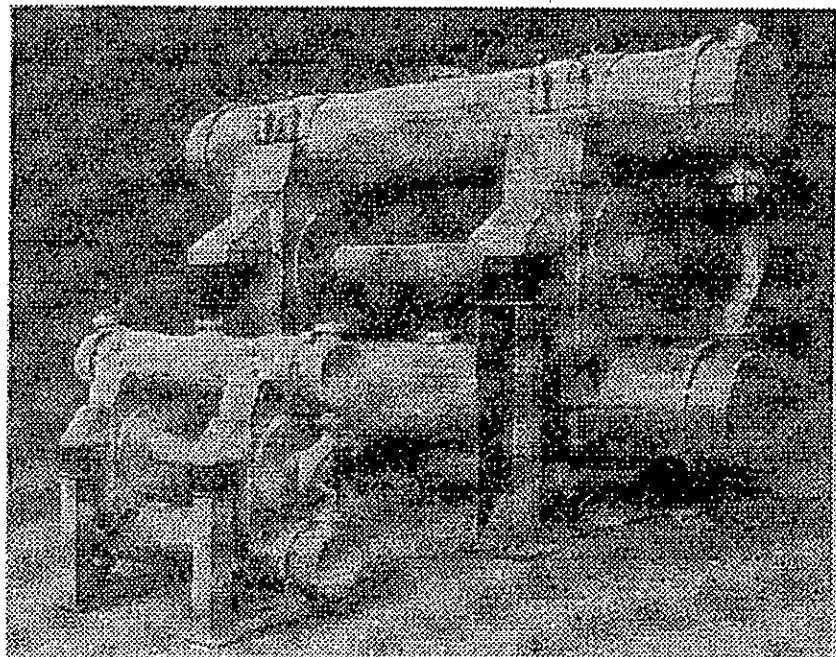


(a) Poudre non traitée, rapidement solidifiée après pression à chaud. (b) Poudre pressée à chaud rapidement solidifiée, après broyage de haute énergie dans un broyeur Megapact.

**Fig II.20 L'homogénéisation d'un alliage de Al-Fe-Ce au moyen du broyage à haute énergie [20].**

Dans les gros broyeurs en tube, montrés dans la figure (II.21), le mouvement vibratoire du milieu décroît en partant des parois de la chambre vers le centre du broyeur ; par conséquent, l'effet du broyage est moindre dans le centre du broyeur comparé au voisinage des parois de la chambre. Une opération efficace est obtenue à un taux de remplissage de boulets variant entre 60 à 80% du volume de la chambre de broyage pour des tube de 500 mm de diamètre, avec un remplissage de 100% du volume entre boulets.

**Fig II.21 Les broyeurs à vibration pilot [20].**



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

#### II.4.3.2 Le broyeur à vibration Sweco (Fig II.22)

Ces broyeurs sont équipés avec des chambres de broyage en forme de cylindre verticale avec un axe solide au centre. Le moteur à double extrémité avec des poids excentriques qu'est fixé au fond de la chambre, génère des vibrations tridimensionnelles à hautes fréquences. L'ensemble du moteur et de la chambre sont montés sur une base qui repose sur des ressorts. La vibration du milieu broyant à l'intérieur 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'intérieur du milieu sont cassées par l'effet de l'impaction à haute fréquence.

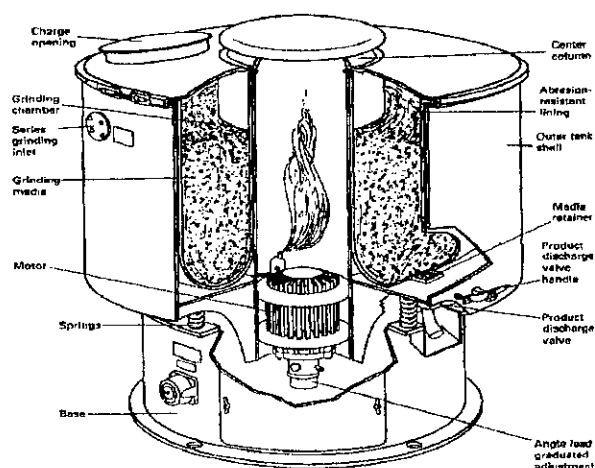


Fig II.22 Le broyeur Sweco pour le broyage humide à vibration [20].

Le milieu est emballé pour donner une densité d'empaquetage plus ou moins maximale. La masse empaquetée tourne lentement dans un plan horizontal, la masse empaquetée s'élève légèrement au voisinage des parois extérieures de la chambre et descend en approchant les parois intérieures de la chambre. Ce mouvement facilite la distribution de charge 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 de métaux. Il est particulièrement mal adaptable pour les métaux de haute densités, parce que les hautes densités causent l'entassement des particules au fond qui deviennent plaquées.

#### II.4.4 Les broyeurs à attrition

Le broyage dans un broyeur à attrition (Fig 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 en cours de 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'effets des forces d'impact et de cisaillement. Le produit broyé est percuté par les boulets se déplaçant suivant différentes trajectoires, qui se heurtent à l'intérieur de la charge dilatée du milieu et de la poudre.

Tandis que les broyeurs à boulets utilisent de gros boulets de broyage (12.7 mm ou plus) et tournent à des vitesses de rotation de l'ordre de 10 à 50 rpm, le broyeur à attrition utilise des milieux de 3 à 6 mm 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 le broyeur à attrition est utilisée pour agiter le milieu, et non pour faire tourner ou vibrer le lourd contenu du récipient.

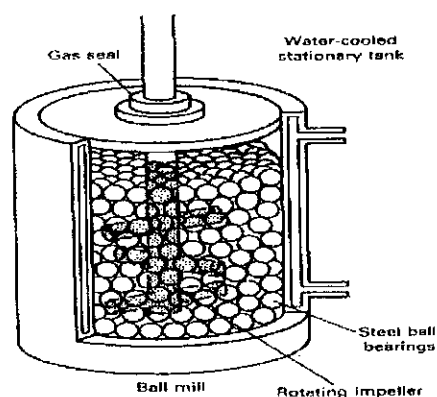


Fig II.23 Le broyeur à boulets à vibration [20].

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 des broyeurs à attrition pour le mélange et le mixage des poudres des outils de coupe en tungstène carbure/cobalt incluent un court temps de broyage, et une production de particules de taille fine (de l'ordre du micron).

Les broyeurs à attrition broient effectivement les métaux dans une atmosphère inerte, comme pour les processus d'alliage à l'état solide ou l'alliage mécanique, comparés aux 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 du broyeur à attrition

L'arbre tournant central 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.
- La force de culbutage.

Pour le broyage fin, les forces d'impact et de cisaillement doivent être présentes simultanément. Dans les broyeurs à attrition, l'impaction est causée par le (contact) constant du milieu de broyage, dû au mouvement irrégulier. L'action de cisaillement est produite par le mouvement aléatoire des boulets dans différentes directions de rotation, laquelle exerce des forces de cisaillement sur la buée adjacente. La plus grande agitation du milieu agit au point qui se trouve au deux tiers du chemins à partir du centre. Le broyage n'agit pas sur les parois de la chambre, qui sert non pas comme surface de broyage mais comme récipient. Une usure minimale des parois de la chambre assure une longue durée de vie pour le broyeur.

Dans le broyage à attrition, le temps de broyage est relié au diamètre du boulet et à la vitesse de l'agitateur sous les conditions données, par :

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

Où :

- t : temps de broyage requis pour obtenir une certaine taille moyenne.
- k : une constante qui varie avec la poudre étant broyée et du type de milieu et du broyeur utilisé.
- d : diamètre de la chambre.
- n : la vitesse de l'arbre en tours / minute.

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

Dans le broyeur à fournée, le matériau est introduit dans la chambre revêtue et est broyé jusqu'à une taille de particules voulue. Les parois de la chambre sont revêtues de telle façon que l'eau chaude qu'elle soit ou froide, circule pour contrôler et maintenir la température de la fournée. Les broyeurs à attrition à fournée peuvent broyer des matériaux de hautes densités comme le carbure 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 endurcis.

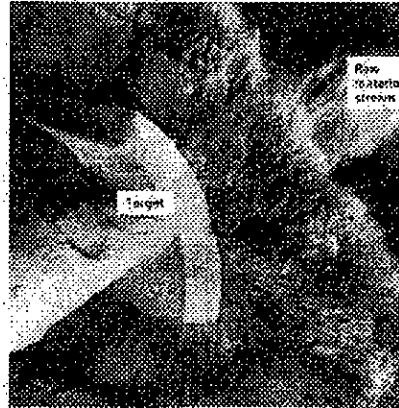
Le système de mouture par circulation comprend un broyeur à attrition avec un grand réservoir, généralement dix fois plus grand que le volume de l'unité de broyage. Les broyeurs à attrition ont généralement des taux élevés de pompage. Normalement, le contenu du réservoir est passé à travers le système,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

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

#### **II.4.5 Le processus d'impact Coldstream**

Le processus Coldstream est un processus à vitesse élevée, dans lequel le matériau est entraîné dans un courant de gaz et projeté contre une cible stationnaire. Après que le matériau ait frappé la cible puis fracassé, il est enlevé de la chambre d'impact par aspiration. Le matériau est ensuite transporté vers un classificateur, qui permet aux produits de grosses tailles de tomber dans un récipient de stockage pour un impact ultérieur contre la cible. Le produit final est séparé par le classificateur, puis transporté vers les conteneurs de collection. La chambre dans ce procédé est revêtue avec du carbure de tungstène ou un autre matériau résistant à l'usure. La lance supersonique et la cible sont en général fabriquées à partir de carbure de tungstène cémenté, mais les autres matériaux résistants à l'usure 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 en se fracassant.

**Fig II.24 Courant de matériau brut percutant une cible en se fracassant dans le procédé d'impact Coldstream [20].**



La propagation rapide du gaz excitant la lance, crée un grand effet rafraîchissant à travers l'expansion adiabatique. Cet effet est plus grand que la chaleur générée par la pulvérisation. Un compresseur qui débitant  $56 \text{ m}^3 / \text{min}$  d'air à  $6.9 \text{ MPa}$  est utilisé, et de tels compresseurs peuvent alimenter deux ou trois systèmes d'impact Coldstream simultanément.

Le procédé d'impact Coldstream est utilisé pour pulvériser les matériaux durs, abrasifs et relativement chers, comme le carbure de tungstène, les alliages de tungstène, le molybdène, les aciers à outil, le béryllium et d'autres alliages. Le processus convertit rapidement des particules atteignant 6 Mesh à une taille de l'ordre du micron. Les avantages du procédé incluent la simplicité, un bas coût des opérations, une basse température pendant les opérations (ce qui prévient l'oxydation), une aptitude à retenir une haute pureté et à contrôler la taille des particules à travers le temps du matériau en cours de pulvérisation.

Le coût élevé du traitement additionnel 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, ce qui est remarquable pour les poudres grossières d'acier de composition non inoxydable. 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 du métal produit.

#### **II.4.6 Le broyage de haute énergie**

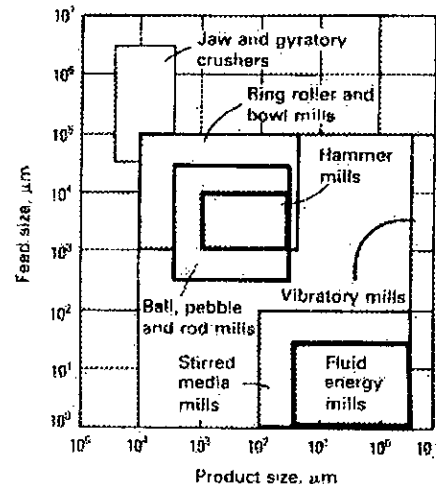
Les broyeurs à vibration, à attrition et le broyeur Tumbler de grand diamètre peuvent être classés dans l'ordre des broyeurs de haute énergie, et sont effectivement utilisés dans les processus d'alliage mécanique ou à l'état solide. La figure (II.25) fournit les capacités des équipements typiques de réduction de taille pour le broyage d'un matériau de taille d'entrée donnée, à une taille désirée du produit, lorsque l'objectif du broyage est la pulvérisation des



matériaux céramiques ou métalliques, durs et/ou fragiles. Les applications qui conviennent au broyage de haute énergie incluent :

- Le floconnage des poudres des métaux [12], [14].
- L'alliage mécanique [6], [7], [10], [15], [16].
- Les poudres composites [18].
- Le contrôle des formes des particules.
- Le contrôle de la coulabilité des poudres.
- Le contrôle de la densité apparente des poudres.
- Le carbure de tungstène et ses alliages.

**Fig II.25 Les capacités typiques de tailles des classes communes d'un équipements de réduction des tailles [20].**



- 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 ultrafines [8], [19].
- Le frittage activé [7].

#### 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 grandes quantités de gâteaux frittés, qui sont des produits intermédiaires, dans la production des poudres métalliques par réduction d'oxydes. Si de telles poudres sont à utiliser dans les procédés conventionnels de la métallurgie des poudres, il est essentiel qu'ils développent de bonnes caractéristiques de dureté à vert et de compressibilité. Pour ces raisons, les gâteaux frittés doivent être réduits en poudre, typiquement < 80 mesh. Les broyeurs de "Hammer et Rod", battis en écran ou d'autres mécanismes de séparation sont plus recommandés pour obtenir ces propriétés. La figure (II.26) montre des particules de cuivre en forme de blocs, produit par un broyage de type "Hammer", d'un gâteau spongieux fritté.

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



## Chapitre III

### PRODUCTION DES POUDRES DE CUIVRE ET SES ALLIAGES

#### III.1 Introduction

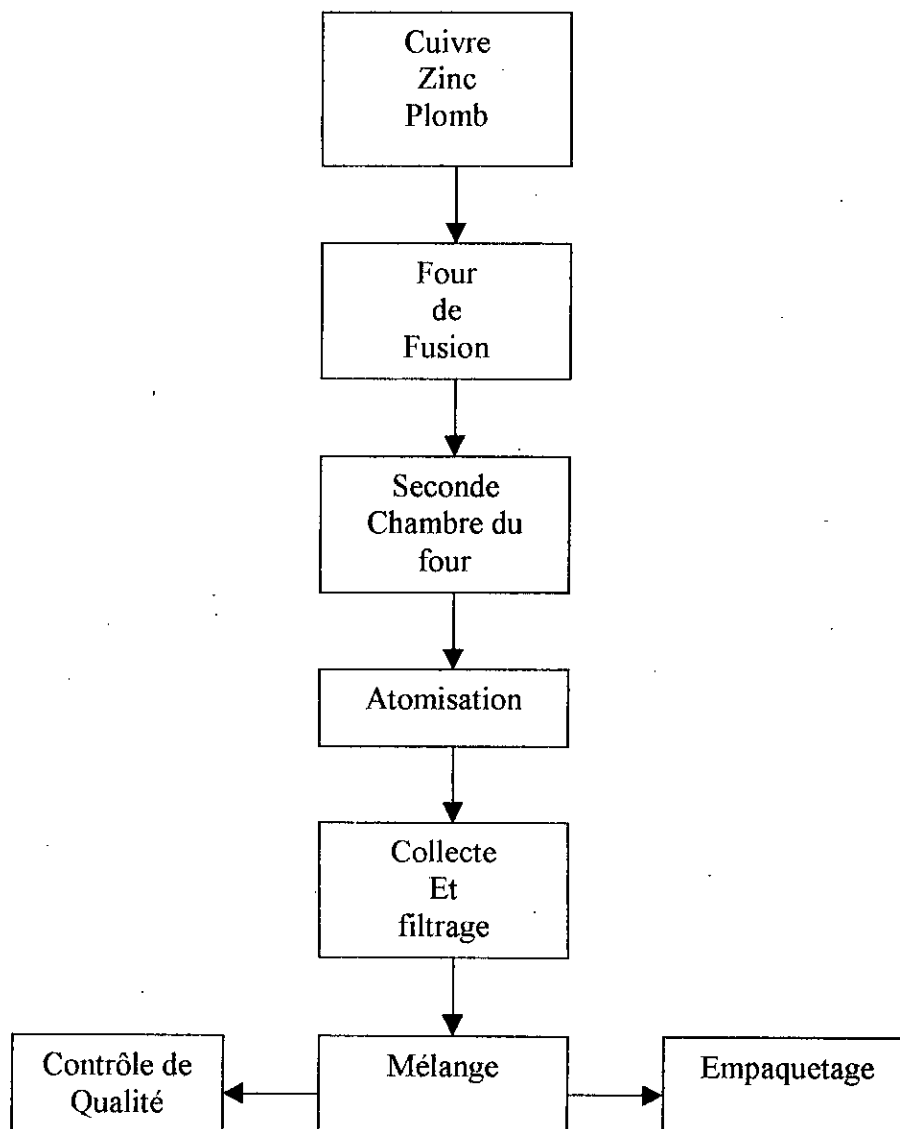
Les poudres commerciales des alliages de cuivre, incluant les laitons, les bronzes et les alliages Ag-Ni sont élaborées de la même manière. Normalement, les mêmes facilités de la fabrication intégrée, sont utilisées pour compléter le processus de fusion, d'atomisation et de mélange d'une fournée ou d'un lot.

Le processus de production des poudres est similaire à une opération de fonderie dans laquelle, des métaux vierges de haute pureté sont chargés dans un four de fusion avec des fournées pré pesées. L'opération se tient à une température et pendant un temps prédéterminés. Les matériaux brut de haute pureté sont exigés, parce que la fusion produit un minimum de raffinement. Pour assurer la continuité, l'homogénéité et une atomisation non interrompue, la fournée en fusion est transférée dans un second four avec une plus grande vitesse de fusion que le premier. Dans le but d'assurer un mouvement constant du métal, requis pour l'homogénéité de l'alliage, l'opération de chauffage est préférable dans au moins un four.

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

La poudre atomisée, rafraîchie à l'air, est collectée puis subit un premier contrôle de tamisage pour enlever les particules de grande taille. L'arrangement de la distribution de taille de quelconque alliage est réalisé par une manipulation contrôlée du taux d'air et/ou de la température du métal en fusion. Finalement, la poudre criblée peut être mélangée avec des lubrifiants organiques sec, comme le lithium, pour l'utilisation dans l'industrie de la métallurgie des poudres des composants structuraux.

Une variété d'alliage à base de cuivre peut être produite par le procédé d'atomisation; cependant, les applications commerciales de la métallurgie des poudres sont normalement restreintes à un domaine étroit de compositions spécifiques de phase singulière ( $\alpha$ ).



**FigIII.1** Diagramme d'écoulement pour une poudre atomisée d'alliage de cuivre

### III.2 Les laitons

Les laitons comprennent la majeure partie des alliages à base de cuivre utilisés pour la fabrication des pièces, en comparant avec les bronzes préalliés et les matériaux de Ni-Ag. Les poudres typiques de laiton Cu-Zn, contiennent des teneurs de zinc allant de 10 à 30%. Le plomb peut être additionné en petites quantités (1 à 2 %) pour améliorer l'usinabilité du compact fritté. Une photomicrographie d'une poudre d'un alliage à 80% Cu-18% Zn-2%Pb est montrée dans la Fig III.2. Les températures de fusion de ces alliages varient de 1045°C pour 90% Cu-10% Zn à 960°C pour 70% Cu-30% Zn. Avec l'augmentation de la teneur en zinc, la température de fusion diminue [21].



**Fig III.2** Photo-micrographie d'un laiton preallié,  
atomisé à l'air (80% Cu-18% Zn-2% Pb)  
(G=165) [21]

Propriétés	Laiton	Broze(a)	Nickel-argent (a) (b)
<b>Analyse par tamisage, %</b>			
+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
<b>Propriétés physiques</b>			
Densité apparente	3.0-3.2	3.3-3.5	3.0-3.2
Taux de coulée, s/50 g	24-26	...	...
<b>Propriétés mécaniques</b>			
Compressibilité (c) à 414 Mpa			
(30 tsi), g/cm <sup>3</sup>	7.6	7.4	7.6
dureté à froid (c) à 414 Mpa			
(30 tsi), MPa (psi)	10-12(1500-1700)	10-12(1500-1700)	9.6-11(1400-1600)
(a) taille nominale en mesh : Laiton. -60 mesh ; Bronze. -60 mesh ; Nickel Argent. -100 mesh.			
(b) ne contient pas de plomb,			
(c) Les données de compressibilité et dureté à froid des poudres lubrifiées avec 0.5% de stéarate de lithium			

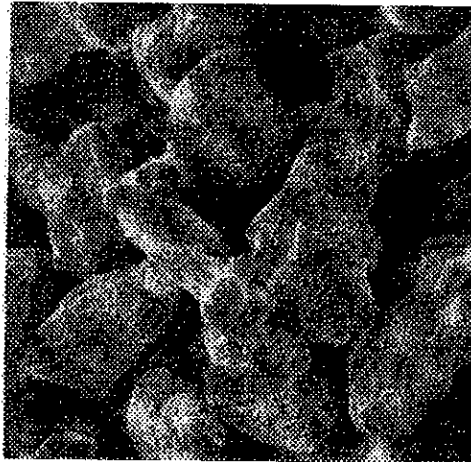
**Tableau III.1 Les propriétés physiques des alliages typiques de laiton, bronze et de l'alliage nickel-argent [21]**

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

### III.2 Les bronzes

Les bronzes prealliés, atomisés, ne sont pas largement utilisés dans la fabrication de pièces compactées à base de poudre, à cause de la forme nodulaire de leurs particules et de leur

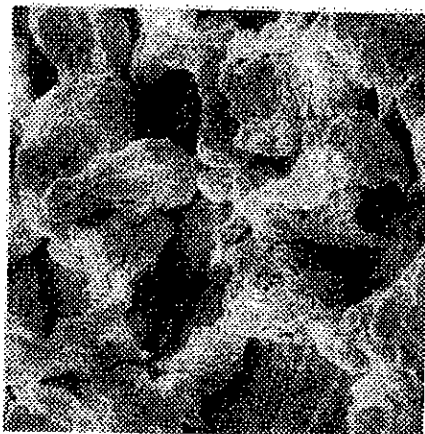
densité apparente élevée, deux facteurs qui contribuent à ce que le compact ai une dureté à vert médiocre. Les compositions courantes des prealliés, sont 90% Cu-10% Sn et 85% Cu-15% Sn, préparés de la même manière que les poudres de laitons, à l'exception de l'utilisation de cuivre et d'étain de grande pureté. Une photomicrographie de la poudre d'un alliage de 89% Cu-9% Sn-2% Zn est montrée dans la Fig III.3. Les propriétés physiques typiques d'un alliage de composition, bronze sont données dans le tableau III.1.



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

### III.3 Les argents au nickel

Un unique alliage à base de Nickel-argent, de composition, 65% Cu-18% Ni-17% Zn, est communément utilisé dans l'industrie de la métallurgie de poudre. Cet alliage peut être modifié pour améliorer son usinabilité, par addition de plomb. L'élaboration par fonderie est similaire à celle utilisée pour les laitons, à l'exception de la température de fusion qui s'élève à plus de 1093°C. Une photomicrographie d'une poudre d'un alliage de 63% Cu-18% Ni-17% Zn-2% Pb est montrée dans la Fig III.4. Les propriétés physiques typiques d'un alliage de composition, Nickel-Argent sont données dans le tableau III.1.



**Fig III.4 Photomicrographie d'un alliage  
Nickel- argent (63% Cu-18%Ni-17%Zn-2%Pb)  
préallié, atomisé à l'air.  
(G=165) [21]**



## **Chapitre IV**

### **Description des expériences**

#### **IV.1 Introduction**

Comme tout projet de fin d'études, le but est de servir l'industrie, optimiser les facteurs qualité et quantité en minimisant les coûts de production. Le présent travail traite d'un problème important qui est la récupération et le recyclage des déchets d'usinage lors de fabrication des pièces.

Le procédé de recyclage des déchets d'usinage consiste à réduire les copeaux à l'état de poudre, après quoi la poudre est traitée pour plus de pureté, puis compactée selon une empreinte donnée, pour enfin donner après frittage, une pièce de propriétés désirées.

Plusieurs paramètres influencent la qualité de la poudre produite, dont la taille initiale des copeaux, la charge broyante, le temps de broyage et la vitesse.

#### **IV.2 Déroulement des expériences**

Le présent travail consiste en la production d'une poudre de laiton à partir des copeaux d'usinage d'un barreau cylindrique en laiton. On commence par produire des copeaux, on les caractérise par tamisage et pesée puis on les introduit dans le broyeur pour une durée de temps donnée et des paramètres de broyage définies. Après avoir broyé les copeaux, on procède à une première caractérisation de la poudre produite, par tamisage puis par pesée. Une fois la poudre produite, et par soucis d'éliminer la couche d'oxyde de fer à la surface des particules de poudre, on procède au décapage des surfaces de celles-ci en utilisant une solution d'acide nitrique.

Après toutes ces opérations, et pour pouvoir parler de l'influence des paramètres de broyage sur la forme des particules de la poudre produite, on procède à la caractérisation de celle-ci par microscopie optique.

#### **IV.3 Description des opérations**

##### **IV.3.1 Fabrication des copeaux**

Pour la fabrication des copeaux, on a eu recours à usiner au moyen d'un tour, un barreau cylindrique en laiton. L'avantage du tour dans la production des copeaux, est la possibilité de contrôler et la taille des particules de poudre et leurs formes.



**Fig IV.1 Photographie d'une opération de production des copeaux de laiton**

Les paramètres influençant la taille et la forme des copeaux sont :

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

Pour mettre en évidence l'influence de la taille initiale sur la qualité de la poudre produite, on a jugé bon de produire trois gammes de copeaux, à une vitesse de rotation du mandrin fixée à 600 tr/mn et à une vitesse d'avance du porte outil fixée à 1mm/s. Les trois gammes de copeaux sont :

(a)- Copeaux fins :

- L'outil utilisé est un outil couteau droit à chariotier.
- La pénétration de L'outil selon l'axe transversal du barreau cylindrique est de 0.03mm sur le rayon.

(b)- Copeaux moyens :

- L'outil utilisé est un outil couteau droit à chariotier.
- La pénétration de L'outil selon l'axe transversal du barreau cylindrique est de 0.5mm sur le rayon.

(c)- Copeaux grossiers :

- L'outil utilisé est un outil à chariotier, coudé à droite de 45°.

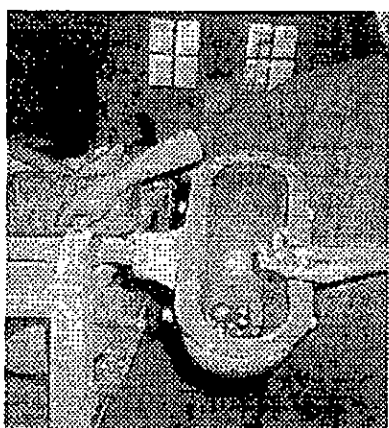
- Dans ce cas particulier, et par soucis de qualité des copeaux (pour avoir des copeaux grossiers et minces et pour éviter le problème de l'échauffement), on a utilisé les manœuvres manuelles du tour (élimination de la commande automatique de l'avance du porte outil).

### IV.3.2 Caractérisation des copeaux

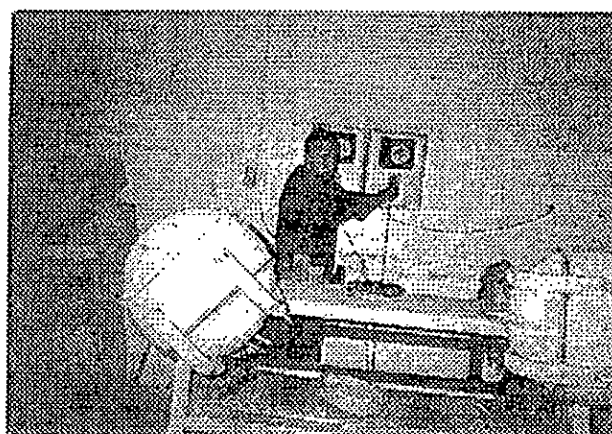
Après avoir produit les copeaux, et comme la taille initiale des copeaux est un paramètre important de broyage, on procède au tamisage d'une quantité de 500grs de copeaux au moyen d'une série de tamis disposée selon un ordre décroissant. On met la quantité de copeaux dans le haut de la série de tamis. Après avoir séparé les différentes gammes de tailles de copeaux au moyen d'un vibreur de tamis pendant 12mn, on procède à la pesée des refus dans chaque tamis, pour enfin établir la courbe de distribution des tailles, moyen qui après calcul, nous donne la taille moyenne des copeaux.

### IV.3.3 Description de l'opération de broyage

Le broyeur utilisé dans le présent travail est un broyeur à boulets à vibration. Le broyeur est composé de deux chambres, de forme torique, avec des boulets à l'intérieur. Chacune des deux chambres est liée, au moyen d'un arbre de transmission et d'un réducteur à roue et vis sans fin, à un moteur électrique. Ce dernier assure une rotation à vitesse constante de la chambre qui lui est liée. Voici ci-dessous une photo du broyeur utilisé :



**Fig IV.2.a Boulets de broyage et charge broyée à l'intérieur de la chambre de broyage**



**Fig IV.2.b Opération de broyage en cours**

Dans son mouvement de rotation, le broyeur génère un mouvement des boulets à l'intérieur de la chambre, et au cours de ce mouvement, les particules subissent des chocs de

trois manières différentes, ou bien qu'elles sont prises entre deux boulets en contact, entre le boulet et les parois de la chambre au cours de la montée des boulets sinon elles subissent le choc par le fait de la chute des boulet.

Au cours de ce mouvement, les particules de poudre se trouvent incrustées de microfissures ; ces dernières se propagent de la surface vers le volume pour former des cracks qui finissent par fragmenter la particules en deux particules secondaires ou plus.

L'un des buts de notre étude est l'optimisation des paramètres de broyage, afin d'obtenir des caractéristiques optimales de la poudre, et l'un des paramètre est le facteur temps, car à partir d'un temps donné les particules se soudent à froid pour former des agglomérés, c'est le phénomène d'agglomération.

#### IV.3.4 Description de la balance électronique

C'est une balance à affichage digital avec une précision de 0.1g. Pour une bonne pesée, il est primordial de régler les quatre appuis de la balance de façon à avoir une surface horizontale de la palette, détail qui permet d'avoir une pesée exacte par le fait de la distribution homogène de la charge sur la palette de la balance. Voici ci-dessous une photos de la balance utilisée.

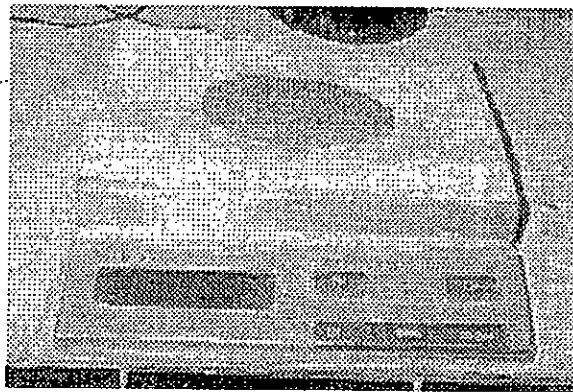
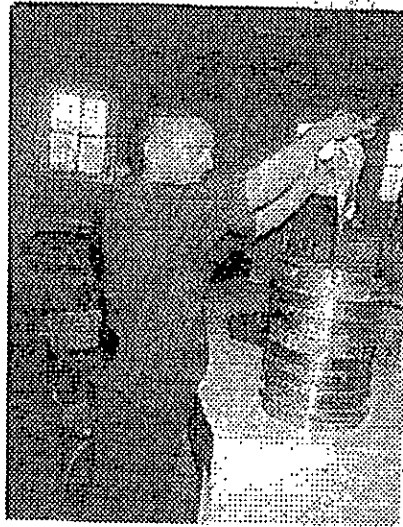


Fig IV.3 Opération de pesée d'une charge de poudre

#### IV.3.5 Description des tamis

Un tamis est un récipient de forme cylindrique, contenant dans son fond un filtre de maille carrée. Les particules de diamètre inférieur au côté de la maille carrée, passent à travers le tamis, par contre, les particules de diamètre supérieur ou égal au côté de la maille carrée du tamis restent dans le tamis, et l'ensemble des particules restantes dans le tamis est appelé refus. Voici ci-dessous une représentation d'une série de tamis.



**Fig IV.4** Opération de tamisage

#### **IV.3.6 Description du vibreur de tamis**

Le vibreur de tamis est un dispositif générant des vibrations de hautes fréquences. La série de tamis est disposée sur le vibreur de telle manière qu'elle soit prise entre un système de deux anneaux, un anneau inférieur qui supporte la série de tamis et un anneau supérieur pour la fixer au corps du vibreur. De cette manière les vibrations générées par le vibreur sont entièrement transmises à la série de tamis. Les particules se déplacent dans un mouvement aléatoire à grande vitesse, ce qui permet après un temps de 12 mn, d'obtenir la séparation de la quantité de poudre initiale en plusieurs fractions de diamètre moyen distinct. Voici ci-dessous le schéma du vibreur utilisé:



**Fig IV.5** Tamiseuse effectuant les opération de séparation des différentes fractions de poudre

#### **IV.3.7 Décapage des surfaces des particules de poudre**

Après l'opération de broyage des poudres, et comme les parois de la chambre de broyage sont en acier, la poudre se trouve contaminée, par le fait du dépôt de couches d'oxydes de fer sur la surface des particules de poudre. Pour remédier à ce problème qui empêche l'observation de la poudre au microscope, on procède au décapage des surfaces des particules au moyen d'un acide nitrique.

On utilise différentes concentrations de l'acide décapant, par soucis de ne pas consommer de la quantité de poudre à décaper. La concentration de l'acide décroît dans le sens décroissant du diamètre moyen des particules de poudre.

Après le bain de la poudre dans la solution acide pendant un temps  $t$  donné (de 5 à 20sec), on procède au lavage à l'eau de la poudre pour éviter la réaction du laiton avec l'acide nitrique utilisé, puis au séchage pour éliminer l'humidité de celle-ci.

## Chapitre V

## Présentation des résultats

## V.1 Caractérisation des copeaux d'usinage

Après avoir produit les copeaux de laiton par usinage au tour, en utilisant les moyens mentionnés dans le chapitre IV de la partie expérimentale, nous avons procédé à la caractérisation de ces copeaux par la technique de tamisage. Les résultats sont présentés dans les tableaux et la figure ci-dessous. La masse des copeaux tamisés est de 500 grs.

Tamis ( $\mu\text{m}$ )	Refus (grs)	(%)
850	2.5	0.5
600	4.7	0.93
500	12.5	2.49
425	16.3	3.25
300	431.8	86.22
200	26.1	5.21
106	4.9	0.97
Bas- fond	2.0	0.39

Tableau V.1.a Copeau  
Fin ( $d_m=362.8 \mu\text{m}$ )

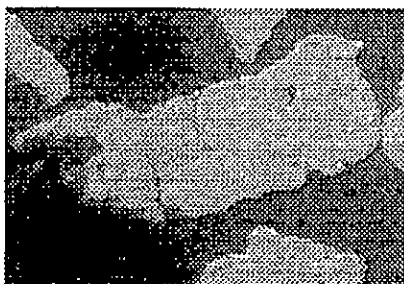


Fig V.1.a Copeau fin en  
début de fragmentation  
G=46

Tamis ( $\mu\text{m}$ )	Refus (grs)	(%)
850	62.5	12.5
500	236.1	47.23
212	169.6	33.93
125	26.0	5.2
63	4.5	0.9
38	1.1	0.22
Bas- fond	0.06	0.01

Tableau V.1.b Copeau  
Moyen ( $d_m=456.7 \mu\text{m}$ )

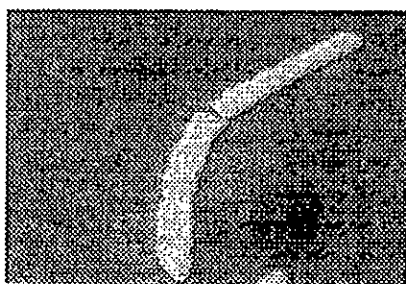


Fig V.1.b Copeau moyen  
fracturé  
G=313

Tamis ( $\mu\text{m}$ )	Refus (grs)	(%)
3150	21.1	4.21
200	235.1	47.16
850	179.2	35.79
500	48.0	9.59
212	11.2	2.23
125	4.5	0.49
63	1.4	0.18
Bas- fond	0.1	0.01

Tableau V.1.c Copeau  
Grossier ( $d_m=1753.7 \mu\text{m}$ )



Fig V.1.c Copeau grossier  
saint  
G=313

Après avoir tamisé la masse de 500 grs choisie, nous avons calculé la taille moyenne des particules en utilisant la méthode suivante :

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

Où :

- $d_m$  : diamètre moyen des particules de poudre ( $\mu\text{m}$ ).
- $O_1, O_2, O_3, \dots, O_n$ , sont les ouvertures croissantes des tamis ( $\mu\text{m}$ ).
- $X_2, X_3, \dots, X_{n+1}$ , sont les fractions de poudre retenues par les tamis respectifs.

## V.2 Résultats du broyage des copeaux d'usinage

Après avoir caractérisé les copeaux initiaux, nous avons procédé à leur broyage en utilisant un broyeur à boulets. Les paramètres de broyage utilisés sont :

- Le temps de broyage.
- La charge broyante.
- La taille des boulets.
- La taille du copeau initial.

Les résultats du broyage sont présentés dans les tableaux et les figures ci-dessous.

### V.2.a Broyage des copeaux à taille initiale grossière

- Charge broyée : 500 grs
- Charge broyante mixte : 4306 grs
- $d_{mi}$  : 1753  $\mu\text{m}$



Tamis ( $\mu\text{m}$ )	Refus (grs)	(%)
3150	19.9	3.99
2000	215.5	42.96
850	178.6	35.71
500	54.4	10.87
212	20.2	4.03
125	9.8	1.95
63	2.1	0.42
Bas-fond	0.15	0.03

**Tableau V.2.a Résultats de tamisage  
après 2 h de broyage**

Tamis ( $\mu\text{m}$ )	Refus (grs)	(%)
3150	18.1	3.61
2000	206.2	41.13
850	178	35.5
500	57.9	11.54
212	27.7	5.52
125	10.1	2.01
63	3.0	0.59
Bas-fond	0.3	0.06

**Tableau V.2.b Résultats de tamisage  
après 4 h de broyage**

Tamis ( $\mu\text{m}$ )	Refus (grs)	(%)
3150	16.4	3.27
2000	195.2	38.96
850	177.4	35.41
500	60.5	12.07
212	36.2	7.22
125	10.4	2.07
63	4.3	0.85
Bas-fond	0.6	0.12

**Tableau V.2.c Résultats de tamisage  
après 8 h de broyage**

Tamis ( $\mu\text{m}$ )	Refus (grs)	(%)
3150	14.6	2.91
2000	174.2	34.79
850	200.3	40.00
500	63.7	12.72
212	31.4	6.27
125	9.9	1.97
63	4.0	0.79
Bas-fond	3.0	0.59

**Tableau V.2.d Résultats de tamisage  
après 16 h de broyage**

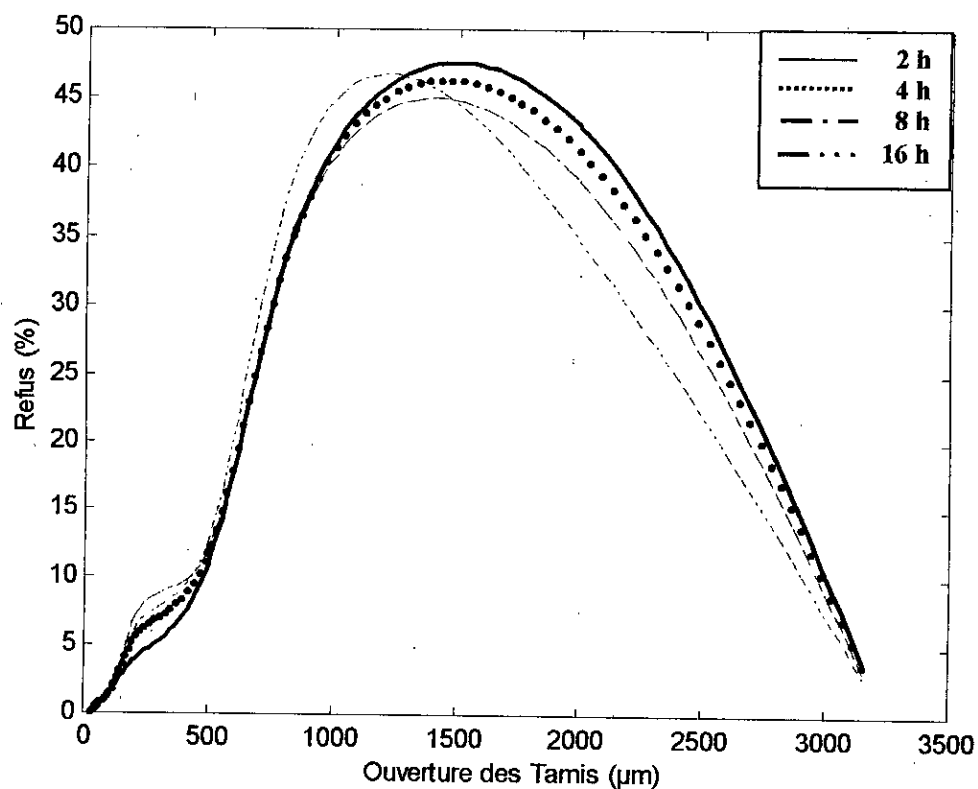


Fig V.2 Distribution de taille après un broyage de 2, 4, 8 et 16 heures

### V.2.b Broyage des copeaux de taille initiale moyenne

A cette étape de l'expérimentation, nous avons jugé utile d'introduire une nouvelle variable de broyage, qui est la taille des boulets. Sachant que ceux-ci ont en acier allié et de forme sphérique, nous avons utilisé deux types de boulets, dont les diamètres sont :

$D_1 = 48 \text{ mm}$

$D_2 = 30 \text{ mm}$

$d_m = 456 \mu\text{m}$

□ Charge broyante  $M_1 = 1368 \text{ grs}$

Les résultats du broyage sont présentés dans les tableaux et figures ci-dessous. La charge broyante est équivalente dans les deux cas.

Tamis ( $\mu\text{m}$ )	Refus (grs)	(%)
850	12.4	2.47
500	78.5	15.69
212	294.5	58.88
125	94.7	18.93
63	14.1	2.81
38	4.5	0.9
Bas-fond	1.4	0.27

**Tableau V.3.a Résultats de tamisage  
après 2 h de broyage  
(gros boulets)**

Tamis ( $\mu\text{m}$ )	Refus (grs)	(%)
850	14.7	2.94
500	101.4	20.28
212	297.8	59.56
125	67.7	13.54
63	15.5	3.1
38	1.5	0.3
Bas-fond	1.4	0.28

**Tableau V.3.b Résultats de tamisage  
après 2 h de broyage  
(petits boulets)**

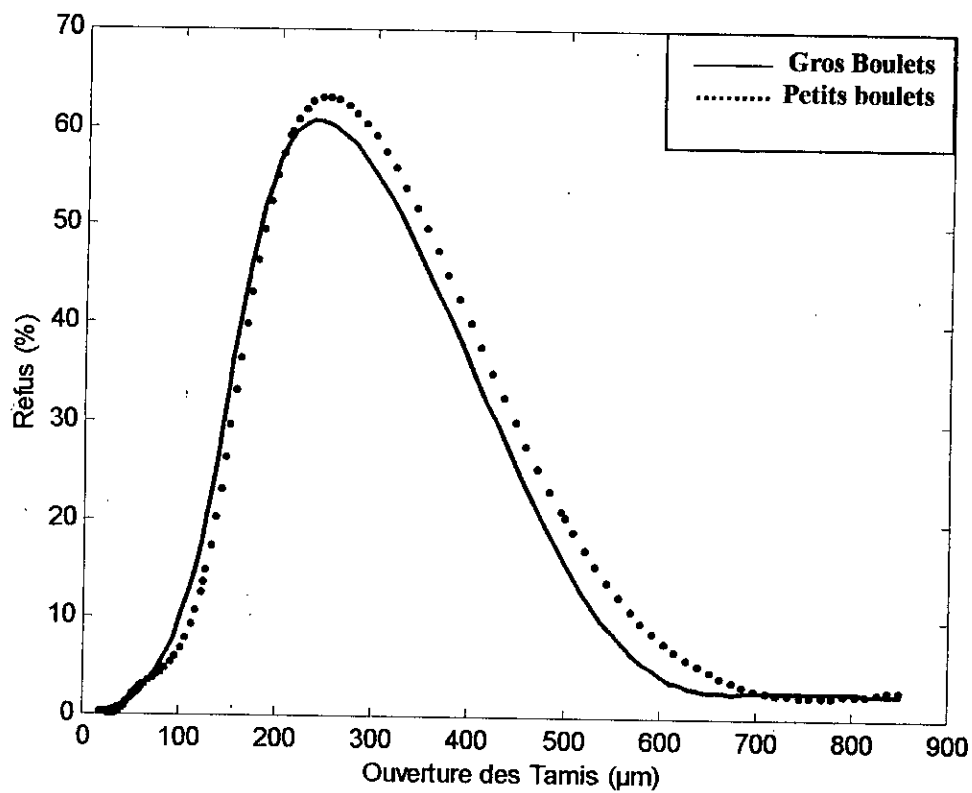


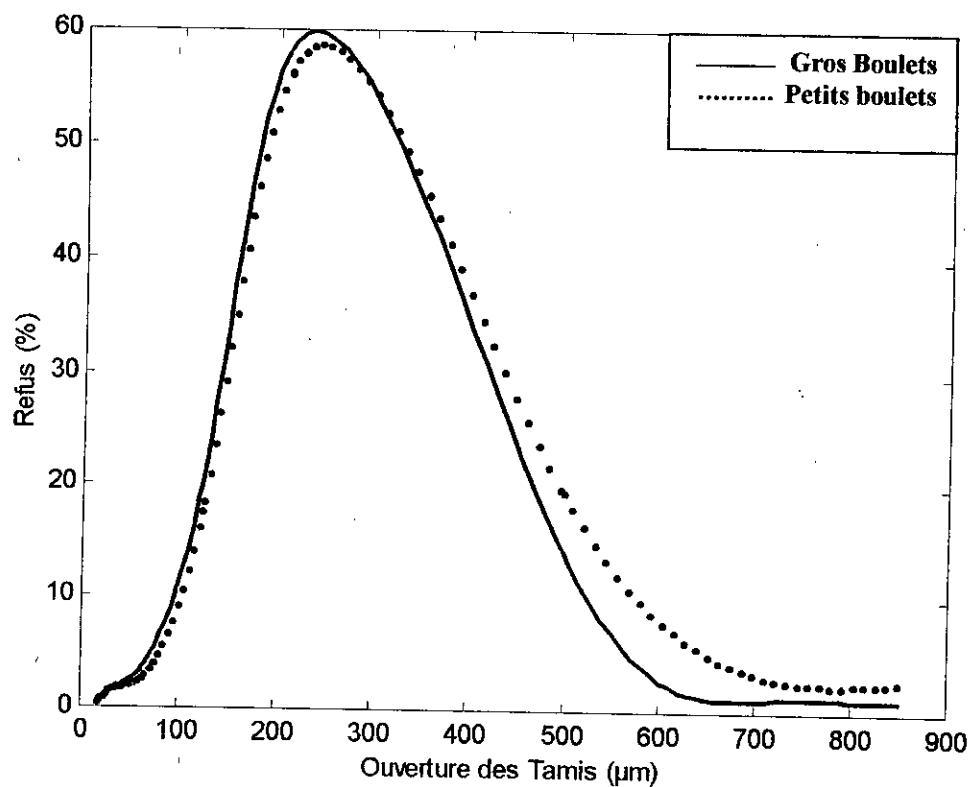
Fig V.3 Distribution de taille après 2 heures de broyage

Tamis ( $\mu\text{m}$ )	Refus (grs)	(%)
850	5.2	1.03
500	70.6	14.06
212	293.2	58.4
125	102.0	20.31
63	17.7	3.52
38	9.0	1.79
Bas-fond	2.5	0.5

Tamis ( $\mu\text{m}$ )	Refus (grs)	(%)
850	12.9	2.58
500	96.5	19.3
212	280.9	56.18
125	86.9	17.38
63	12.2	2.44
38	8.7	1.74
Bas-fond	2.1	0.42

**Tableau V.4.a Résultats de tamisage  
après 4 h de broyage  
(gros boulets)**

**Tableau V.4.b Résultats de tamisage  
après 4 h de broyage  
(petits boulets)**



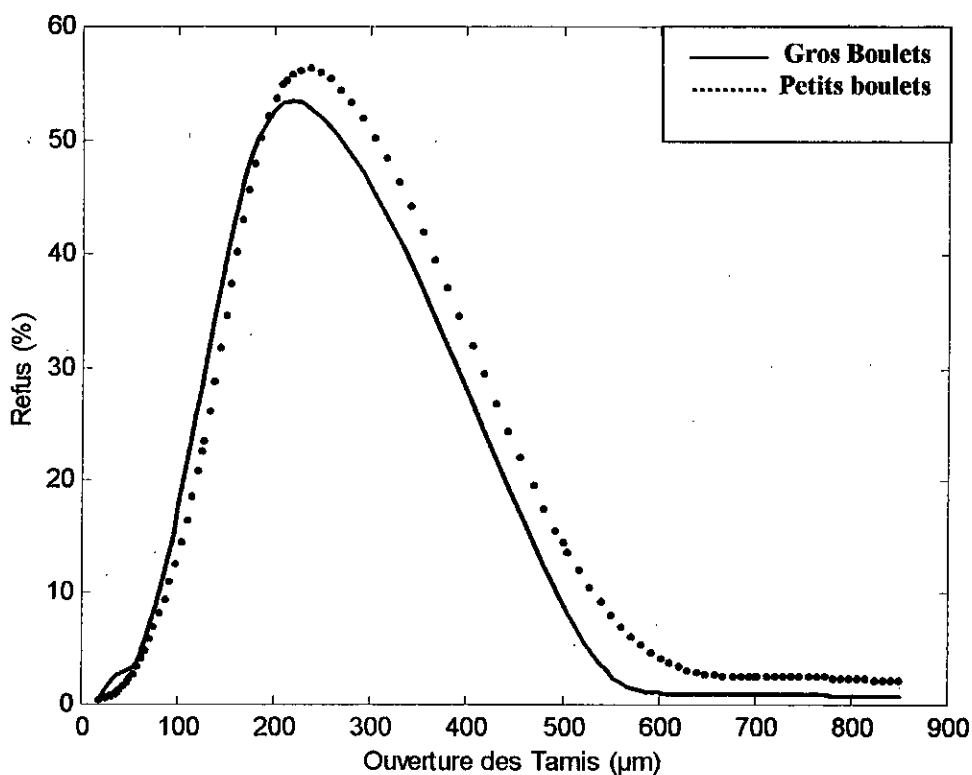
**Fig V.4 Distribution de taille après 4 heures de broyage**

Tamis (µm)	Refus (grs)	(%)
850	3.6	0.72
500	44.4	8.88
212	266.8	53.36
125	142.6	28.52
63	13.2	4.94
38	24.7	2.64
Bas-fond	3.0	0.6

Tamis (µm)	Refus (grs)	(%)
850	10.3	2.06
500	71.8	14.36
212	276.1	55.22
125	112.8	22.56
63	21.0	4.2
38	5.6	1.12
Bas-fond	2.1	0.42

**Tableau V.5.a Résultats de tamisage après 8 h de broyage (gros boulets)**

**Tableau V.5.b Résultats de tamisage après 8 h de broyage (petits boulets)**



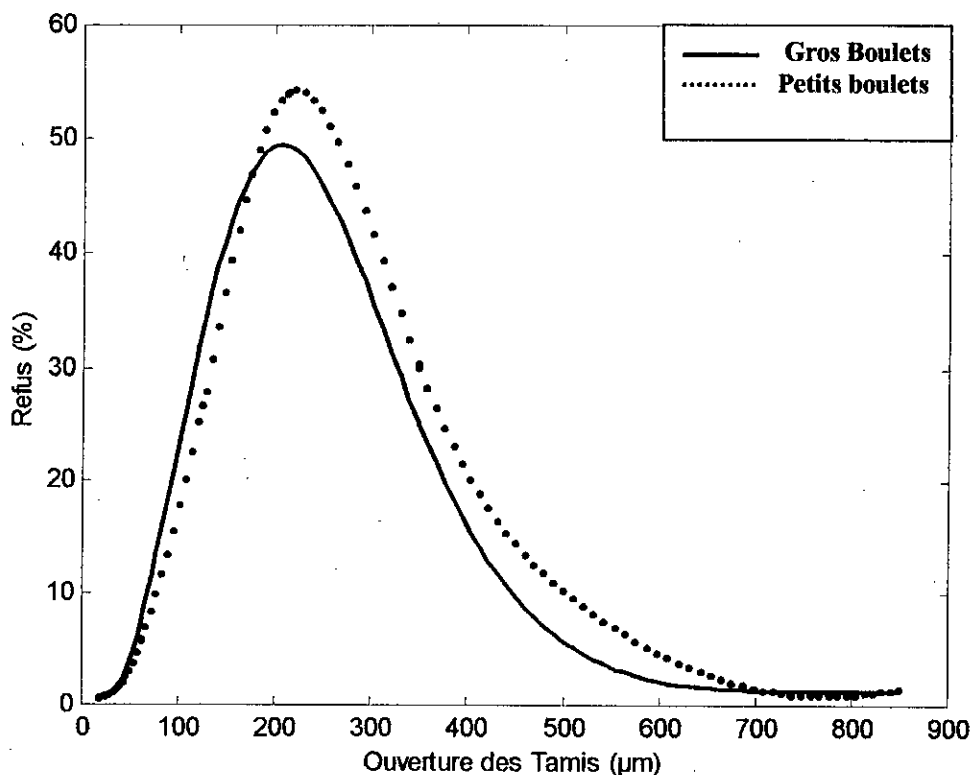
**Fig.V.5 Distribution de taille après un broyage de 8 heures**

Tamis ( $\mu\text{m}$ )	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

Tamis ( $\mu\text{m}$ )	Refus (grs)	(%)
850	6.6	1.32
500	51.2	10.24
212	269.6	53.92
125	132.9	26.58
63	28.6	5.72
38	7.2	1.44
Bas-fond	3.0	0.6

**Tableau V.6.a Résultats de tamisage après 16 h de broyage (gros boulets)**

**Tableau V.6.b Résultats de tamisage après 16 h de broyage (petits boulets)**



**Fig V.6 Distribution de taille après 16 heures de broyage**

□ Charge broyante  $M_2=2731$  grs

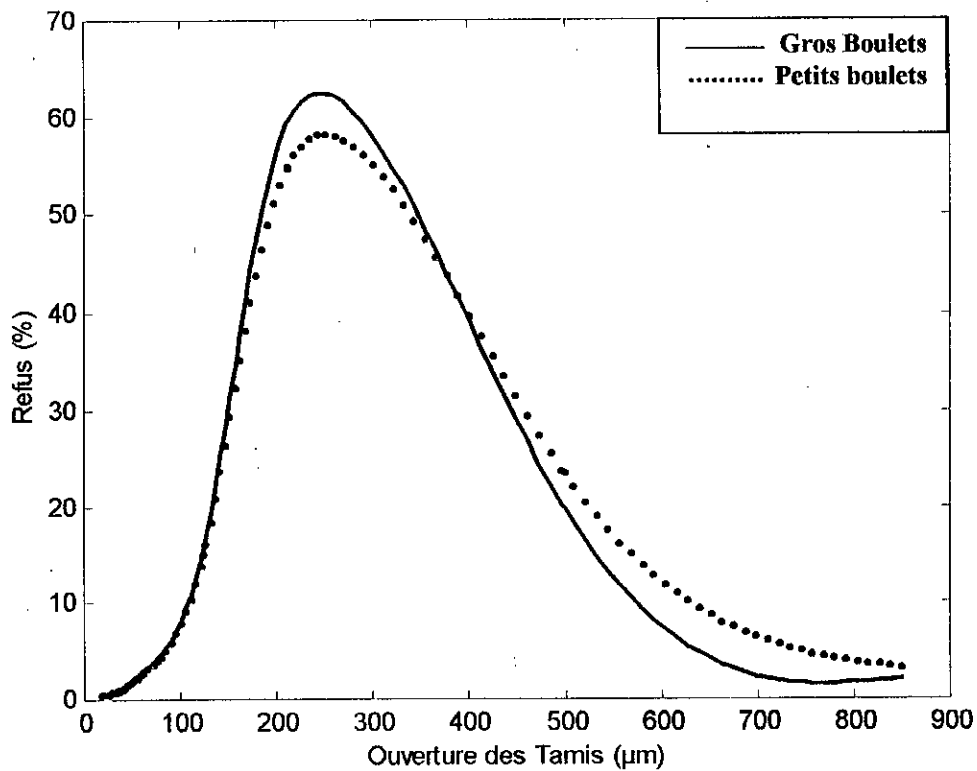
Les résultats du broyage sont présentés dans les tableaux et figures ci-dessous. La charge broyante est équivalente dans les deux cas.

Tamis ( $\mu\text{m}$ )	Refus (grs)	(%)
850	9.9	1.98
500	98.3	19.66
212	291.7	59.54
125	78.7	15.74
63	15.4	3.08
38	4.7	0.94
Bas-fond	1.3	0.26

Tamis ( $\mu\text{m}$ )	Refus (grs)	(%)
850	15.5	3.1
500	116.5	23.3
212	274.0	54.8
125	74.9	14.98
63	13.2	2.64
38	4.4	0.88
Bas-fond	1.6	0.32

**Tableau V.7.a Résultats de tamisage  
après 2 h de broyage  
(gros boulets)**

**Tableau V.7.b Résultats de tamisage  
après 2 h de broyage  
(petits boulets)**



**Fig V.7 Distribution de taille après 2 heures de broyage**

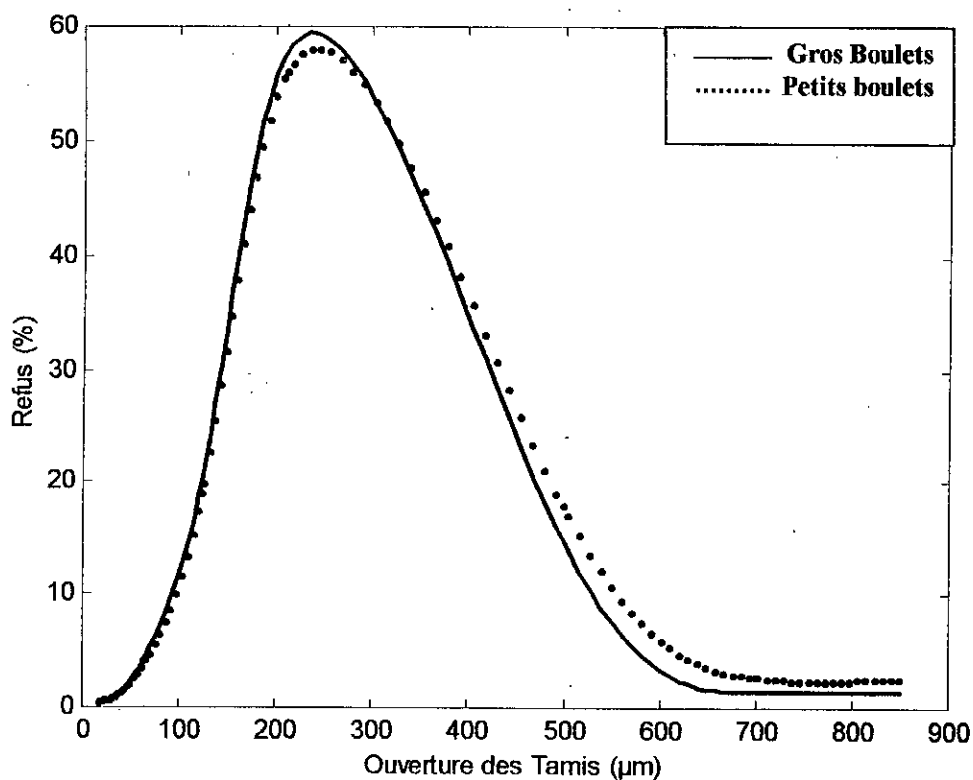


Tamis ( $\mu\text{m}$ )	Refus (grs)	(%)
850	6.8	1.36
500	73.1	14.62
212	289.5	57.9
125	102.4	20.48
63	20.7	4.14
38	5.1	1.02
Bas-fond	1.6	0.32

Tamis ( $\mu\text{m}$ )	Refus (grs)	(%)
850	12.7	2.54
500	88.6	17.72
212	279.9	56.02
125	94.0	18.80
63	17.7	3.54
38	5.0	1.0
Bas-fond	2.1	0.42

**Tableau V.8.a Résultats de tamisage  
après 4 h de broyage  
(gros boulets)**

**Tableau V.8.b Résultats de tamisage  
après 4 h de broyage  
(petits boulets)**



**Fig V.8 Distribution de taille après 4 heures de broyage**

Tamis ( $\mu\text{m}$ )	Refus (grs)	(%)
850	4.4	0.88
500	56.9	11.40
212	277.3	55.56
125	126.2	25.28
63	25.9	5.19
38	6.4	1.28
Bas-fond	2.0	0.40

Tamis ( $\mu\text{m}$ )	Refus (grs)	(%)
850	9.2	1.84
500	69.9	13.98
212	268.1	53.63
125	119.8	23.96
63	24.1	4.82
38	6.2	1.24
Bas-fond	2.6	0.52

Tableau V.9.a Résultats de tamisage  
après 8 h de broyage  
(gros boulets)

Tableau V.9.b Résultats de tamisage  
après 8 h de broyage  
(petits boulets)

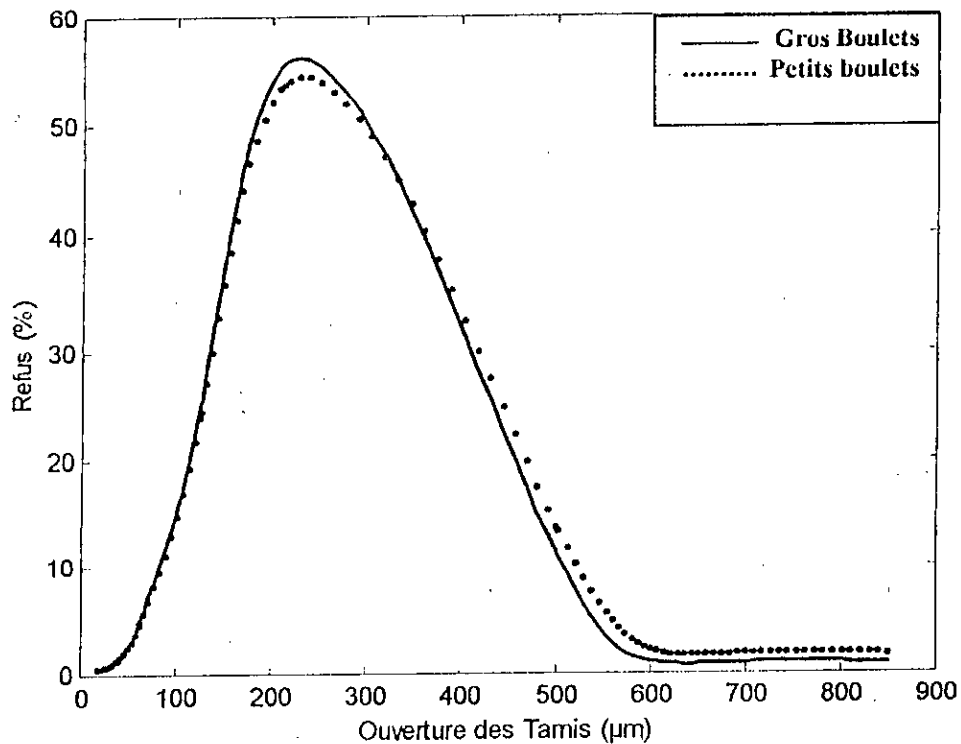


Fig V.9 Distribution de taille après 8 heures de broyage

Tamis ( $\mu\text{m}$ )	Refus (grs)	(%)
850	2.6	0.52
500	47.8	9.58
212	263.5	52.82
125	144.9	29.05
63	29.1	5.83
38	8.5	1.70
Bas-fond	2.4	0.48

Tamis ( $\mu\text{m}$ )	Refus (grs)	(%)
850	1.1	0.22
500	60.3	12.08
212	260.1	52.12
125	142.4	28.54
63	25.9	5.19
38	6.2	1.24
Bas-fond	3.0	0.60

Tableau V.10.a Résultats de tamisage  
après 16 h de broyage  
(gros boulets)

Tableau V.10.b Résultats de tamisage  
après 16 h de broyage  
(petits boulets)

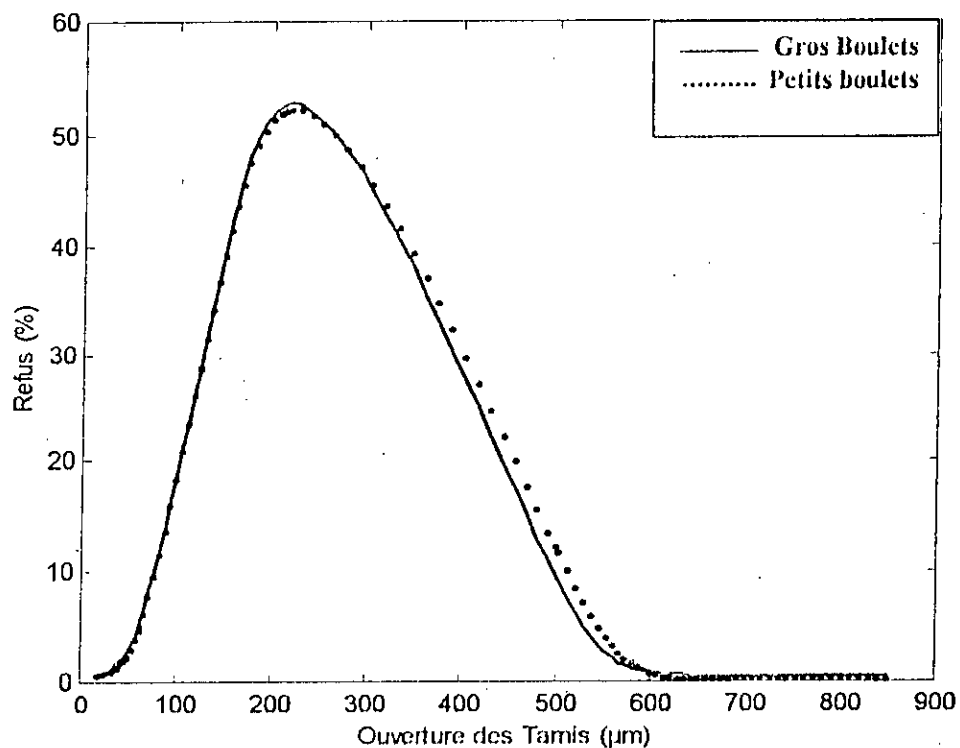


Fig V.10 Distribution de taille après 16 heures de broyage

□ Charge broyante  $M_3=4205$  grs

Les résultats du broyage sont présentés dans les tableaux et figures ci-dessous. La charge broyante est équivalente dans les deux cas.

Tamis ( $\mu\text{m}$ )	Refus (grs)	(%)
850	18.6	3.70
500	114.3	26.50
212	239.9	47.83
125	100.4	20.02
63	21.9	4.36
38	5.5	1.09
Bas-fond	0.9	0.2

Tamis ( $\mu\text{m}$ )	Refus (grs)	(%)
850	18.2	3.62
500	103.1	20.56
212	222.8	44.43
125	123.7	24.67
63	31.1	6.20
38	2.5	0.49
Bas-fond	0	0

Tableau V.11.a Résultats de tamisage  
après 2 h de broyage  
(gros boulets)

Tableau V.11.b Résultats de tamisage  
après 2 h de broyage  
(petits boulets)

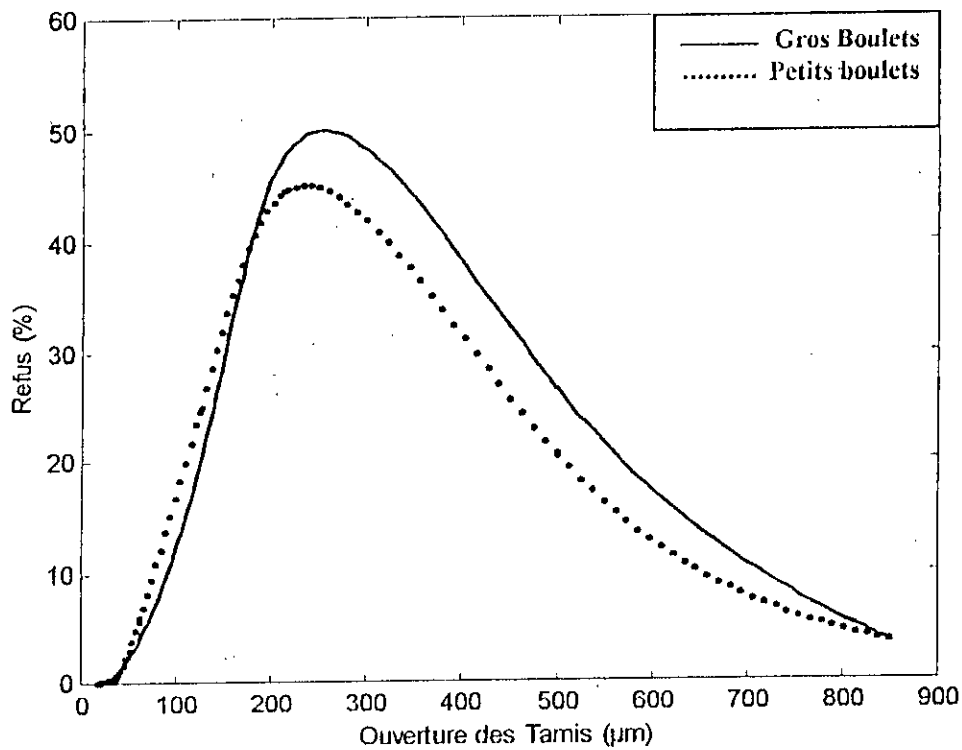


Fig V.11 Distribution de taille après 2 heures de broyage

Tamis (µm)	Refus (grs)	(%)
850	13.3	2.65
500	86.6	17.28
212	237.9	47.49
125	123.8	24.71
63	30.0	5.98
38	8.2	1.63
Bas-fond	1.1	0.21

Tamis (µm)	Refus (grs)	(%)
850	16.7	3.32
500	93.2	18.58
212	220.3	43.92
125	132.1	26.33
63	33.9	6.75
38	5.3	1.05
Bas-fond	0.05	0.01

Tableau V.12.a Résultats de tamisage après 4 h de broyage (gros boulets)

Tableau V.12.b Résultats de tamisage après 4 h de broyage (petits boulets)

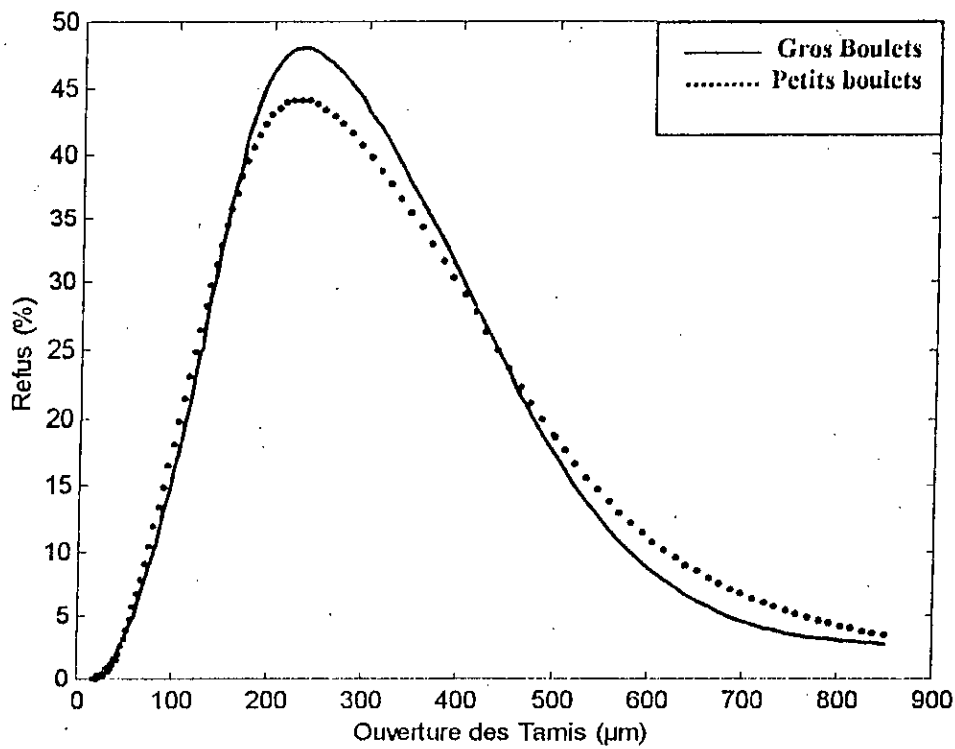


Fig V.12 Distribution de taille après 4 heures de broyage

Tamais ( $\mu\text{m}$ )	Refus (grs)	(%)
850	12.5	2.50
500	102.7	20.54
212	218.6	43.72
125	121.6	24.32
63	32.8	6.56
38	8.9	1.78
Bas-fond	2.8	0.56

Tamais ( $\mu\text{m}$ )	Refus (grs)	(%)
850	15.2	3.03
500	84.9	16.9
212	223.0	44.46
125	136.2	27.15
63	31.3	6.24
38	10.5	2.09
Bas-fond	0.4	0.08

Tableau V.13.a Résultats de tamisage  
après 8 h de broyage  
(gros boulets)

Tableau V.13.b Résultats de tamisage  
après 8 h de broyage  
(petits boulets)

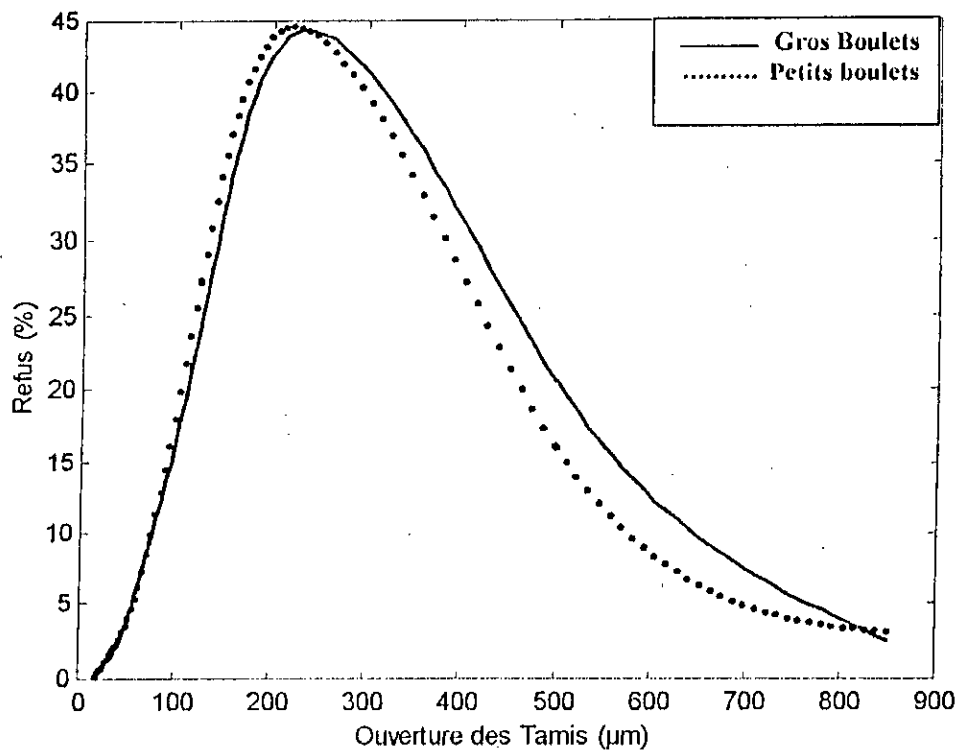


Fig V.13 Distribution de taille après 8 heures de broyage

Tamis ( $\mu\text{m}$ )	Refus (grs)	(%)
850	11.9	2.38
500	93.3	18.70
212	215.0	43.11
125	127.8	25.62
63	35.5	7.11
38	11.6	2.32
Bas-fond	3.6	0.72

Tableau V.14.a Résultats de tamisage  
après 16 h de broyage  
(gros boulets)

Tamis ( $\mu\text{m}$ )	Refus (grs)	(%)
850	13.5	2.70
500	80.3	16.06
212	212.1	42.42
125	141.4	28.28
63	30.4	6.08
38	16.0	3.20
Bas-fond	6.2	1.24

Tableau V.14.b Résultats de tamisage  
après 16 h de broyage  
(petits boulets)

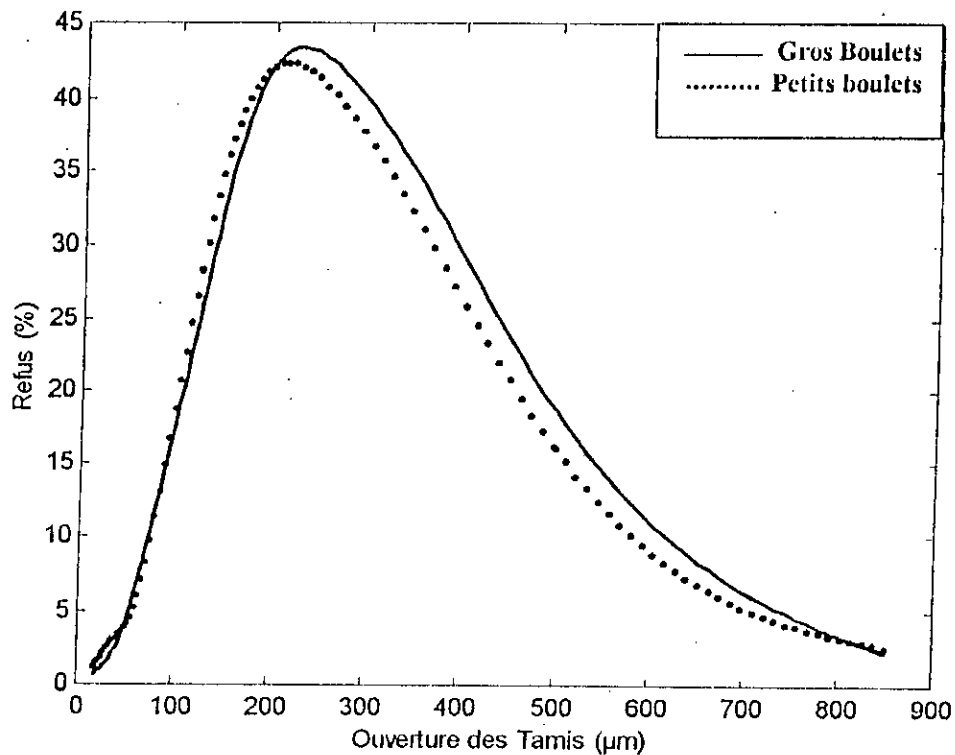


Fig V.14 Distribution de taille après 16 heures de broyage

**V.2.c Broyage du copeau de taille initiale fine  $d_m=362.8 \mu\text{m}$** 

- Charge broyée : 500 grs
- Charge broyante mixte : 4307 grs
- $d_{mi}$  : 362  $\mu\text{m}$

Tamis ( $\mu\text{m}$ )	Refus (grs)	(%)
850	1.5	0.29
425	8.8	1.75
212	441	88.09
106	44.5	8.88
53	2.6	0.52
38	1.2	0.24
Bas-fond	1.0	0.19

**Tableau V.15.a Résultats de tamisage  
après 2 h de broyage**

Tamis ( $\mu\text{m}$ )	Refus (grs)	(%)
850	1.2	0.24
425	5.1	1.02
212	423.8	84.77
106	64.7	12.94
53	2.9	0.58
38	1.2	0.24
Bas-fond	1.0	0.20

**Tableau V.15.b Résultats de tamisage  
après 4 h de broyage**

Tamis ( $\mu\text{m}$ )	Refus (grs)	(%)
850	1.1	0.22
425	4.6	0.92
212	417.2	83.69
106	56.2	11.27
53	17	3.41
38	1.3	0.26
Bas-fond	1.1	0.22

**Tableau V.15.c Résultats de tamisage  
après 8 h de broyage**

Tamis ( $\mu\text{m}$ )	Refus (grs)	(%)
850	0.7	0.14
425	4.0	0.80
212	407.6	81.56
106	80.1	16.02
53	4.4	0.88
38	2.0	0.40
Bas-fond	1.1	0.22

**Tableau V.15.d Résultats de tamisage  
après 16 h de broyage**



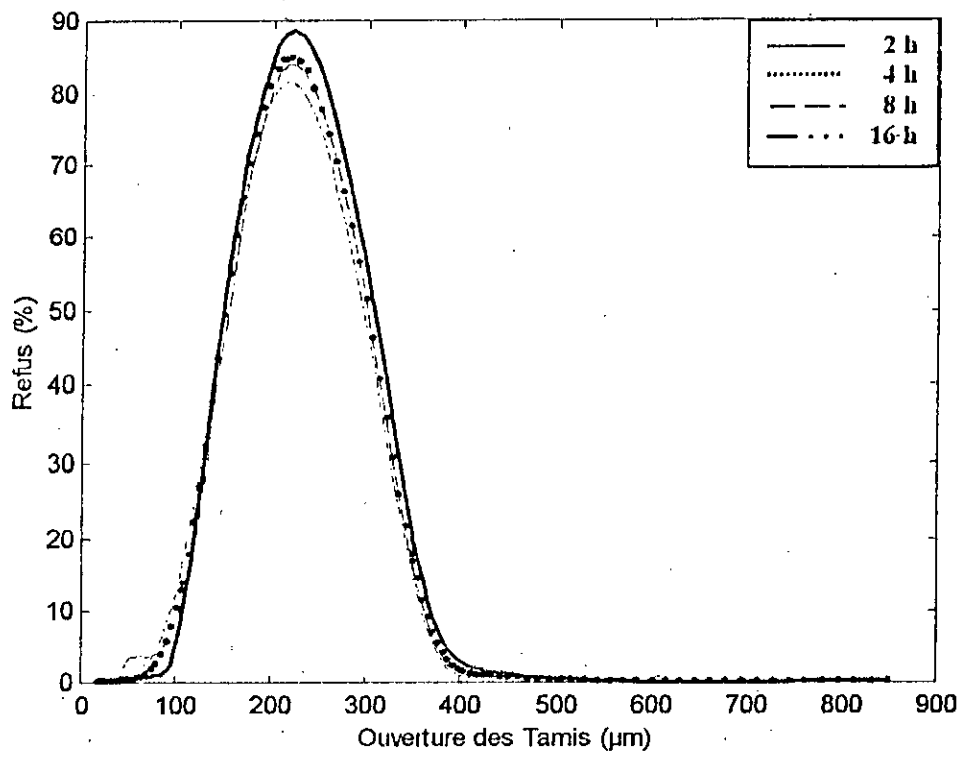


Fig V.15 Distribution de taille après 2, 4, 8 et 16 heures de broyage

### V.2.d Influence des paramètres de broyage sur la taille moyenne de la poudre broyée

Après avoir broyé puis tamisé la poudre, nous avons calculé la taille moyenne des particules dans l'amas de poudre en utilisant l'équation (V.1).

En utilisant les résultats obtenus dans les tableaux et graphes précédents, nous avons étudié l'influence des variables de broyage sur la qualité du produit fini. Les résultats sont donnés dans les tableaux et figures ci-dessous.

#### □ Influence du temps de broyage sur la taille moyenne de la poudre obtenue

Temps de broyage (h)	Taille moyenne des particules de poudre ( $\mu\text{m}$ )	Charge broyante 2731.7 grs Copeau moyen $D_m=456.7 \mu\text{m}$ Gros boulets D=48 mm	Temps de broyage (h)	Taille moyenne des particules de poudre ( $\mu\text{m}$ )	Charge broyante 2731.7 grs Copeau moyen $D_m=456.7 \mu\text{m}$ Gros boulets D=30 mm
2	388.9		2	380.6	
4	343.8		4	354.6	
8	322.9		8	330.9	
16	308.1		16	320.8	

**Tableau V.16.a Influence du temps de broyage sur la taille moyenne des particules de poudre (Gros boulets)**

**Tableau V.16.b Influence du temps de broyage sur la taille moyenne des particules de poudre (petits boulets)**

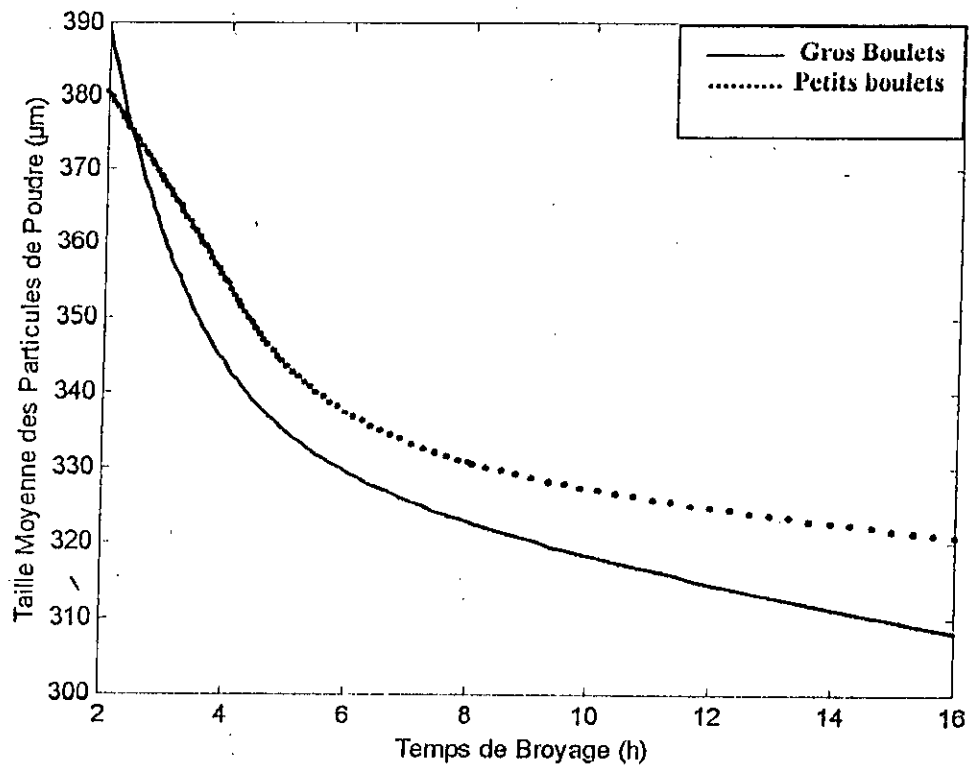


Fig V.16 Influence du temps de broyage sur la taille moyenne de la poudre obtenue

□ Influence de la charge broyante sur la taille moyenne des particules de la poudre produite

Le tableau ci-dessous montre les résultats de l'effet de la charge broyante sur la taille moyenne du produit obtenu après un broyage de 16 heures.

Charge broyante (grs)	Taille moyenne de la poudre broyée ( $\mu\text{m}$ )	Charge broyante (grs)	Taille moyenne de la poudre broyée ( $\mu\text{m}$ )
1368	279.1	1368	312.1
2731.1	308.1	2731.1	320.8
4205.7	314.7	4205.7	330.92

Tableau V.17.a Influence de la charge broyante sur la taille moyenne de la poudre obtenue (Gros boulets)

Tableau V.17.b Influence de la charge broyante sur la taille moyenne de la poudre obtenue (Petits boulets)

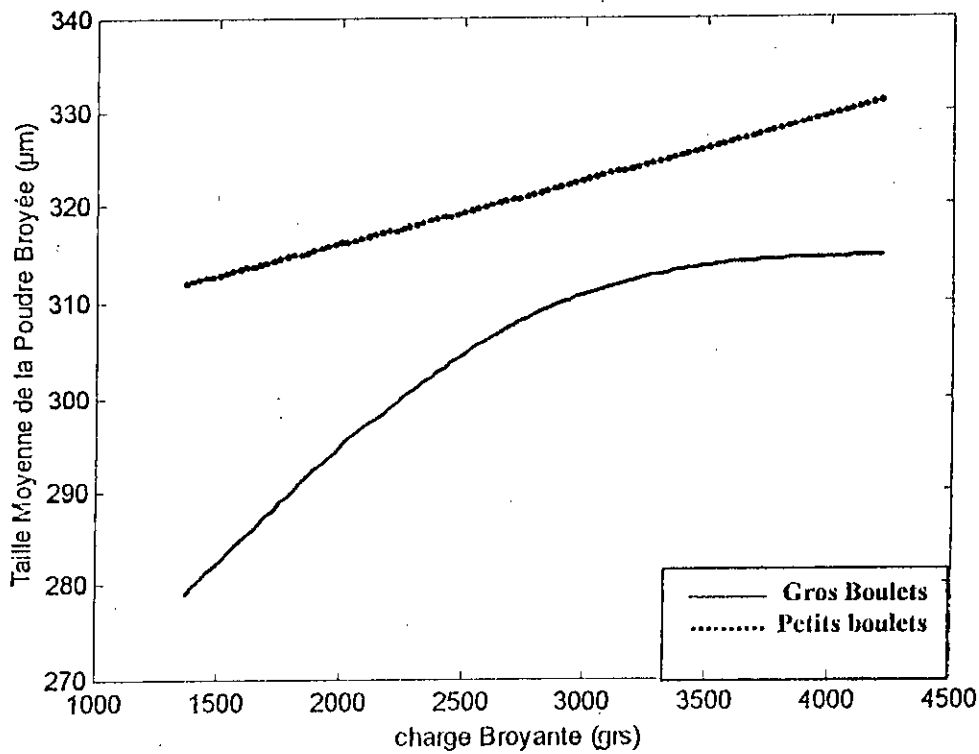


Fig V.17 Influence de la charge broyante sur la taille moyenne de la poudre obtenue

□ Influence de la taille du copeau initial sur la taille moyenne de la poudre produite

Les résultats de cette analyse sont présentés dans le tableau ci dessous

Taille moyenne du copeau initial ( $\mu\text{m}$ )	Taille moyenne de la poudre broyée ( $\mu\text{m}$ )	T=16 h Charge broyante : • Copeau fin : 4307 grs • Copeau moyen : 4205 grs • Copeau grossier : 4306 grs
362.8	291.3	
456.7	314.7	
1753.7	1578.3	

Tableau V.18 Influence de la taille du copeau initial sur la taille moyenne de la poudre produite

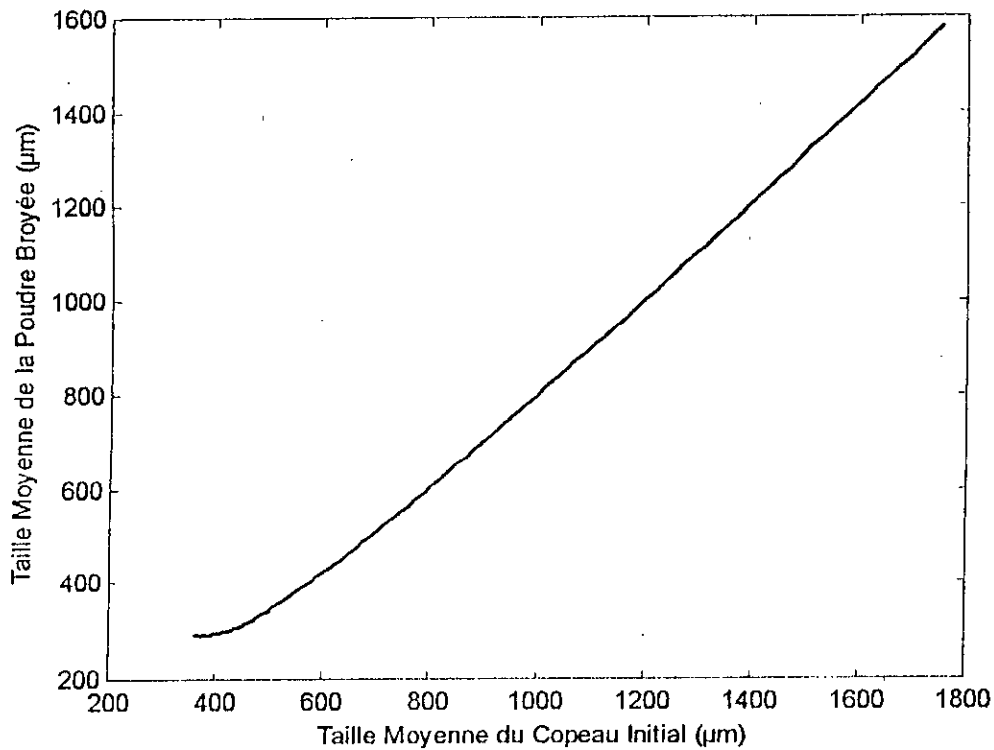


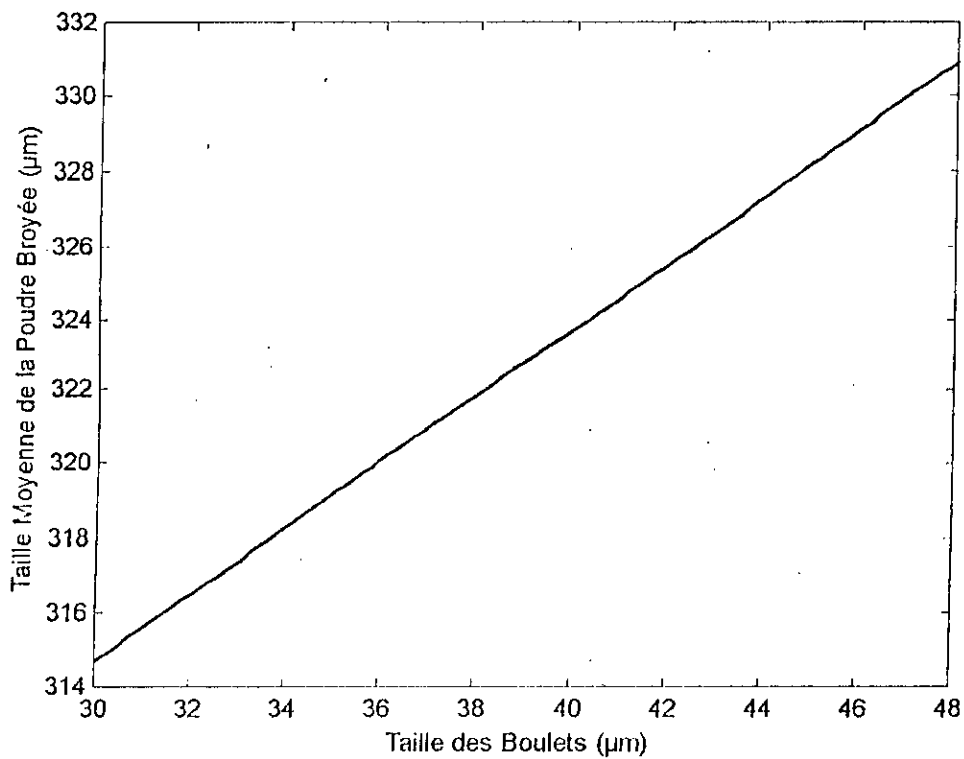
Fig V.18 Influence de la taille du copeau initial sur la taille moyenne de la poudre produite

**□ Influence de la taille des boulets sur la taille moyenne de la poudre produite**

Les résultats de cette analyse sont présentés dans le tableau ci-dessous

Taille des boulets ( $\mu\text{m}$ )	Taille moyenne de la poudre broyée ( $\mu\text{m}$ )	t=16 h Chargre broyante : 4205 grs Copeau initial moyen
48	330.9	
30	314.7	

**Tableau V.19 Influence de la taille des boulets sur la taille moyenne de la poudre produite**



**Fig V.19 Influence de la taille des boulets sur la taille moyenne de la poudre obtenue**

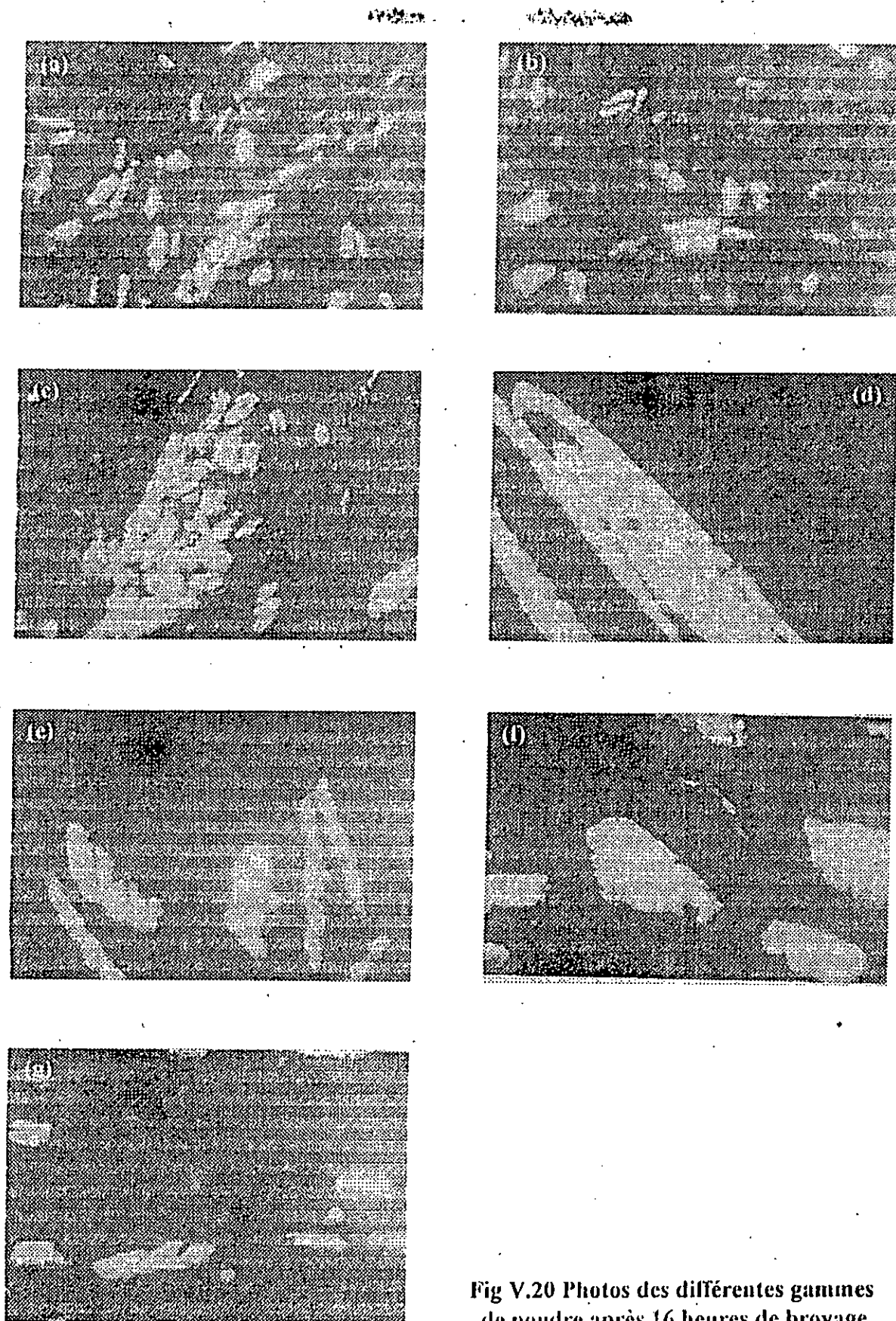


Fig V.20 Photos des différentes gammes de poudre après 16 heures de broyage

## Chapitre VI

### Interprétation et discussion des résultats

#### VI.1 Introduction

Dans le but de faciliter la compréhension du procédé de broyage, nous devons donner un sens à chaque paramètre ou élément influençant la qualité de la poudre produite. Dans ce sens, il est nécessaire de s'approfondir dans la discussion pour aboutir à l'interprétation adéquate des phénomènes régissant l'expérience, à éclaircir le mécanisme de broyage des métaux et à optimiser les paramètres en vue de mener d'éventuelles expériences dans le domaine.

Conformément à l'enchaînement exposé dans ce qui précède, nous allons commencer à décrire le copeau et son influence sur la poudre produite, ensuite de l'influence du temps de broyage, de la charge broyante, de la taille initiale du copeau et de la taille des boulets sur la poudre produite. Sachant l'influence des divers paramètres, et dans le but d'encourager une éventuelle étude de simulation dans le domaine du broyage, nous allons donner une équation paramétrique reliant tous les paramètres, celle-ci servira de formulation mathématique pour les programmes de simulation.

#### VI.2 Le copeau initial

Une qualité très importante qui affectera tous le processus de broyage, c'est la friabilité du copeau initial. Qui dit friabilité, sous entend l'aptitude d'un matériau à se casser ou à se fragmenter. Cassure ou fragmentation, deux mots clés dans le domaine du broyage, et pour cela le choix du copeau initial est très important lors d'une telle opération. Dans le cas de notre expérience, nous avons broyé du laiton, matériau assez friable, chose qui se confirme par comparaison des tailles moyennes des différentes gammes de copeaux, aux tailles moyennes des différentes gammes de poudres juste après deux heures de broyages. Les tailles respectives des trois gammes de copeaux sont: 1753, 456 et 362  $\mu\text{m}$ , contre les tailles moyennes des poudres après 2 h de broyage : 1666, 344 et 306  $\mu\text{m}$ .

En se référant aux micrographies exposées dans les figures (V.1.a, V.1.b et V.1.c) de la partie expérimentale, on remarque que plus le copeau est petit, plus sa friabilité est grande, de part le nombre de cracks ou de fissures que présente le copeau. Cela peut être expliqué de la manière suivante : d'une part, les trois gammes de copeaux sont broyées dans les mêmes conditions, voire milieu broyant, vitesse de broyage et taille de boulets, ce qui fait que l'apport d'énergie ou quantité de mouvement est le même pour les trois types de copeaux ; d'autre part, la surface superficielle est différente pour les trois copeaux, entraînant un excès d'énergie croissant



dans le sens de la diminution de taille des copeaux initiaux. Le copeau en quête de stabilité va se fragmenter, et cette faculté se trouve accentuée d'autant plus que le copeau est plus petits.

### VI.3 Influence du temps sur le produit broyé

Le but d'une opération de broyage est de diminuer la taille des particules à un degré optimal, sachant que lors d'une telle opération, il y a présence de phénomènes autre que ceux qui mènent à la fragmentation et la désintégration des particules de poudre (phénomènes d'agglomération et de soudure à froid). De ce qui précède, nous avons jugé bon de faire varier le paramètre temps, pour mettre en évidence l'action de ces phénomènes.

A partir des résultats mis sous forme de courbes, et en se référant aux courbes (V.2 et 16) on tire deux constats :

- A partir de la figure (V.2), on remarque que les courbes de distribution de taille après 2, 4, 8 et 16 heures de broyage sont divisées en deux parties, dans la première la fraction de poudre retenue dans un tamis de granulométrie inférieure à la taille moyenne de la poudre produite augmente suivant l'ordre croissant du temps de broyage, par contre dans la deuxième, l'ordre se trouve inversé.
- A partir de la figure (V.16), on remarque que l'influence du temps de broyage sur la taille moyenne de la poudre produite est une courbe décroissante, avec une cinétique identique pour les gros boulets que pour les petits.

L'équation (II.4) de la partie bibliographique stipule que le temps requis pour le broyage d'une poudre dépend du milieu de broyage (paramètre variable), de la poudre étant procédée, du diamètre de la chambre et de sa vitesse de rotation (paramètres constants). De ce qui précède, lors d'une opération à conditions données et en prenant une charge broyante fixe, la poudre se broie jusqu'à ce qu'elle atteigne une taille moyenne minimale, après quoi les particules de poudre se regroupent pour former des agglomérés par processus d'agglomération (fig V.20.d) ou de soudure à froid (fig V.20.a, b, c et g).

De la figure (V.16) nous avons calculé la pente de la droite tangente des courbes au points d'inflexion, et nous avons trouvé  $x = \tan(\alpha) = -5.5$ , ce qui un rapport inversement proportionnel entre la taille moyenne de la poudre et le temps de broyage :  $P_m \propto t^{-5.5}$

### V.4 Influence de la charge broyante sur la taille moyenne de la poudre produite

Lors du broyage du copeau initial moyen, on a utilisé trois gammes de charge broyante (1368, 2731 et 4205 grs), et le but de cette variation est de mettre en évidence l'influence de la charge sur le processus de broyage. De la figure (V.17), on remarque que la taille moyenne de la poudre produite en fonction de la charge broyante augmente dans le sens croissant de celle ci.

En calculant les pentes respectives des deux courbes (petits boulets et gros boulets), nous remarquons que la cinétique de la variation de la taille moyenne en fonction de la charge est plus rapide dans le cas d'une charge constituée de gros boulets que de petits boulets.

Une éventuelle explication peut être fournie par le phénomène de prise de volume, car dans le cas d'une petite charge, le nombre de boulets n'est pas grand et la charge de poudre se trouve bien répartie entre couple de boulets ou entre boulets et parois de la chambre de broyage. Dans le cas d'une charge broyante plus grande, deux problèmes se posent :

- le premier problème réside dans la prise de volume, car il y a un excès de boulets et la probabilité qu'une particule de poudre soit prise entre deux boulets se trouve diminuée;
- le second problème réside dans l'excès de boulets à l'intérieur de la chambre qui va entraver le mouvement des autres boulets, chose qui va diminuer de la vitesse de l'ensemble et implicitement de l'énergie de collision.

Le résultat qui découle de ce qui a été dit est le suivant: en augmentant la charge, la prise de volume devient de plus en plus moindre et les collisions provoquant la fragmentation de la poudre devient moins énergique, ce qui mène à l'augmentation de la taille moyenne de la poudre produite, voire dégradation de la qualité du broyage.

Des courbes de la figure (V.17), nous avons calculé la pente moyenne des droites tangentes aux courbes aux points d'inflexion, et nous avons trouvé  $y = \tan(\beta) = 0.0092$ , ce qui donne un rapport proportionnel entre la taille moyenne de poudre et la charge broyante:  $P_m \propto C_b^{0.0092}$ .

### VI.5 Influence du copeau initial sur la taille moyenne de la poudre produite

La taille du copeau initial prise comme paramètre variable, affecte la taille moyenne de la poudre produite dans le sens que le processus de broyage sera plus long pour atteindre la même taille moyenne en utilisant un copeau initial plus gros, et donc lorsqu'on compare les tailles moyennes après le même temps de broyage de copeaux initiaux de tailles différentes, on constatera que la taille moyenne augmente dans le sens de l'augmentation de la taille du copeau. Dans le cas de notre expérience, on a pris trois gammes de copeaux de tailles moyennes respectives : 1753, 456 et 362  $\mu\text{m}$ , après un broyage de 16 heures les tailles moyennes obtenues sont : 1578, 330 et 291  $\mu\text{m}$ .

De la figure (V.18), on remarque que la courbe de variation de la taille moyenne de la poudre produite, en fonction de la taille moyenne du copeau initial, est une droite de pente  $z = \tan(\gamma) = 0.925$ , d'où la relation :  $P_m \propto C_i^{0.925}$

Si on se réfère à la figure (V.1), on pourra aisément remarquer que les formes des trois copeaux sont totalement différentes, car le petit copeau a une forme irrégulière plutôt compacte,

alors que le moyen et le gros copeau ont respectivement des formes en platelet et en spirale.

Cette différence de forme fait que le petit copeau se broie plus rapidement, de part sa forme compacte qui lui permet d'être fragmenté dès qu'il est pris entre corps en collision. Pour les copeaux moyen et grossier, et lorsqu'ils sont pris entre corps en collision, l'énergie de collision se trouve dissipée dans le mouvement de déformation du copeau et ne suffit plus pour le fragmenter. Ainsi, plus le copeau est grossier, plus le temps requis pour un broyage optimal augmente par le fait que le nombre de chocs requis pour écrouir le matériau et le rendre fragile devient de plus en plus élevé.

### VI.6 Influence de la taille des boulets sur la taille moyenne de la poudre produite

Dans notre travail, nous avons utilisé deux types de charge, dont la charge à petits boulets et la charge à gros boulets ; et nous avons constaté à partir des courbes de distribution de taille (fig V.3, ..., 14), que la fraction de poudre retenue dans les tamis de petite granulométrie était plus importante dans le cas du broyage à gros boulets et inversement dans les tamis à plus grande ouverture. Si on se réfère à la figure (V.19), on remarquera que la courbe de variation de la taille moyenne de la poudre produite en fonction de la taille des boulets est une droite de pente  $k = \tan(\theta) = 0.9$ , ce qui donne :  $P_m \propto d^{0.9}$

La différence entre utiliser de gros ou de petits boulets est la surface de contact, qui dans le cas des premiers est plus grande, impliquant une plus grande prise de volume de poudre; cette faculté est bénéfique tant qu'on a pas dépassé le temps critique d'un broyage optimal, sinon, elle devient néfaste pour le processus dans le sens qu'elle favorise le phénomène d'agglomération.

### VI.7 Equation paramétrique de simulation

L'équation paramétrique de simulation est la relation qui regroupe tous les paramètres influençant le processus de broyage, c'est à dire la taille moyenne de la poudre produite. Dans notre cas, l'équation est le produit des quatre termes, et elle est de la forme:

$$P_m = t^{-5.5} C_b^{0.0092} C_i^{0.925} d^{0.9} \quad (\text{VI.1})$$

Où :

- $P_m$  : taille moyenne de la poudre produite;
- $t$  : temps de broyage (h) ;
- $C_b$  : charge broyante (grs) ;
- $C_i$  : taille moyenne du copeau initial ( $\mu\text{m}$ ) ;
- $d$  : taille des boulets (mm).

Commentaire

L'équation (VI.1) permet de relier tous les paramètres influençant le processus de broyage, chose qui permet de faciliter l'optimisation des paramètres pour la production d'une poudre de taille moyenne désirée.

On dit qu'on a optimisé un procédé de production lorsque le produit est d'une qualité optimale pour des coûts réduits. Et dans le cas de notre expérience, le coût de production est véhiculé par le temps de broyage, facteur dont la valeur critique (optimale), selon l'équation (III.1) et en accord avec l'équation (II.4), dépend du milieu broyant (taille des boulets) et de la taille des copeaux initiaux.

A partir de l'équation (VI.1) et par le calcul des incertitudes, on obtient l'équation suivante :

$$\frac{\Delta P_m}{P_m} = -5.5 \frac{\Delta t}{t} + 0.0092 \frac{\Delta C_b}{C_b} + 0.925 \frac{\Delta C_i}{C_i} + 0.9 \frac{\Delta d}{d} \quad (\text{VI.2})$$

D'après l'équation (VI.2), on peut aisément remarquer que les variations de la charge broyante, de la taille du copeau initial et de la taille des boulets compense la variation du facteur temps, dans le sens qu'à partir d'une gamme de condition qui n'est pas favorable pour un broyage de qualité, on essaye d'introduire des variations sur les quatre paramètres pour atteindre les condition d'un broyage optimal.

Mathématiquement, de bonnes rectifications donnent une variation relative négative de la taille moyenne de la poudre produite et le cas optimal est le point le plus proche du zéro en allant dans le sens croissant de celle-ci.

Remarque:

De l'équation (VI.2), on constate qu'en prenant le temps de broyage comme paramètre fixe, la taille moyenne de la poudre produite était affectée d'une manière plus importante par des variations dans la taille moyenne du copeau initial et dans la taille des boulets que par des variation dans la charge broyante.

Les facteurs d'optimisation peuvent se présenter comme suit :

- Si la taille moyenne du copeau initial est une donnée imposée, il faudra imposer des variations sur la charge broyante et la taille de boulets (on utilise une charge mixte pour

minimiser le phénomène d'agglomération ou de soudure à froid)

- Si le choix de la taille moyenne du copeau initial nous est donnée, alors le choix de la charge broyante et des boulets qui la constitue sera plus large.

## Conclusion

Le présent travail consiste en la production d'une poudre de laiton par broyage mécanique des copeaux d'usinage. Sachant la technique de broyage utilisée, nous connaissons préalablement la forme de la particule de poudre qu'on allait obtenir (forme irrégulière) et la moyenne de taille possible par un tel procédé.

Nous avons entamé le travail expérimental de ce projet par la production des copeaux à l'aide de l'usinage d'un barreau cylindrique en laiton au tour, après quoi nous avons procédé à la caractérisation de ceux-ci à l'aide d'une série de tamis. Après cela, nous procédons au broyage des différentes gammes de copeaux en imposant pour chaque opération une gamme de conditions bien précise. Après caractérisation des tailles des poudres produites après chaque opération, nous établissons des tableaux de distribution de taille à partir desquels, nous établissons des courbes de distribution de taille à l'aide d'un programme informatique d'interpolation. Afin de bien caractériser les poudres produites, nous avons procédé à l'observation de celles-ci au microscope optique, chose qui nous a aidé à comprendre les phénomènes qui régissent un processus de broyage.

Au cours de ce travail nous avons mis en évidence l'influence des divers paramètres sur le processus de broyage, dont le copeau initial, sa taille, sa forme et sa friabilité, le temps de broyage et sa valeur critique, la charge broyante et la taille des boulets. Dans le but de mieux comprendre l'effet de ces paramètres sur le processus de broyage, nous avons établie des courbes montrant la variation de la taille moyenne de la poudre produite en fonction de chacun de ces paramètres et à partir desquelles nous avons établie une équation paramétrique globale reliant les quatre variables et pouvant servir une étude d'optimisation par méthode de simulation mathématique du broyage.

Les constats tirés de cette étude peuvent se résumer de la manière suivante :

- le temps favorise la désintégration des particules de poudre dans l'intervalle où les phénomènes prédominants sont la fragmentation, la fracture fragile ou la cassure; sinon l'effet s'inverse pour favoriser l'agglomération et la soudure à froid des particules de poudre.
- la taille et la forme du copeau initial influencent la qualité du broyage. Ainsi il faut plus de temps pour atteindre une moyenne de taille fine de la poudre produite dans le cas d'une particule plus grosse, tandis que la forme du copeau modifie sa friabilité.

- la charge broyante qui en augmentant diminue l'efficacité du broyage par le fait de la prise de volume qui devient de plus en plus moindre et par le fait de la diminution de l'énergie de collision.
  
- la taille des boulets influe de telle sorte que si on utilise de plus gros boulets la surface de contact entre couple de boulets ou entre boulets et parois de la chambre de broyage augmente, ce qui peut être favorable ou néfaste pour le broyage selon qu'on ait dépassé ou non le temps critique de broyage. On préconise d'utiliser une charge mixte (gros et petits boulets) pour minimiser le vide entre boulets et avoir ainsi une meilleure prise de volume.

### Suggestions pour travaux ultérieurs

Pour compléter le présent travail et dans le but de mieux comprendre ce qu'est le broyage, il reste à étudier l'influence de la vitesse de rotation de la chambre de broyage et l'influence des milieux aide broyage tels que l'eau et l'alcool. La vitesse de rotation de la chambre modifiera les énergies de collision, chose qui affectera de près le processus de broyage. Les milieux aide broyage modifieront la friabilité des particules de poudre par l'effet de la fragilisation. Celles-ci devenant plus fragiles se casseront plus aisément avec moins d'effort, chose qui sera d'un apport bénéfique pour un processus de broyage, car le temps de broyage se trouvera d'autant plus diminué

Les deux paramètres cités ci-dessus sont d'une importance capitale, car en combinaison avec les autres paramètres de broyage on forme un système optimal. Le broyage peut être parmi les moyens de production de poudre les moins coûteux et les plus pratique à une échelle industrielle.



## Références bibliographiques

- [1] R.Kieffer ; W.Hotop, Fer et aciers frittés, Ed Dunod, 1959.
- [2] C.Chaussin ; G.Hilly, Elaboration des métaux, Ed Dunod Tome 2, 1984.
- [3] A.J.Yule ; J.J.John, Atomisation of melts for powders production and spray deposition, Oxford university press, 1994.
- [4] G.Cizeron, La revue de métallurgie-CIT / Science et génie des matériaux, Mai 1994. Pp. 683-692.
- [5] R.Mbybr, Poudres métalliques, Techniques de l'ingénieur, Fasc M862, 1980.
- [6] Senna.M ; Kuno.H, Polymorphic Transformation of PbO by Isothermal Wet Ball-Milling, J.Am.Ceram.Soc., Vol 54 (No. 5), May 1971.
- [7] Kuhn, W.E.and lucky, H., Caractérisation of Ball-Milled Type 316-L stainless Steel Powder, fine Particles, W.Kuhn and J.Ehretsmann, Ed., The Electrochemical 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 Trans., Vol 220, 1961, p 380
- [10] Harris, C.C., On the limit of Comminution, Trans. Soc. Mining Eng., March 1967, p 17-30
- [11] Kuhn, W.E., High Energie milling of Electriyltic Iron Powder, Modern Developments 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 Developments in Powder Metallurgie, Vol 13, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ, 1980, p 27-50
- [13] Arias, A., "Chemical Reactions of Metal Powders with Organic and Inorganic 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 Propreties of Aluminium 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, p 150
- [21] E.Matthews., Production of Copper Alloy Powders, Metals Handbook., Ninth Edition., Vol 7, 1984, p 121-122