



**HAL**  
open science

# Etude de la broyabilité de différents matériaux pulvérulents à l'aide d'un test d'impact à jet d'air

Olivier Lecoq

► **To cite this version:**

Olivier Lecoq. Etude de la broyabilité de différents matériaux pulvérulents à l'aide d'un test d'impact à jet d'air. Génie des procédés. Université de Technologie de Compiègne, 1997. Français. NNT : . tel-00261869

**HAL Id: tel-00261869**

**<https://theses.hal.science/tel-00261869>**

Submitted on 10 Mar 2008

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

**UNIVERSITE DE TECHNOLOGIE DE COMPIEGNE**

**Thèse présentée pour l'obtention du grade de Docteur de l'U.T.C.  
Option Génie des Procédés Industriels**

**ETUDE DE LA BROYABILITE DE DIFFERENTS  
MATERIAUX PULVERULENTS A L'AIDE D'UN TEST  
D'IMPACT A JET D'AIR**

**par Olivier LECOQ**

**Date de soutenance le 19 Décembre 1997 devant le jury composé de**

**M.N. PONS  
J. DODDS  
B. CRISTOL  
J.F. LARGE  
P. GUIGON**

*Ce travail a été effectué au Département de Génie Chimique de l'Université de Technologie de Compiègne, au sein de la Division Technologie des Poudres et Suspensions sous la direction de Monsieur le Professeur Pierre Guigon.*

*Tout au long de ces recherches, il m'a été toujours agréable et profitable de bénéficier de son encadrement et de ses conseils judicieux. Je tiens à lui exprimer ma profonde gratitude.*

*Je souhaite également remercier Madame Marie-Noëlle Pons et Monsieur John Dodds qui ont accepté d'être les rapporteurs de ce mémoire. J'ai toujours apprécié nos nombreuses collaborations qui m'ont apporté un soutien et un recul indispensable à mon travail de recherche.*

*Je tiens à exprimer ma vive reconnaissance à Messieurs Jean-François Large et Benoît Cristol qui ont bien voulu me faire l'honneur de juger ce mémoire.*

*Je ne pourrais pas ne pas faire allusion également à l'immense soutien de tous les moments dont j'ai pu bénéficier de la part d'Amale Nezzal. Qu'elle trouve ici mes sincères et affectueux remerciements.*

*Ma reconnaissance va également à toutes les personnes de la division mais aussi du département qui ont contribué de près ou de loin à faire régner un climat de bonne entente tout au long de ces années.*

*RESUME*

## RÉSUMÉ

---

Le comportement face à l'impact d'une poudre dépend de sa taille, de sa distribution granulométrique, des propriétés mécaniques du matériau et de l'installation industrielle. Parmi la grande diversité des approches possibles pour l'étude de l'impact de matériaux pulvérulents, notre installation expérimentale de test se démarque en permettant d'obtenir une information complète de ce qui se passe au cours d'un impact élémentaire : l'impact normal de particules uniques sur cible.

La méthodologie d'étude permet de déterminer l'influence de l'énergie mise en jeu sur la broyabilité des solides impactés. Outre une comparaison qualitative des profils de rupture, une comparaison quantitative est obtenue grâce à la définition de paramètres physiques et sensibles de fragmentation : seuil d'attrition et broyabilité exprimée en création de surface par unité d'énergie.

Le test fournit une classification des comportements. En impact unique, actuellement, trois types sont mis en évidence : fragile, complexe ou ductile. L'étude du multi-impact révèle la non équivalence avec l'impact unique : un solide n'est pas broyé identiquement si on lui fournit une énergie en un ou plusieurs impacts.

Il permet également d'observer l'influence de l'angle d'impact, de la taille du solide, de sa distribution de taille, de sa structure, de son procédé de fabrication, et plus généralement de son "histoire" sur son comportement en impact sur cible. En outre, des informations plus fondamentales peuvent être obtenues : lien structure du solide-caractéristiques de fragmentation ; mécanismes de fracture ; transition fragile-ductile ; efficacité de broyage ; estimation de la température atteinte au cours de l'impact...

*SUMMARY*

## *SUMMARY*

---

The behaviour of a powder impacted on a target depends on its size, its particle size distribution, the material mechanical properties and the industrial rig. Aside from all the possible approaches to study the impact of pulverulent materials, our experimental equipments and methodology are different in providing complete and rigorous information on an elementary impact : the normal impact of single particles on a target.

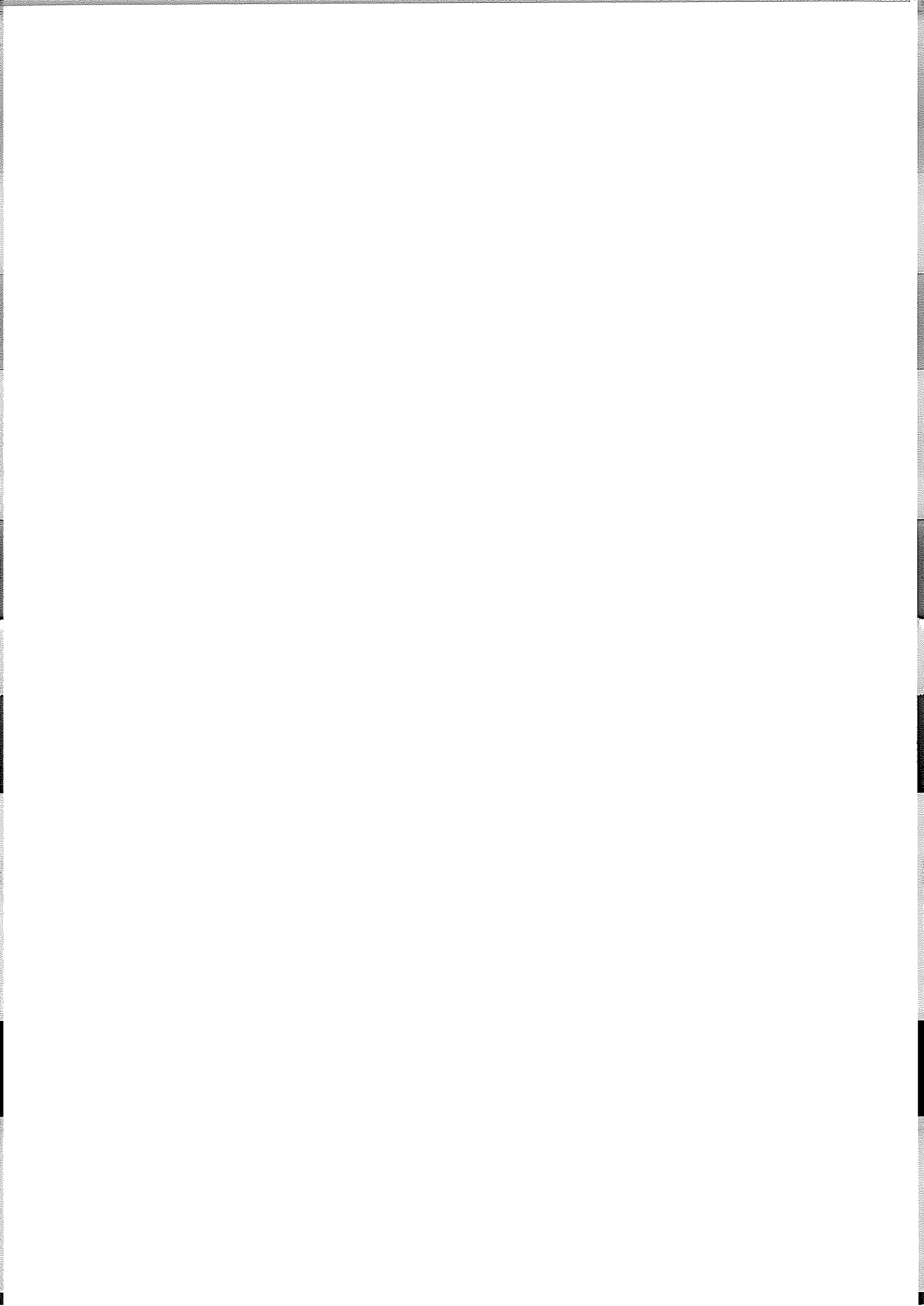
An experimental test rig for the study of impact in an air jet mill allows one to evaluate the relationship between the impact energy and the fineness of the impacted solids. From one side qualitative comparison is possible with the fragmentation profiles. On the other side quantitative comparison can be carried out with the definition of grindability parameters : attrition threshold and grindability expressed in created surface per energy.

The test provides for a behaviour classification. In single impact tests, so far, three types of behaviour are highlighted : fragile, "complex" and ductile. Multi-impact study reveals the non-equivalence between multiple impact and single impact : a solid is not broken similarly if a given energy is provided in one or several times.

The test also allows one to study the influence of the powder size, its structure, its processing, and more generally its "history" on its behaviour at impact on a target. Furthermore, more fundamental information can be obtained : relation structure-grindability parameters, fragmentation mechanisms, brittle-ductile transition, breakage efficiency, estimation of the reached impact temperature...

# *SOMMAIRE*





<b>SOMMAIRE</b>	<b>i</b>
<b>NOMENCLATURE</b>	<b>vii</b>
<b>INTRODUCTION GENERALE</b>	<b>1</b>
<i>Chapitre 1 : Introduction bibliographique</i>	
<b>I. APPROCHE GENERALE DU BROUYAGE</b>	<b>3</b>
<b>I.1. Origine du broyage</b>	<b>3</b>
<b>I.2. Point de vue énergétique</b>	<b>4</b>
<b>I.3. Caractérisation du solide à broyer</b>	<b>5</b>
<b>I.3.1. Propriétés morphologiques</b>	<b>5</b>
<b>I.3.2. Propriétés physiques et mécaniques</b>	<b>6</b>
<b>I.4. Description simplifiée du phénomène de la rupture</b>	<b>6</b>
<b>I.4.1. Théorie de la rupture par fissure</b>	<b>6</b>
I.4.1.a) Théorie de Inglis et de Griffith	6
I.4.1.b) Description simplifiée de la rupture	8
<b>I.4.2. Théorie de Hertz-Hüber</b>	<b>8</b>
I.4.2.a) Expression énergétique	8
I.4.2.b) Application à l'étude de l'impact	10
<b>I.4.3. Rupture de divers matériaux communs</b>	<b>10</b>
<b>I.4.4. Analyse de l'événement de broyage</b>	<b>10</b>
<b>II. LES TESTS DE BROUYAGE</b>	<b>15</b>
<b>II.1. Introduction</b>	<b>15</b>
<b>II.2. Classification des tests de broyage</b>	<b>15</b>
<b>II.3. Compression de particules isolées</b>	<b>19</b>
<b>II.4. Tests de broyage par impact</b>	<b>20</b>
<b>II.4.1. Etude de l'impact d'une particule unique</b>	<b>20</b>
<b>II.4.2. Etude de l'impact d'un jet diphasique</b>	<b>30</b>
<b>II.5. Tests de broyage en lit de particules</b>	<b>36</b>
<b>II.6. Tests standardisés et indices de broyabilité</b>	<b>38</b>
<b>II.6.1. Indice de Hardgrove</b>	<b>38</b>
<b>II.6.2. Indice de Bond</b>	<b>38</b>
<b>II.6.3. Discussion</b>	<b>39</b>
<b>II.7. Les tests d'attrition</b>	<b>40</b>
<b>III. CONCLUSIONS</b>	<b>40</b>

<i>Chapitre 2 : Installation expérimentale et conditions opératoires</i>
--

<b>I. OBJECTIFS</b>	<b>42</b>
<b>II. INSTALLATION EXPERIMENTALE</b>	<b>42</b>
<b>II.1. Description de l'installation expérimentale</b>	<b>42</b>
II.1.1. Unité modulaire de mélange air-solide	43
II.1.2. Unité d'accélération	43
II.1.3. Chambre de broyage par impact	43
II.1.4. Unité de séparation air-solide	45
<b>II.2. Techniques de mesures vélocimétriques</b>	<b>45</b>
II.2.1. Vélocimétrie par imagerie vidéo	45
II.2.2. Vélocimétrie par fibres optiques VECTOR	47
II.2.3. Comparaison	48
II.2.4. Reproductibilité, fiabilité	49
II.2.4.a) Imagerie rapide	49
II.2.4.b) Sonde Vector	49
<b>II.3. Techniques de mesures granulométriques</b>	<b>50</b>
II.3.1. Introduction	50
II.3.2. Tamisage	51
II.3.2.a) Introduction	51
II.3.2.b) Le tamisage classique à vibration / percussion	51
II.3.2.c) Le tamisage Alpine à courant d'air	51
II.3.2.d) Définitions	52
II.3.3. Granulométrie laser Galai	52
II.3.4. Granulométrie laser Malvern	54
II.3.5. Comparaison des différentes techniques	56
II.3.5.a) Introduction	56
II.3.5.b) Diamètres moyens	56
II.3.5.c) Distributions granulométriques	58
II.3.6. Reproductibilité, fiabilité	60
II.3.6.a) Généralités	60
II.3.6.b) Tamisage du polyamide	60
II.3.7. La détection des multimodales	61
II.3.8. Le masquage des fines	61
II.3.9. Conclusions	61

<b>II.4. Hydrodynamique du jet</b>	<b>62</b>
<b>II.4.1. Description du jet</b>	<b>62</b>
II.4.1.a) Zone de jet libre	62
II.4.1.b) Zone d'arrêt	63
II.4.1.c) Diamètre du jet	63
II.4.1.d) Choix de la distance d'attaque	64
<b>II.4.2. Inertie des particules incidentes</b>	<b>64</b>
<b>II.4.3. Efficacité d'accélération</b>	<b>66</b>
<b>III. ESSAIS</b>	<b>68</b>
<b>III.1. Choix des variables opératoires</b>	<b>68</b>
<b>III.2. Optimisation des conditions opératoires</b>	<b>70</b>
III.2.1. Influence de la cible	70
III.2.2. Conditions d'obtention d'un jet dilué	70
<b>III.3. Les différents solides utilisés</b>	<b>70</b>
III.3.1. Billes de verre	71
III.3.2. Sable	72
III.3.3. Alumine hydroxylée	72
III.3.4. Polyamide PA11	73
III.3.5. Poly-méthacrylate de méthyle (PMMA)	73
III.3.6. Sel (NaCl)	74
<b>III.4. Caractérisation de la broyabilité</b>	<b>74</b>
<b>III.5. Caractérisation morphologique</b>	<b>76</b>
III.5.1. Introduction	76
III.5.2. Traitement des images	76
III.5.3. Mesures bidimensionnelles	77
III.5.4. Mesures tridimensionnelles	77
<b>IV. CONCLUSION</b>	<b>78</b>

**Chapitre 3 : Résultats, analyses et interprétations**

<b>I. INTRODUCTION</b>	<b>79</b>
<b>II. IMPACT À GRANDES VITESSES DU VERRE</b>	<b>79</b>
II.1. Introduction	79
II.2. Etude préliminaire	79
II.3. Histogrammes granulométriques	80
II.4. Finesse de broyage	81
II.5. Paramètres statistiques des distributions granulométriques	84
II.6. Traitement de Rosin-Rammler et autosimilitude	87
II.7. Influence de la taille : étude de 4 coupes	91
II.7.1. Traitement classique	91
II.7.2. Fonctions probabilité et énergie de broyage	94
II.7.3. Traitement de Rosin-Rammler	97
II.7.4. Conclusion	99
II.8. Comparaison avec la littérature	99
<b>III. INFLUENCE DE LA NATURE DU MATERIAU</b>	<b>100</b>
III.1. Introduction	100
III.2. Etude comparative	100
III.2.1. Profils de rupture en vitesse	100
III.2.2. Mécanisme de broyage	103
III.2.3. Profils de rupture en énergie	104
III.3. Etude spécifique de l'impact de polymères	106
III.3.1. Introduction	106
III.3.2. Impact à très grandes vitesses du PA11	106
III.3.3. Impact du Castor Wax et du LDPE	108
III.3.4. Comportement ductile et transition fragile-ductile	111
III.3.5. Impact des toners	112
III.3.6. Conclusion	114
III.4. Etude spécifique de l'impact de la pyrophyllite	115
III.4.1. Objectifs	115
III.4.2. Solide étudié	115
III.4.3. Résultats	115
III.4.4. Discussion	118
III.4.5. Conclusion	118

<b>IV. CLASSIFICATION DES COMPORTEMENTS</b>	<b>119</b>
IV.1. Introduction	119
IV.2. Comportement fragile	119
IV.3. Comportement complexe	119
IV.4. Comportement non linéaire	121
<b>V. ETUDE DU MULTI-IMPACT</b>	<b>122</b>
V.1. Introduction	122
V.2. Multi-impact "fragile"	122
V.2.1. Profils de rupture	122
V.2.2. Stagnation de la fragmentation	124
V.2.3. Comparaison des procédures d'impact	125
V.3. Multi-impact "ductile"	126
V.4. Comparaison multi-impact et impact unique	128
V.4.1. Comparaison des efficacités	128
V.4.2. Comparaison en énergie	130
V.5. Conclusions	134
<b>VI. INFLUENCE DU PROCEDE DE FABRICATION</b>	<b>134</b>
VI.1. Introduction	134
VI.2. Les solides	135
VI.3. Etude des hydrargillites	136
VI.3.1. Utilisation du diamètre	136
VI.3.2. Utilisation de la surface spécifique	137
VI.4. Etude des hydrargillites calcinées	142
VI.5. Influence de la calcination	142
VI.5.1. Hydrargillite à structure radiale	142
VI.5.2. Hydrargillite à structure mosaïque	143
VI.6. Représentation de Rosin-Rammler	146
VI.6.1. Introduction	146
VI.6.2. Evolution des histogrammes granulométriques	146
VI.6.3. Autosimilitude des hydrargillites	147
VI.6.4. Autosimilitude des hydrargillites calcinées	148
VI.6.5. Conclusion	150
VI.7. Conclusions	151

<b>VII. ANALYSE MORPHOLOGIQUE</b>	<b>151</b>
<b>VII.1. Introduction</b>	<b>151</b>
<b>VII.2. Mesures bi et tri-dimensionnelles</b>	<b>151</b>
<b>VII.3. Comparaison morphologie - seuil d'attrition</b>	<b>154</b>
<b>VII.4. Comparaison morphologie - indice Forsythe</b>	<b>155</b>
<b>VII.5. Conclusion</b>	<b>156</b>

<b>VIII. CONSTANTE DE L'IMPACT</b>	<b>157</b>
<b>VIII.1. Introduction</b>	<b>157</b>
<b>VII.2. Définition du modèle</b>	<b>158</b>
<b>VII.3. Impact de billes de verre</b>	<b>159</b>
<b>VII.4. Conclusion</b>	<b>160</b>

<b>CONCLUSIONS GENERALES</b>	<b>161</b>
------------------------------	------------

**REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES**

**ANNEXES**

1. Caractérisation du solide à broyer	A1
2. Mécanismes de la rupture	A2
2.A. Rupture de divers matériaux communs	
2.B. Origine et propagation des fissures	
3. Photographies de l'installation expérimentale	A3
4. Caractérisation des buses d'accélération	A4
5. Photographies M.E.B. des solides étudiés	A5
6. Cartographies du comportement du verre et de $Al(OH)_3$	A6
7. Suivi morphologique du multi-impact du PMMA	A7
8. Carte morphologique des hydrargillites et alumines étudiées	A8
9. Tableaux des résultats et graphes	A9

# *NOMENCLATURE*



NOMENCLATURE

LETTRES LATINES

a	demi-longueur de fissure	(m)
ai	pourcentage en nombre	(%N)
as	surface spécifique $as = 6 / (\rho dh)$	(m <sup>2</sup> /kg)
C	constante fonction des conditions opératoires	
C'	constante fonction de C et du matériau	
Cd	coefficient de frottement	(-)
Ci	circularité (analyse morphologique)	(-)
Cp	capacité calorifique	(J kg <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup> )
d, di, D	diamètre de particule	(m)
Deq	diamètre équivalent (analyse morphologique)	(m)
Ds	diamètre de sortie de buse	(m)
dh	moyenne harmonique	(m)
dm	moyenne arithmétique	(m)
d <sub>ref</sub>	diamètre de référence	(m)
dsv	diamètre moyen surface-volume (Sauter) = d[3,2]	(m)
dvm	diamètre moyen volume-moment = d[4,3]	(m)
d1, d <sub>100</sub> , d <sub>50</sub>	diamètre à 63,2 %, 50%, 100% de passant	(m)
E	énergie	(J)
E0, E50, E90	énergie seuil, à 50%, à 90% de broyage	(J/kg)
Ec	énergie cinétique	(J/kg)
Es, Eso, Esc	énergie cinétique spécifique, d'attrition, critique	( J/m <sup>3</sup> )
Esm, Esmo, Esmc	énergie cinétique spécifique, d'attrition, critique	(J/kg)
F	force	(N)
Fe	diamètre de Feret	(m)
F <sub>N</sub>	force à la limite de l'élasticité linéaire	(N)
F <sub>Y</sub>	force à la limite de l'élasticité ("yield point")	(N)
gb	broyabilité de Bond	(g/tour)
G <sub>c</sub>	énergie de rupture	(J)
H, Hv	dureté Vickers	(Pa)
H <sub>bc</sub>	distance buse - cible	(m)
HGI	Hardgrove Grindability Index	(-)
IA	indice d'attrition de Forsythe	(-)
IC	concavité	(-)
k	module de la distribution de Gaudin-Schuhmann	(m)
k <sub>f</sub>	conductivité thermique	(W m <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup> )
k <sub>p</sub>	$(1-v_p^2) / Y_p$	(Pa <sup>-1</sup> )
k <sub>1</sub>	taux de fragmentation spécifique (Vervoorn)	(impact <sup>-1</sup> )
K, K <sub>Ic</sub>	facteur d'intensité des contraintes, critique mode I	(Pa m <sup>1/2</sup> )
l <sub>u</sub>	taille ultime (transition fragile-ductile)	(m)
m	dispersion granulométrique de Rosin-Rammler	(-)
m <sub>w</sub>	coefficient d'uniformité de Weibull	(-)
M	masse d'une particule	(kg)
Mm	masse molaire	(g/mol)
N	nombre d'impact	(-)
Nu	nombre de Nusselt	(-)
P	périmètre (analyse morphologique)	(m)
P <sub>j</sub>	pression en amont de buse	(Pa)
Pu	puissance hydrodynamique du jet = P <sub>j</sub> *Q <sub>j</sub>	(W)
Q <sub>j</sub>	débit volumique du fluide	(m <sup>3</sup> /s)
r	rayon de courbure en extrémité de fissure	(m)

## NOMENCLATURE

R	fréquence relative	(%)
Rc	fraction cumulée	(%)
Re <sub>p</sub>	nombre de Reynolds particulaire	$\frac{(U_g - V_s) \rho_g d_p}{\mu_f}$ (-)
Re <sub>g</sub>	nombre de Reynolds du gaz	$\frac{U_g \rho_g D_s}{\mu_f}$ (-)
RI	critère de finesse (Chapitre 3, IV.7.1.)	(-)
S	surface	(m <sup>2</sup> )
Sw, Sv	surface spécifique	(m <sup>2</sup> /kg ; m <sup>2</sup> /m <sup>3</sup> )
t <sub>de</sub>	temps de déformation élastique	(s)
tr1	temps de relaxation de quantité de mouvement	(s)
tr2	temps de relaxation de transfert de chaleur	(s)
T, Tv	température, de transition vitreuse	(°C)
U	vitesse de corps broyant	(m/s)
Uc	vitesse minimale de fracture (Kanda)	(m/s)
Ug	vitesse du fluide	(m/s)
V	volume d'une particule	(m <sup>3</sup> )
Vs, Vp	vitesse du solide, des particules	(m/s)
Vso, Vs50, Vs90	vitesse seuil, à 50%, à 90% de broyage	(m/s)
ΔVsf	différence de vitesse fluide-solide	(m/s)
Vs, Vso, Vsc	vitesse de particule, d'attrition, critique	(m/s)
Wi	indice de Bond	(kWh/900kg)
Ws, Wj	débit massique du solide, du fluide	(kg/s)
xi	pourcentage en volume ou en masse	(% <sub>w</sub> )
Xmax	côté du plus grand carré inscrit	(m)
y	taille de particule	(m)
Y	module d'Young	(Pa)
Y50	force médiane	(N)

## LETTRES GRECQUES

α, α1, α2, α3	coefficients de proportionnalité	
α <sub>s</sub>	fraction volumique du solide	(-)
γ	= Cp/Cv ≈ 1,4 pour un gaz parfait	(-)
2γ <sub>s</sub>	énergie pour créer une surface unité de fissuration	(J/m <sup>2</sup> )
Δ	déformation (loi de Hertz)	(m)
ΔX	opérateur de différence sur la variable X	[X]
ζ	critère de finesse (Cleave)	(% <sub>w</sub> )
λ	nombre d'inertie	(-)
μ	taux de charge = Ws/Wj	(-)
μ <sub>f</sub>	viscosité du gaz	(Pa s)
ξ	paramètre de simplicité morphologique	(-)
ν	coefficient de Poisson	(-)
ρ	masse volumique	(kg/m <sup>3</sup> )
σ	contrainte	(Pa)
σ <sub>c</sub>	contrainte à la rupture, à la limite de l'élasticité	(Pa)
Ω	section droite	(m <sup>2</sup> )

## NOMENCLATURE

---

### INDICES

c	critique, de rupture ou cumulé
f, g, j	fluide, gaz
i	initial
N	en nombre
p, s	solide, particule
w, v	en masse, en volume
o	état de référence, initial ou à la limite d'attrition

# *INTRODUCTION GENERALE*

Les procédés de réduction de taille occupent une très grande place dans les opérations unitaires du génie chimique. En effet, le broyage intervient partout où des solides se présentent avec des dimensions trop importantes pour être utilisés directement. Dans l'industrie minérale ou chimique, dans le secteur agro-alimentaire ou dans le secteur pharmaceutique, l'utilisation des techniques de broyage prend de plus en plus d'importance. Pour donner un ordre de grandeur, on estime que par an, on réduit dans le monde la taille de quelques milliers de millions de tonnes de produit, ce qui représente en énergie quelques centaines de millions de MWh, soit la consommation électrique annuelle totale en France ! Les besoins énergétiques sont alors considérables, car il faut souligner que les équipements utilisés sont très inefficaces : seul environ 2% de l'énergie globale fournie au système sert effectivement à créer de nouvelles surfaces. Ceci est d'autant plus accentué que les procédés industriels nécessitent de plus en plus l'emploi de particules très fines (microniques voire submicroniques). Par ailleurs, le manque de connaissances fondamentales rend le dimensionnement et la prévision de la qualité granulométrique du produit fini impossibles. L'obtention de solides à propriétés contrôlées et à moindre coût nécessite une meilleure compréhension des différents mécanismes de fracture dans les divers procédés de broyage.

Cette étude s'inscrit dans le cadre d'une recherche dont le but est d'établir une modélisation du broyage fin (particules microniques) afin de faciliter le dimensionnement et de maîtriser les facteurs énergétiques. Elle a débuté en 1991 sous la forme d'une Action de Recherche Coordonnée du C.N.R.S. - A.D.E.M.E. initiée par le P.I.R.S.E.M. et poursuivie par E.C.O.T.E.C.H. Cette recherche vise également une compréhension fondamentale des différents mécanismes de fragmentation. Dans ce cadre, elle reçoit un soutien financier de l'International Fine Particle Research Institute.

La première étape de la recherche a été de mettre en oeuvre une installation expérimentale permettant de reproduire un événement d'impact élémentaire. Un broyeur à jet d'air par impact sur cible a donc été conçu en minimisant l'influence des conditions opératoires. Une étude paramétrée de l'installation a été réalisée (Mebtoul 1994). Les conditions de fonctionnement en régime dilué permettent de reproduire à l'échelle particulière l'impact d'un grain sur une cible fixe.

Ce travail représente la deuxième étape de la recherche : la mise au point d'une méthodologie d'étude de la broyabilité de différents matériaux pulvérulents. Les performances initiales de l'installation ont également été améliorées en élargissant la gamme de vitesse (jusqu'à 500 m/s), grâce au développement de techniques d'accélération

et de mesures appropriées, ainsi que la gamme de taille de particules (jusqu'à quelques millimètres).

Ce mémoire entreprend dans le premier chapitre de restituer le contexte dans lequel s'est inscrit la conception et le développement de notre test. Après une description simplifiée du phénomène de broyage, une brève présentation bibliographique donne un aperçu de la grande diversité des approches de la mise au point d'un test de broyabilité. Généralement, on y découvre que les installations existantes ne fournissent qu'une classification dans des conditions standardisées souvent complexes et arbitraires. On y trouve finalement la justification de la mise au point d'un test d'impact élémentaire sur cible dans un broyeur à jet d'air, capable de caractériser le comportement de tout solide dans une gamme étendue de taille et d'énergie.

Le chapitre 2 présente l'installation expérimentale et les conditions opératoires développées pour l'étude systématique et comparative de 6 matériaux. La méthodologie développée permet d'étudier et de mettre en évidence les différences de comportement de ces solides de nature et de forme très variées.

Le chapitre 3 regroupe dans une première partie les principaux résultats des différentes approches d'étude appliquées à notre solide de référence, des billes de verre.

Une deuxième partie étudie les comportements mis en évidence pour des matériaux de nature différente : minéraux et organiques. Les résultats permettent d'établir une classification des comportements face à l'impact.

Une étude spécifique du multi-impact est développée dans une troisième partie.

Une application du test d'impact à une situation industrielle est fournie dans une quatrième partie : l'influence du procédé de fabrication sur le comportement en impact sur cible. Huit hydrargillites ou alumines sont testées dans l'installation expérimentale. Finalement, un outil morphologique permet d'apporter des informations supplémentaires à cette étude.

La cinquième partie donne un aperçu de l'utilisation d'un modèle de fragmentation.

Le mémoire se termine par un rappel des résultats essentiels du test d'impact par rapport aux objectifs initialement fixés, et donne quelques éléments pour élargir le cadre de la recherche.

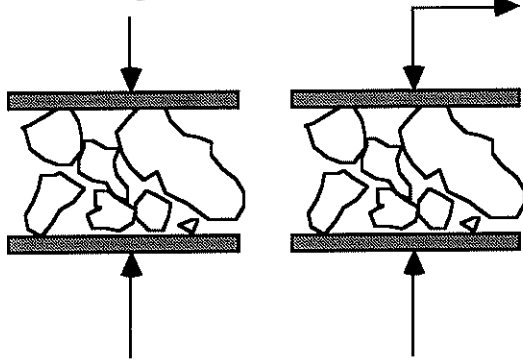
## *CHAPITRE 1 - Introduction bibliographique*

## I . APPROCHE GENERALE DU BROYAGE

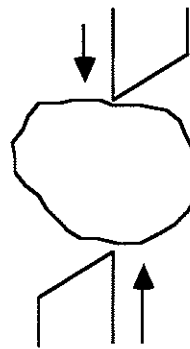
### I.1. Origine du broyage

Rumpf (1965) décrit quatre modes principaux de sollicitations mécaniques pouvant être à l'origine de la comminution de particules solides .

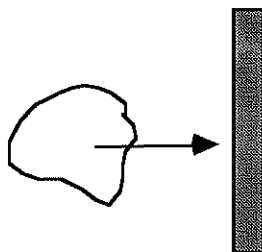
a) Par compression ou compression-cisaillement



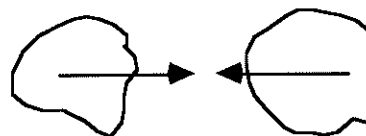
b) Par cisaillement



c) Par choc contre une paroi



d) Par choc mutuel entre deux particules



La compression ou l'écrasement sont généralement utilisés pour la fragmentation de solides durs en gros morceaux, alors que l'attrition par frottement sur une surface rugueuse donne plutôt des produits fins.

Le découpage et le cisaillement permettent d'obtenir des dimensions grossières et peu précises.

Quant à la réduction par impact, elle fournit selon le cas, des tailles très différentes allant des tailles relativement grossières aux poudres fines ( $\leq \mu\text{m}$ ).

Il faut noter aussi que d'autres modes d'action peuvent être utilisés pour la fragmentation : par apport d'énergie électromagnétique, sonore, chimique ou encore par interaction avec le fluide environnant : par brusque changement de pression et/ou de température (par exemple le phénomène de décrépitation).



## I.2. Point de vue énergétique

Bien que l'on connaisse certaines causes de la comminution, on est bien malheureusement incapable de déterminer avec précision l'énergie nécessaire à une fragmentation donnée. Il existe néanmoins un grand nombre de théories qui essaient de relier l'énergie consommée par le matériau et la réduction de dimension au cours de la fragmentation. Il faut citer les plus connues : les lois de Rittinger (1867), de Kick (1885) et de Bond (1952) qui reposent toutes sur la même relation différentielle reliant l'énergie  $E$  nécessaire à la fracturation d'une particule de taille  $y$ , à l'aide de deux constantes  $C$  et  $n$  (tableau 1.1.).

Expression générale	Valeur de $n$	Expression de l'énergie	Appellation
$\frac{dE}{dy} = -\frac{\alpha}{y^n}$ (Holmes 1957)	1	$E = \alpha \ln \frac{y}{y_0}$	Loi de Kick
	1,5	$E = \alpha \left( \frac{1}{\sqrt{y}} - \frac{1}{\sqrt{y_0}} \right)$	Loi de Bond
	2	$E = \alpha \left( \frac{1}{y} - \frac{1}{y_0} \right)$	Loi de Rittinger

Tableau 1.1. : Lois de broyage

Rittinger (1867) a supposé que les particules étaient parfaitement "fragiles" et qu'elles ne se déformaient pas avant de se rompre. Dans ce cas, l'énergie est directement proportionnelle à la surface créée. Kwong et al. (1949, d'après Midoux 1993) ont montré que cette relation était bien vérifiée pour des produits fragiles comme le quartz et le verre.

Kick (1885) a supposé à l'inverse, que  $E$  était uniquement due à l'énergie de déformation des particules et qu'au bout d'une certaine déformation critique supposée parfaitement élastique, le matériau se rompait sans dépense supplémentaire d'énergie. Ceci suppose que les amorces de rupture sont uniformément réparties dans le volume du grain. Dès lors, l'énergie de rupture ne dépend que du volume du matériau.

Bond (1952) quant à lui pense que  $E$  est proportionnelle à la racine carrée de la surface spécifique de la particule. Sa relation a été établie à partir de nombreuses données sur un grand nombre de matériaux traités dans des installations de taille industrielle.

Selon Hukki (1961, d'après Midoux 1993), en première approximation, il faudrait en définitive utiliser les relations en fonction de la taille des particules : si la taille est comprise entre 10 et 1000  $\mu\text{m}$  il faudrait utiliser préférentiellement la loi de Rittinger, entre 1 mm et 5

mm la loi de Bond, et entre 5 mm et 10 cm la loi de Kick.

Une autre représentation de ces lois consiste à tracer la création de surface par unité d'énergie consommée  $\Delta S/E$  (m<sup>2</sup>/J) en fonction de cette énergie E : voir figure 1.1.

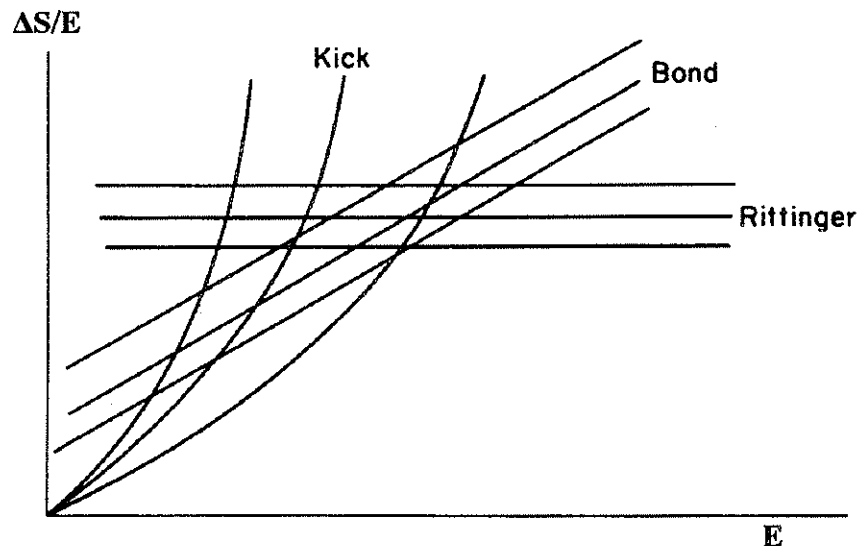


Figure 1.1. : Evolution du paramètre  $\Delta S/E$  en fonction de la loi énergétique choisie (Rose et al. 1972)

Cependant, ces approches ne sont valables que pour des cas particuliers et ne prennent pas en compte la complexité du problème. En particulier, citons l'existence de déformations plastiques avant fragmentation, et le fait que le matériau est rarement homogène et possède toujours des imperfections.

Par ailleurs, l'énergie réellement nécessaire pour l'opération de broyage est nettement supérieure à celle qui peut être déterminée par ces lois empiriques. En effet, il faut en outre de la fragmentation, vaincre les forces de frottement, fournir de l'énergie pour les déformations élastiques et surtout pour mettre en fonctionnement la machinerie du broyeur. En fin de compte, moins de 10% de l'énergie totale consommée par un broyeur sera effectivement utilisée pour la fragmentation des particules. Dans le cas des broyeur à jet d'air, l'efficacité est encore plus faible et peut être inférieure à 5%.

### I.3. Caractérisation du solide à broyer

#### I.3.1. Propriétés morphologiques

Avant d'étudier la comminution d'un solide donné, il convient de définir ses principales caractéristiques géométriques pour observer leurs évolutions. Mais, s'il est relativement

simple de caractériser une particule unique, en revanche la caractérisation d'une population de grains se révèle plus ardue. L'annexe 1 donne quelques définitions de diamètres de particule, ainsi que des exemples de fonctions de distribution.

### **I.3.2. Propriétés physiques et mécaniques**

Outre ses dimensions, son facteur de forme, sa structure interne et son état de surface, il est intéressant également de préciser quel est le comportement du solide face à une déformation mécanique. Les courbes de traction obtenues à partir de tests classiques permettent de définir des propriétés inhérentes au matériau. L'annexe 1 rappelle ses notions.

## **I.4. Description simplifiée du phénomène de la rupture**

### **I.4.1. Théorie de la rupture par fissure**

#### **I.4.1.a) Théorie de Inglis et de Griffith**

Au cours d'un procédé de réduction de taille, les forces de liaison doivent être rompues au niveau des surfaces de fracture. C'est à Inglis (1913) et à Griffith (1920) que l'on doit la théorie de rupture basée sur la création puis de la propagation de fissures à partir de défauts. Elle provient de la constatation que la résistance d'un matériau est toujours beaucoup plus faible que celle attendue en considérant uniquement les forces moléculaires. Cette grande différence s'explique alors par l'existence de fissures microscopiques ou de défauts affaiblissant le solide et produisant de fortes concentrations de contraintes.

Herrmann (1990) parle de désordre par rapport à la structure idéale du parfait cristal. Au niveau microscopique on peut citer les défauts suivants : lacune, inclusion, dislocation, joints de grains...A une échelle où l'on peut approximer le solide par un milieu continu, le défaut apparaît comme une hétérogénéité, un pore (sphérique ou ellipsoïdal) ou une microcavité (l'allongement de la microfissure peut atteindre  $10^{-2}$  à  $10^{-4}$ ). Dans les roches, les cavités proviennent des espaces entre les sédiments ou des inclusions de fluide. Les microfissures apparaissent à la suite de clivage, au niveau des joints de grain par exemple.

En fait, un corps sous tension stocke de l'énergie sous forme d'énergie de déformation (figure 1.2.). Cette énergie n'est pas uniformément répartie dans le solide mais est concentrée au niveau de crevasses ou fissures. Inglis définit un facteur de concentration de contrainte  $K$  au niveau d'une fissure :

$$K = \frac{\text{contrainte locale}}{\text{contrainte globale appliquée au solide}} \quad (1)$$

C'est un facteur d'échelle qui précise les valeurs exactes des contraintes locales.

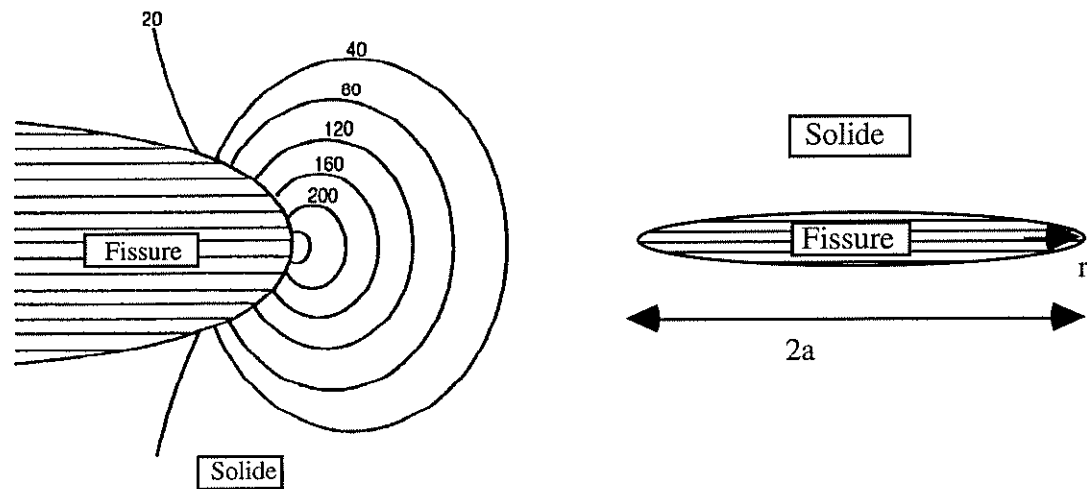


Figure 1.2. : Représentation des contraintes au voisinage de l'extrémité d'une fissure au sein d'un solide. Fissure de longueur  $2a$  et de rayon  $r$  à ses extrémités. (Rhodes 1990)

Inglis montre que pour une fissure de longueur  $2a$  et dont le rayon à l'extrémité vaut  $r$ , on a :

$$K = 1 + 2\sqrt{\frac{a}{r}} \quad (2)$$

Il y a propagation de la fissure et rupture quand ce facteur atteint une valeur limite  $K_C$ , valeur critique, intrinsèque au matériau.

Pour une fissure de cavité sphérique,  $K = 3$ . Pour une fissure de longueur  $2 \text{ mm}$  et de rayon d'extrémité de fissure de  $1 \text{ \AA}$ ,  $K = 200$ .

Cette approche permet d'expliquer l'augmentation de résistance d'un solide lorsque sa taille diminue. En effet, la longueur et la concentration de fissures sont limités par la taille.

Griffith met également en évidence, pour une contrainte globale exercée sur un corps solide, l'existence d'une longueur minimale critique où la concentration des contraintes est suffisante pour permettre la propagation de la fissure.

Par ailleurs, Herrmann (1990) souligne le fait que dans un solide réel, il y a souvent un grand nombre de fissures qui interagissent : attraction et coalescence, effet d'écran. Et pourtant, l'impression est que la fracture ne provient que d'une seule initiation. Mais, il est encore actuellement impossible, a priori, d'isoler dans un solide la fissure responsable. La compréhension du phénomène réel reste encore très incomplète.

### 1.4.1.b) Description simplifiée de la rupture

Les calculs de Griffith sont fondés sur un bilan énergétique. D'un côté, pour faire progresser une fissure d'une longueur donnée, il faut dépenser une certaine quantité d'énergie, en particulier pour créer deux nouvelles surfaces, de l'autre on dispose de l'énergie élastique ( produit d'une force par un déplacement ) qui varie pendant que la fissure progresse. Si pour une longueur donnée d'avancement de fissure, l'énergie élastique restituée est supérieure à l'énergie consommée, alors la rupture survient. Dans le cas contraire, la fissure est stable et il n'y a pas de rupture. Plus la force appliquée est élevée, plus l'énergie élastique est grande et au-delà d'un certain seuil, la rupture se produit.

La contrainte limite  $\sigma_c$  est fonction de cette énergie critique de rupture  $G_c$  intrinsèque au matériau. Dans le cas simple d'une plaque plane (mince) de grande dimension comportant un défaut de longueur  $2a$  (contrainte plane), les relations s'expriment :

$$\sigma_c = \sqrt{\frac{Y G_c}{\pi a}} \quad K_c = \sqrt{Y G_c} \quad (3)$$

avec  $\sigma_c$  la contrainte limite à la rupture [Pa],  $Y$  le module d'Young [Pa] et  $G_c$  l'énergie de rupture [J]. En effet, les deux descriptions par l'énergie de rupture ou par le facteur de contrainte  $K_c$  sont reliées.

Dans le cas de déformation plane, par exemple pour une plaque épaisse fissurée où il n'y a pas de changement d'épaisseur de l'échantillon, on a les deux relations suivantes :

$$\sigma_c = \sqrt{\frac{Y G_c}{\pi a (1 - \nu^2)}} \quad K_c = \sqrt{\frac{Y G_c}{1 - \nu^2}} \quad (4)$$

Mais dans le cas où le coefficient de Poisson est de l'ordre de 0,3 , on peut assimiler les relations en contrainte plane et en déformation plane, car alors  $\sqrt{\frac{1}{1 - \nu^2}} \approx 1$

## 1.4.2. Théorie de Hertz-Hüber

### 1.4.2.a) Expression énergétique

La théorie de Hertz (1881) est établie à la base dans le cadre de la compression uniaxiale de sphères idéales (homogènes sans fissures et élastiques) entre 2 plateaux parallèles indéformables (figure 1.3.).

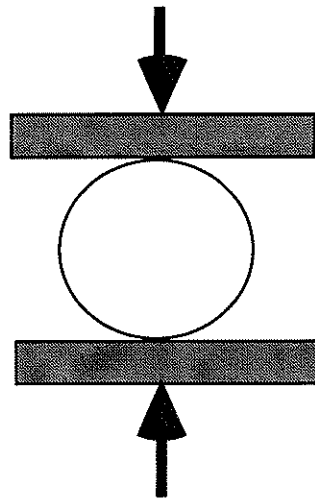


Figure 1.3. : Compression uniaxiale d'une sphère entre deux plateaux parallèles.

Un bilan de force permet de relier la déformation  $\Delta$  de la sphère à la force de compression  $F$  avec  $\nu$  coefficient de Poisson (-) et  $Y$  module d'Young (Pa) :

$$\Delta = 2 \left[ \frac{9}{16} \frac{1}{d} \left( \frac{1-\nu^2}{Y} \right) F^2 \right]^{1/3} \quad (5)$$

L'intégration donne l'énergie de déformation de la particule avec  $d$  le diamètre de la particule (m) :

$$E = 0,83 \left[ \frac{1-\nu^2}{Y} \right]^{2/3} \left( \frac{1}{d} \right)^{1/3} (F)^{5/3} \quad (6)$$

Si cette relation est appliquée à la condition limite de la fracture, c'est-à-dire sous la force  $F_c$ , avec  $\rho$  la masse volumique ( $\text{kg/m}^3$ ) :

$$\frac{E}{M} = \frac{5}{\pi \rho} \left[ \frac{1-\nu^2}{Y} \right]^{2/3} \left( \frac{F_c}{d^2} \right)^{5/3} \quad (7)$$

$E/M$  représente l'énergie par unité de masse, nécessaire pour déformer une particule de taille  $d$  jusqu'à sa rupture par l'action de la force  $F_c$ .

Deux remarques peuvent être faites à propos de cette expression. Tout d'abord, elle est valable a priori pour les matériaux qui se brisent juste après leur domaine élastique, c'est la propriété des matériaux fragiles ("brittle"). Ensuite, on observe bien un accroissement de cette énergie avec la diminution de taille de particule.

#### I.4.2.b) Application à l'étude de l'impact

Dans l'hypothèse où toute l'énergie cinétique fournie à une particule est transformée au cours de l'impact en énergie de déformation élastique jusqu'à la rupture, on obtient une expression reliant la force d'impact et la vitesse d'impact  $V_s$ .

$$F = d^2 \left( \frac{\pi \rho}{5} \right)^{3/5} \left[ \frac{Y}{1 - \nu^2} \right]^{2/5} V_s^{6/5} \quad (8)$$

Dans ce cas, on fait abstraction de toute déformation plastique et de toute autre dégradation énergétique. On comprend ici la restriction de ce modèle pour l'étude de l'impact. On verra dans la suite les validations, les améliorations et les limites de ces relations.

#### I.4.3. Rupture de divers matériaux communs

Après une approche théorique du phénomène de la rupture grâce aux théories de Griffith et de Hertz, quelques éléments de compréhension de la fracture de trois grandes catégories de matériaux : le verre (matériaux type fragile), les minéraux et les polymères sont donnés en annexe 2.

#### I.4.4. Analyse de l'événement de broyage

Rumpf (1973) décrit les échanges énergétiques dans une usine de broyage type dans la figure I.4. Pour obtenir un produit possédant des caractéristiques données, il faut fournir une grande quantité d'énergie mécanique et de chaleur, dont une grande partie n'est pas utilisée pour le broyage proprement dit.

Mais même si l'on considère maintenant un événement d'apparence simple, l'impact d'une particule sur une cible, il existe, comme nous allons essayer de le voir, un réseau complexe et interconnecté d'échanges énergétiques.

Soit une particule qui se déplace à une certaine vitesse initiale  $V_s$  vers une cible immobile dans un fluide immobile. Le solide possède alors une énergie cinétique qui peut être déterminée très exactement par les techniques vélocimétriques actuelles. Entre le moment où la vitesse est mesurée et le moment où la particule atteint la cible, une dégradation de l'énergie apparaît. D'une part, le solide en interaction avec le fluide environnant voit sa vitesse freinée à cause des frottements. D'autre part, les frottements occasionnent un échauffement de la surface de la particule.

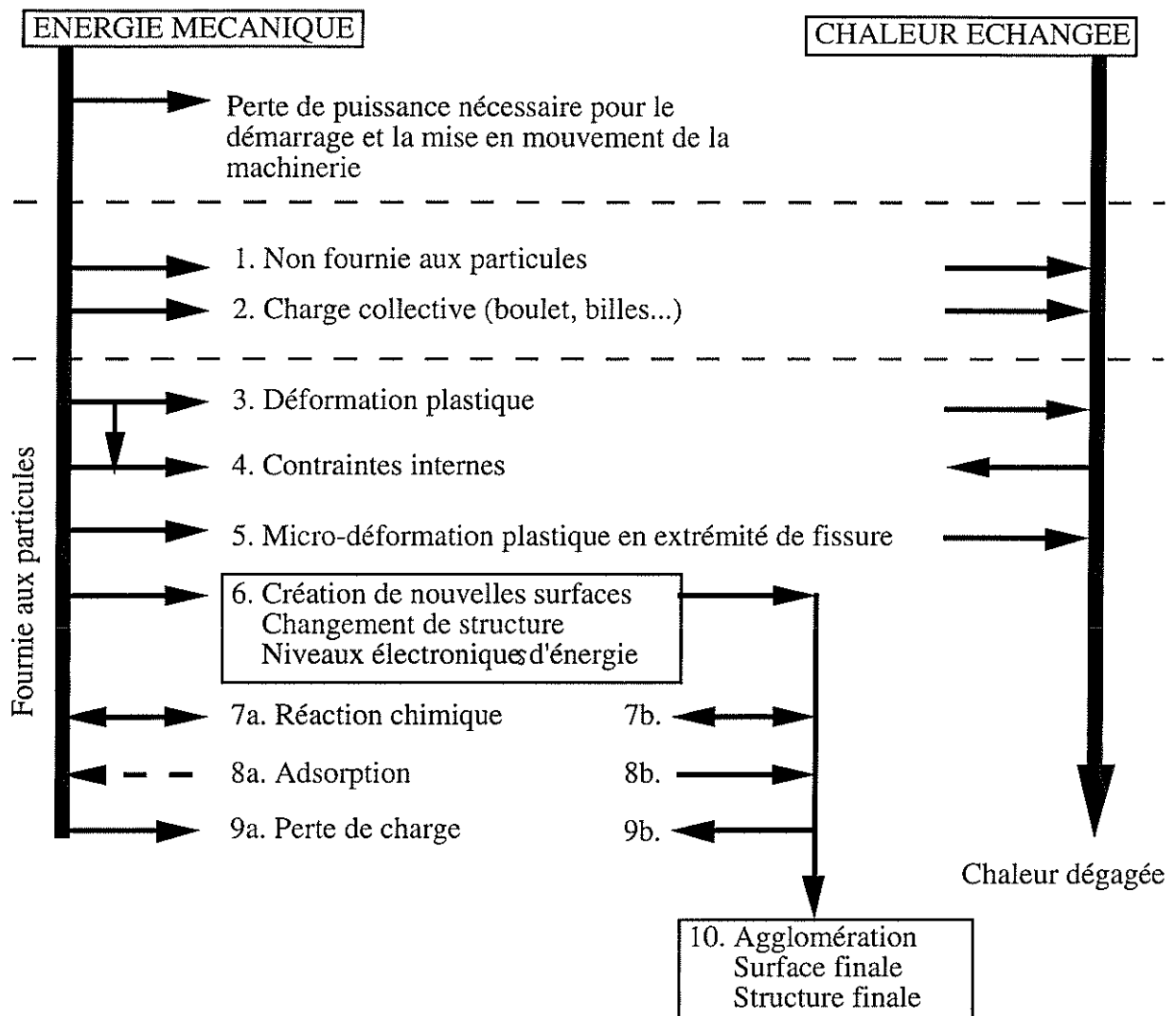


Figure 1.4. : Flux d'énergie et de génération de nouvelles surfaces dans une unité de comminution (d'après Rumpf 1973)

En ce qui concerne le freinage du solide, un bilan de force simplifié effectué par Soo (1989) permet d'estimer rapidement le temps de relaxation  $tr_1$  pour l'échange de quantité de mouvement entre le solide et le fluide environnant. Il a pour expression :

$$tr_1 = \frac{3}{4} C_d \frac{\rho_f}{\rho_p} \frac{1}{d_p} \Delta V_{sf} \quad (9)$$

avec  $\Delta V_{sf}$ , la différence de vitesse fluide-solide. On peut donc à partir de cette valeur savoir si pendant la période précédant l'impact, le solide a le temps de décélérer. En effet,  $tr_1$  représente le temps nécessaire pour que  $\Delta V_{sf}(t=tr_1) / \Delta V_{sf}(t=0) = 0,4$ .

En ce qui concerne l'échauffement, un bilan thermodynamique simplifié (conditions



isentropiques) permet d'estimer la température d'arrêt du fluide. Le tableau ci-dessous regroupe les applications numériques pour de l'air et de l'hélium.

Vitesse relative fluide- solide $\Delta V_{sf}$ (m/s)	$\Delta T$ pour de l'air (°C)	$\Delta T$ pour de l'hélium (°C)
50	1,2	0,2
300	45	6
500	125	17

Tableau 1.2. : Echauffement théorique dû au frottement

On se rend compte que la différence de température  $\Delta T$  n'est pas toujours négligeable. Mais il faut bien distinguer deux aspects. Premièrement, l'élévation de température est celle du fluide. Le transfert de chaleur entre le fluide et le solide se fera avec une certaine rapidité dépendant du couple solide-fluide. Deuxièmement, le solide n'a pas toujours le temps d'atteindre cette température avant d'atteindre la cible. Soo (1989) propose une approche simplifiée pour estimer le temps nécessaire au transfert de chaleur à la particule. Le temps de relaxation du transfert de chaleur convectif est :

$$tr_2 = 6 \frac{Nu k_f}{\rho_p C_{p_p} d_p^2} \quad (10)$$

$tr_2$  représente le temps pour que la différence de température solide-fluide atteigne 0,4 fois la différence de température solide-fluide initiale.

Considérons maintenant le moment où la particule atteint la cible. Elle a alors la vitesse  $V_{s'}$  et la température  $T'$ . Les deux corps commencent d'abord à se déformer élastiquement, et le réseau de contrainte s'installe très vite. En fonction des propriétés des deux objets, il peut y avoir également déformation plastique et échange de chaleur. L'énergie cinétique se transforme donc en déformation et en échauffement de la particule et de la cible. Mais elle sert également à créer des fissures et à en propager des préexistantes.

L'apport énergétique est généralement supérieur à ce qui est nécessaire à la fragmentation. Une partie de cet excédent est dissipée à la vitesse du son dans le matériau. Quand d'autres fissures la reçoivent, elles peuvent se propager à leur tour, mais à une vitesse inférieure à celle du son. Donc, des fissurations multiples sont possibles avant que la première fissure ne conduise à la rupture du solide. Pour les matériaux fragiles, ce phénomène est courant. Pour les matériaux ductiles, l'énergie est surtout utilisée pour déformer le solide. Ainsi en extrémité de fissure, le matériau accepte de se déformer et agrandit la fissure en diminuant la concentration des contraintes.

La phase de déformation d'une particule parfaitement élastique s'étudie assez facilement. A la fin de cette phase, sa vitesse est nulle et la contrainte est maximale. Un calcul simple reposant sur la conservation de la quantité de mouvement permet de calculer le temps nécessaire pour arriver à ce stade,  $t_{de}$ .

Dans le cas d'une sphère arrivant sur une cible, en ne considérant ni friction, ni rotation, ni vibration, Timoshenko (1987) aboutit à l'expression (9).

$$t_{de} \equiv \frac{2,94}{V_p} \left[ \frac{5}{4} \frac{M_p V_p^2}{\sqrt{\frac{8}{9 \pi^2} \frac{d_p}{k_p^2}}} \right]^{\frac{2}{5}} \quad (11)$$

avec  $k_p = \frac{1 - \nu_p^2}{Y_p}$  et un module d'Young de cible  $Y_{cible}$  très fortement supérieur à celui de la particule  $Y_p$ .

Le tableau 1.3. donne le temps caractéristique pour différents types de solide. Ce temps donne une indication du temps d'impact.

Solide	Taille ( $\mu\text{m}$ )	$V_p$ (m/s)	$t_{de}$ ( $\mu\text{s}$ )
Billes de verre	100	200	2
PMMA	173	200	10

Tableau 1.3. : Temps de déformation élastique  $t_{de}$

Il est intéressant à ce stade de faire un commentaire sur les différentes échelles de temps. Les temps d'impacts sont très grands par rapport au temps d'établissement des contraintes, mais parfois du même ordre ou plus petits que le temps d'échange de chaleur. Ainsi, dans ce dernier cas, l'échauffement reste localisé.

Dans la littérature, on trouve des estimations de l'échauffement dû à la propagation des fissures. Elles sont basées sur la résolution de l'équation de conduction pour une source de chaleur en mouvement. Mais, il faut noter que l'augmentation de température en extrémité de fissure est fonction de la vitesse de propagation de cette fissure. Plus elle se propage rapidement, plus l'échauffement sera important (Weichert 1974, 1989).

L'équipe de Swallowe et al. (1986) calculent pour des matériaux polymériques qui subissent une fracture catastrophique, une estimation du temps d'échauffement. Si la déformation et la

propagation des fissures prennent de 100 à 400  $\mu\text{s}$ , le solide peut atteindre de 500 à 700°C dans la zone de fissuration en seulement 30 à 50  $\mu\text{s}$ .

Fuller et al. (1975) étudient du PMMA et observent dans le cas où les fissures se propagent entre 200 et 650 m/s un échauffement de 500°C.

Weichert et al. (1978) analysent le spectre de radiation thermique émise au cours de la fracture du verre. Ils déterminent alors la température d'un impact à 170 m/s pour des particules de verre de 200 mg : 2500 à 3000 K. La température pour du quartz atteint les 4000 K.

Enfin, après que la particule ait atteint le maximum de sa contrainte de déformation, qu'il y ait eu fissuration ou non, il peut y avoir libération d'énergie contenue dans la particule (image du ressort qui peut se détendre). Ensuite, s'il n'y a pas fracture, une partie de l'énergie cinétique initiale est utilisée en énergie de rebond. S'il y a fracture, il y a un effet combiné de rebond et de transmission d'énergie cinétique aux fragments. Cette quantité d'énergie n'est pas toujours négligeable et elle peut participer à l'apparition de fragmentations secondaires.

## II. LES TESTS DE BROYAGE

### II.1. Introduction

L'analyse d'un procédé de réduction de taille révèle trois facteurs essentiels à la compréhension du phénomène :

- le mouvement des particules dans le volume de broyage (interaction entre les particules) ;
- les caractéristiques de l'application des contraintes (mode d'application, typologie d'impact...) ;
- le comportement du matériau (déformations élastique, plastique, résistance...).

Ces trois facteurs sont liés d'une manière très complexe, c'est pourquoi on ne peut jamais a priori, transposer les résultats d'un type de broyeur à un autre (Schönert 1995).

Un des points essentiels à élucider est le comportement du matériau face au broyage. Rigoureusement, il faut évaluer non seulement le comportement sous contrainte d'une particule isolée, mais aussi d'un lit de particules. Il faut déterminer la résistance, l'énergie de broyage, la probabilité de broyage, la création de nouvelles surfaces... qui dépendent du matériau, de sa taille, sans oublier le mode et la rapidité d'application des contraintes (Yashima et al. 1987a). En outre, cette information complexe ne peut pas être obtenue facilement à partir d'expériences sur installation expérimentale, car on obtient souvent le reflet combiné du matériau et des performances du broyeur.

On voit donc ici la nécessité d'élaborer un test de broyage qui reproduise des situations d'application de contraintes bien contrôlées.

Le rappel bibliographique qui suit s'attache à donner un bref aperçu des différents tests qui ont été développés dans le passé. D'abord, une brève présentation globale des tests de compression, y est donnée. Ensuite, une étude plus ciblée sur l'impact permet de mieux situer le contexte des broyeurs à jet d'air et notre travail. On y trouve finalement la justification de la mise au point d'un test élémentaire d'impact sur cible, capable d'étudier et de caractériser le comportement de tout solide dans une gamme étendue de taille et d'énergie.

### II.2. Classification des tests de broyage

Prasher (1987) propose une classification complète des tests sur particules "isolées" (tableaux 1.1. et 1.2.). Il distingue les tests "lents" pour lesquels l'échelle de temps est de l'ordre de 1 à 10 secondes, des tests "rapides" qui ont des temps d'application des contraintes de 10 ms à la  $\mu$ s. Les machines de compression se rattachent à la première catégorie. Les installations d'impact "pendulaire", de chute de particule, de tir de particule ou

ou de chute de poids sur particule se classent dans la seconde. En outre, il faut préciser le nombre de points de contact ou encore si le test s'applique à une seule ou à plusieurs particules isolées ou non ( voir figure 1.5.).

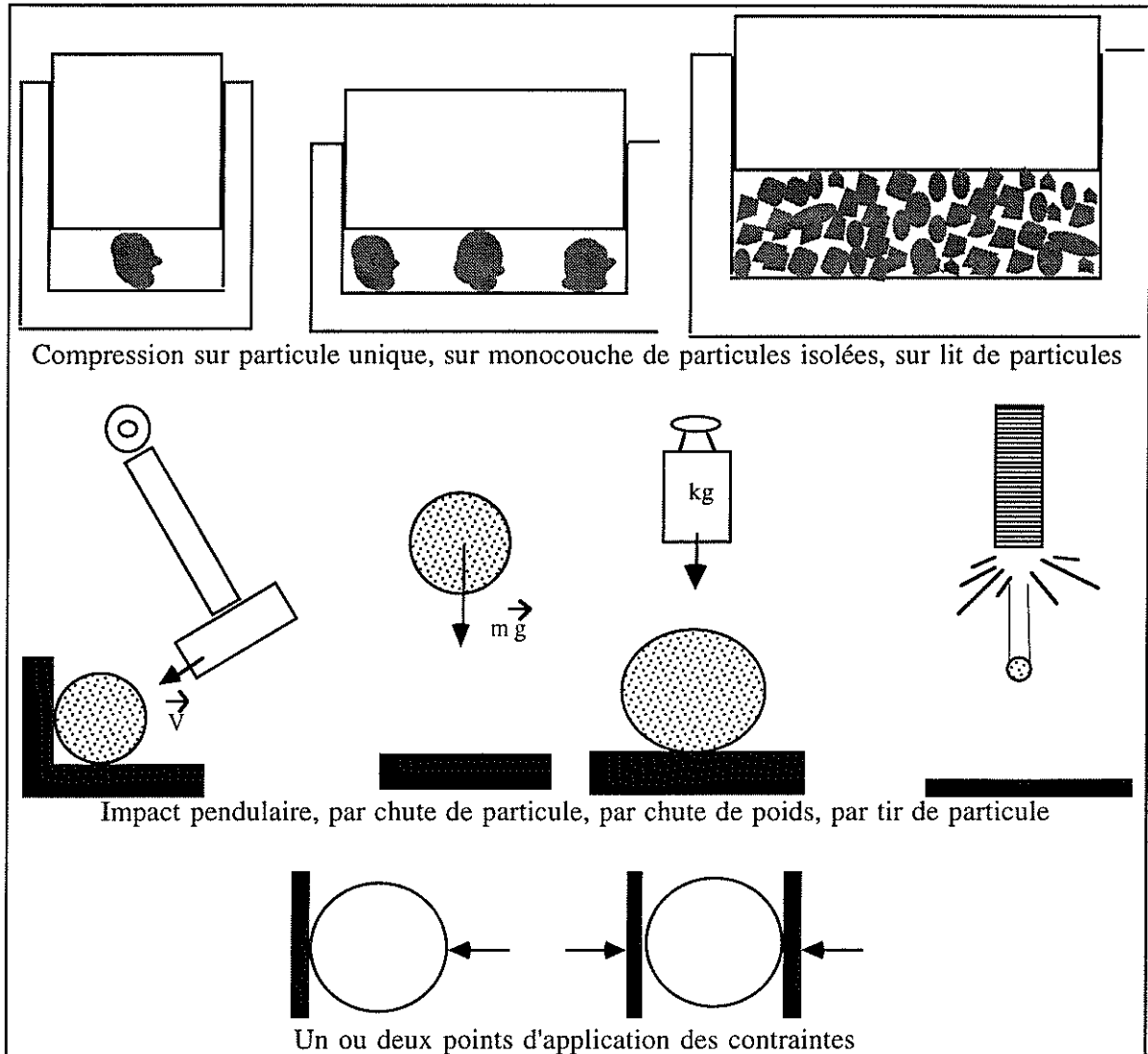


Figure 1.5. : Classification des tests sur particules

Par ailleurs, on peut classer les tests en fonction du paramètre contrôlé. Est-ce la force, le déplacement ou l'énergie que l'on maîtrise ? (voir figure 1.6.)

En plus des tests sur particules isolées, il faut citer les tests sur lit de particules, dans des broyeurs "standardisés" et les tests plus spécifiques d'attrition (tests en lit fluidisé , cyclone etc.). Une liste non exhaustive sera faite dans la suite du chapitre.

Auteurs	Matériaux étudiés	Test	Finesse
Axelsson et al. (1950)	Cristaux de quartz	Sur particule unique	Surface BET
Carey et al. (1953)	Particules irrégulières de charbon et quartz	Sur monocouche de particules isolées	Module *
Bergstrom et al. (1961)	Billes de verre, quartz et saphire	Sur particule unique	Module *
Bergstrom (1965)	Billes de verre, quartz, saphire et silex	Sur particule unique	Module *
Rumpf (1965)	Sphères et particules irrégulières de verre, quartz, calcaire et clinker de ciment	Sur particule unique et sur monocouche de particules isolées	Surface **
Bown (1966)	Particules irrégulières de charbon	Sur monocouche de particules isolées	Module *
Schönert (1972)	Particules irrégulières de calcaire et quartz	Sur monocouche de particules isolées	Surface **
Baumgardt et al. (1973)	Sphères de verre et clinker de ciment	Sur particule unique	Surface ***
Rumpf (1973)	Particules irrégulières et sphères de verre, quartz, calcaire, sucre, clinker de ciment	Sur particule unique et sur monocouche de particules isolées	Surface **
Baumgardt et al. (1976)	Billes de verre	Sur particule unique	Surface ***

Tableau 1.4. : Travaux recensés par Prasher (1987) sur les tests de compression

\* : module de la distribution de Gaudin-Schuhmann

\*\* : surface déterminée par la distribution granulométrique quand taille > 40 µm et par photosédimentation quand < 40 µm

\*\*\* : surface déterminée par la distribution granulométrique

Auteurs	Matériaux étudiés	Test	Finesse
Rumpf (1965)	Sphères et grains de verre, quartz, calcaire, clinker de ciment	Chute d'un poids sur particule unique (1)	Surface **
Behrens (1965)	Sphères et grains de verre, quartz, calcaire, pyrite	Chute d'un poids sur particule unique (2)	Surface **
Hilding (1969)	Sphères et grains de verre, quartz, calcaire, clinker de ciment	Chute d'un poids sur particule unique (1)	Surface **
Tschorbadjski (1969)	Grains de charbon brun	Tir de particule sur cible (1)	Surface
Lenkewitz (1970)	Grains de charbon	Tir de particule sur cible (1)	Surface
Schönert (1972)	Sphères et grains de verre, quartz, calcaire	Air comprimé (2), Chute d'un poids sur particule unique (1)	Surface **
Baumgardt et al. (1973) -(1976)	Sphères de verre et clinker de ciment	Air comprimé (2), Chute d'un poids sur particule unique (1), Chute libre (1)	Surface ***
Rumpf (1973)	Sphères et grains de verre, quartz, calcaire, clinker de ciment	Chute d'un poids sur particule unique (1), Chute libre (1)	Surface **
Rose (1974)	Sphères de clinker de ciment	Chute d'un poids sur particule unique (1)	Surface
Smith (1979)	Grains de charbon et de clinker de ciment	Chute libre (1)	Surface ***
Kerlin (1979)	Grains de charbon	Tir de particule sur cible (1)	Intégration****
Barnard (1983)	Grains de charbon brun et bitumeux	Chute libre, monocouche (1)	Surface ***

Tableau 1.5. : Travaux recensés par Prasher (1987) sur les tests d'impact  
 \*\* : surface déterminée par la distribution granulométrique quand taille > 40 µm et par photosédimentation quand < 40 µm  
 \*\*\* : surface déterminée par la distribution granulométrique  
 \*\*\*\* : intégration de la distribution de taille  
 Entre parenthèses : nombre de points de contact

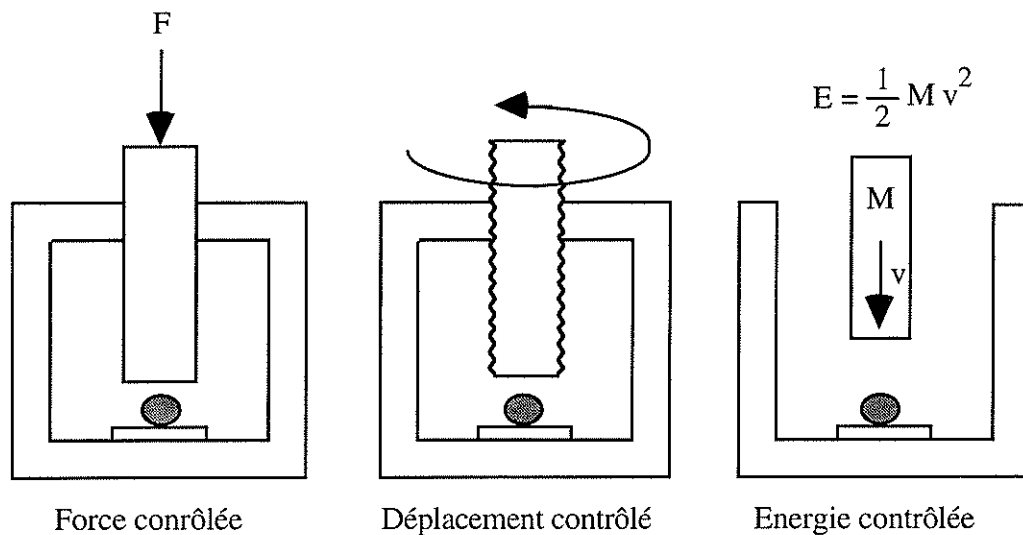


Figure 1.6. : Modes de procédure de mise sous contrainte

### II.3. Compression de particules isolées

Un grand nombre de chercheurs se sont intéressés à l'élaboration de tests de broyage en compression lente (voir tableau 1.4.). Mais il est souvent difficile de comparer les nombreuses approches tant les matériaux utilisés, les mesures de la finesse et les procédures expérimentales sont différents.

D'une manière générale, on peut tirer de ces tests des lois du type Energie = f ( finesse ). Ces équations expriment le fait bien connu qu'il est plus facile de briser des grosses que des petites particules. Notons que dans le cas où la finesse est obtenue à partir du module de la distribution de Gaudin-Schuhmann, la méthodologie est restreinte aux solides qui satisfont à cette loi. Par ailleurs, Bergstrom et al. (1961, d'après Prasher 1987) font ressortir un point important de ce type de technique par compression. On doit s'attendre à ce que les fragments issus du broyage primaire possèdent une énergie cinétique non négligeable. Donc des broyages secondaires difficilement quantifiables sont à prévoir. Finalement, les résultats des tests sur monocouche de particules isolées ne sont pas toujours cohérents avec ceux sur particule unique. Il semblerait que la deuxième procédure soit plus fiable du fait que l'état initial des particules y soit plus maîtrisé.

En conclusion, on peut reprocher à ces tests le manque de contrôle de la fragmentation (broyages secondaires), la lenteur d'exécution (analyse particule par particule) et surtout la limitation de taille des particules. Ce dernier point est intimement lié à la procédure car on doit pouvoir recueillir les fragments des particules testées.



## II.4. Tests de broyage par impact

Ce paragraphe a pour but de présenter brièvement les connaissances actuelles du broyage par impact de particules solides. Tout d'abord, le tableau 1.5. donne un aperçu global des équipes ayant travaillé sur l'impact jusqu'en 1987. Ensuite, d'autres travaux sont abordés. Ils sont scindés en deux approches.

Le premier groupe d'auteurs (paragraphe II.4.1.) s'attache à l'étude de l'impact de particules uniques d'un niveau fondamental du mécanisme de la fracture : théorie de la compression uniaxiale de Hertz , modèle pour les matériaux fragiles, modèle cinétique, influence de la forme et du procédé de fabrication du matériau, probabilité de broyage.

Une approche plus empirique d'étude de jets diphasiques est envisagée par le deuxième groupe (paragraphe II.4.2.) : influence des paramètres opératoires sur les caractéristiques du solide avant et après impact, typologie de l'impact, influence de la taille des particules, impacts répétés. Il est à noter que dans le premier cas, les particules généralement utilisées sont de l'ordre du millimètre voire du centimètre, alors que dans le second, les particules sont toujours plus petites.

Tout au long des prochains paragraphes, on fera ressortir les points forts et les faiblesses de chaque installation. C'est de cette analyse que se sont dégagées les orientations qui nous ont finalement permis de mettre au point une installation et une méthodologie d'étude de l'impact de particules.

### II.4.1. Etude de l'impact d'une particule unique

Yashima et al. (1987b) ont étudié de façon analytique la compression uniaxiale de sphères en utilisant l'équation de Hertz. Ils utilisent une expression de l'énergie de réduction de taille  $E$  qui fait intervenir un nouveau paramètre par rapport à l'équation initiale de Hertz : le coefficient  $m_w$  d'uniformité de Weibull apparaît dans la relation qui lie  $\sigma_c$ , la résistance à la limite de l'élasticité au volume  $V$  de la particule, avec  $\lambda_1 =$  constante.

$$\sigma_c = \lambda_1 V^{-1/m_w} = (\sigma_{c0} V_0^{1/m_w}) V^{-1/m_w} \quad (12)$$

Pour une particule de diamètre  $d$ , de coefficient de Poisson  $\nu$  et de module d'Young  $Y$  :

$$E = 0,15(6)^{5/3m_w} (\pi)^{(5m_w - 5)/3m_w} \left[ \frac{1 - \nu^2}{Y} \right]^{2/3} (\lambda_1)^{5/3} (d)^{(3m_w - 5)/m_w} \quad (13)$$

$$E = \lambda_2 (d)^{(3m_w - 5)/m_w} \quad (14)$$

Soit par unité de masse, si  $\rho$  est la masse volumique du matériau ( $\text{kg/m}^3$ ) :

$$\frac{E}{M} = \frac{6 \lambda_2}{\pi \rho} (d)^{-5/m_w} \quad (15)$$

$$\frac{E}{M} = \lambda_3 (d)^{-5/m_w} \quad (16)$$

Il est à noter qu'implicitement, pour obtenir cette relation, on admet que dans le solide, il y a une densité de défauts (voir théorie de Griffith) telle qu'elle permet la fragmentation à partir de la zone de contrainte maximale. C'est-à-dire qu'on s'approche du cas idéal du matériau dont le domaine élastique est immédiatement suivi de la rupture.

Cette relation est comparée avec des résultats expérimentaux de compression, pour des matériaux dans la gamme de taille de 0,5 à 3 cm. Ces particules doivent nécessairement avoir ces grandes tailles pour pouvoir être testées en compression.

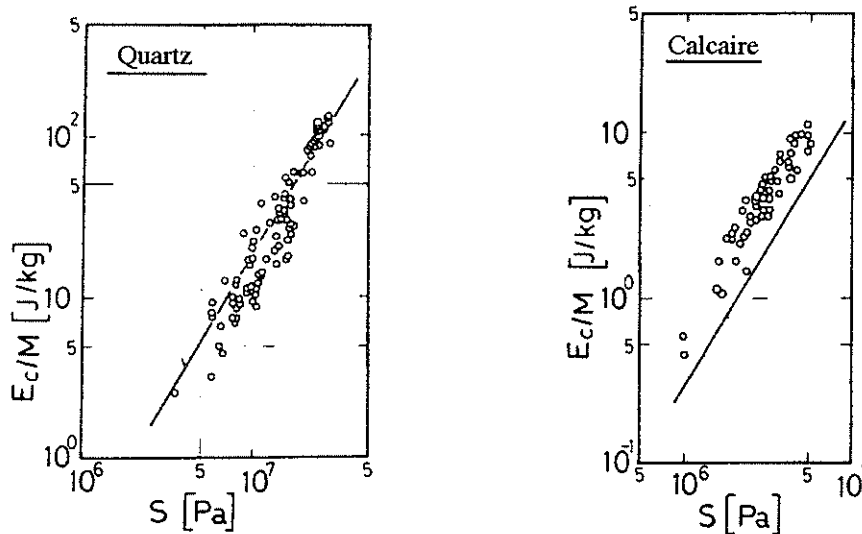


Figure 1.7. : Résultats de Yashima et al. (1987b) reliant l'énergie cinétique massique à la contrainte  $S$  à la limite de l'élasticité (relation (12))

Comme le montrent les graphes de la figure 1.7., pour des particules "élastiques" (quartz, verre, feldspar),  $E$  est sensiblement égal à l'énergie calculée par l'aire du graphe contrainte-déformation. Par contre, pour les particules de calcaire, de marbre ou de gypse, les valeurs de  $E$  sont plus faibles que les résultats expérimentaux. Dans ce cas, on suppose qu'une partie de l'énergie est dissipée sous forme de déformations plastiques.

D'autre part avec l'hypothèse que toute l'énergie cinétique est convertie en énergie de fragmentation, l'équipe de Yashima détermine la vitesse minimale de fracture  $U_c$  :

$$\frac{E}{M} = \frac{E_c}{M} = \frac{1}{2} U_c^2 \quad (17)$$

La figure 1.8. ci-dessous montre la variation de cette vitesse en fonction de la taille de particules de verre, de quartz et de marbre.

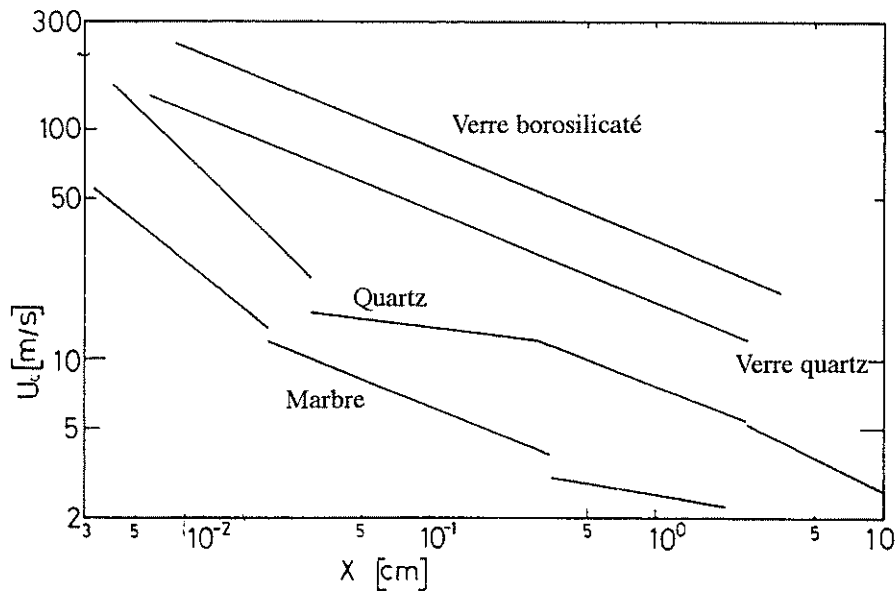


Figure 1.8. : Graphe donnant la vitesse théorique  $U_c$  (relation(17)) pour laquelle la fragmentation survient , en fonction de la taille de particules. Yashima et al. (1987b)

Cette vitesse varie de 13 à 225 m/s pour les matériaux utilisés ayant une taille de 100  $\mu\text{m}$  (tableau 1.6.).

Matériaux (100 $\mu\text{m}$ )	Vitesse $U_c$ (m/s)
Verre quartz	114
Verre borosilicate	225
Quartz	66
Feldspar	49
CaCO <sub>3</sub>	23
Marbre	22
Gypse	13

Tableau 1.6. : Vitesses minimales théoriques de fracture (relation (15))

Cleaver et al. (1993) quant à eux mettent en oeuvre un modèle décrivant le mécanisme de rupture des saillants (“chipping” ou “écaillage”) pour les matériaux “fragiles” (“brittle”). Ils relient la finesse de fragmentation  $\zeta$  aux caractéristiques dynamiques de l’impact et mécaniques du solide. La fraction massique de la particule perdue (obtenue par criblage) au cours d’un impact est donnée par la relation suivante :

$$\zeta = C \frac{\rho_s H_v V_s^2 d}{K_c^2} = C' V_s^2 \quad (18)$$

Avec les caractéristiques de la particule  $\rho_s$ ,  $H_v$ ,  $V_s$ ,  $d$ ,  $K_c$  qui sont respectivement la masse volumique, la dureté Vickers, la vitesse d'impact, le diamètre de la particule et le facteur d'intensité des contraintes critique.  $C$  (respectivement  $C'$ ) est une constante qui dépend des conditions opératoires (respectivement de  $C$  et du matériau).

Le modèle met en évidence l'influence du carré de la vitesse incidente de la particule, ainsi que la proportionnalité envers le diamètre de la particule.

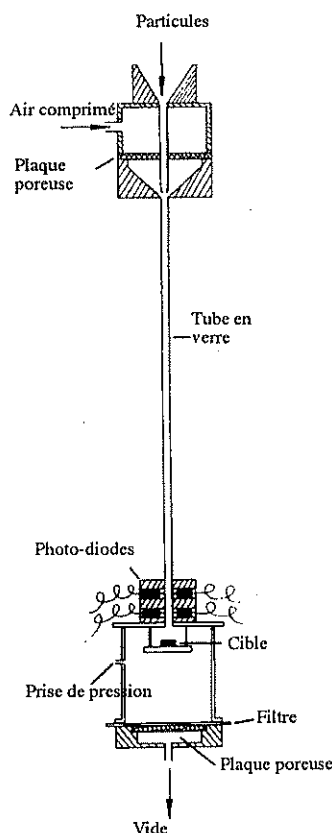


Figure 1.9. : Unité expérimentale de l'équipe Cleaver, Ghadiri et Rolfe (1993)

Un schéma de l'unité expérimentale utilisée par l'équipe de Cleaver pour vérifier leur modèle est sur la figure 1.9. Il s'agit d'un broyeur à jet où les particules sont accélérées (une à la fois) par un système d'entraînement par aspiration. La vitesse d'impact est déterminée juste avant une cible grâce à des photodiodes. Les auteurs ont étudié les variations de la finesse de fragmentation pour du carbonate de sodium monohydraté en fonction du diamètre des particules (taille variable de 350 à 710  $\mu\text{m}$ ) et en fonction du nombre d'impacts sur une cible.

La vitesse d'impact est limitée à une valeur inférieure à 20 m/s pour se situer dans le domaine "semi-brittle" d'après la terminologie des auteurs. Des résultats préliminaires concernent l'orientation des cristaux au moment de l'impact. Si le solide frappe la cible à plat sur une surface plane, il ne commence à se briser qu'à partir d'une vitesse seuil. En contrepartie, il y a toujours de la fragmentation si un saillant du cristal se présente en premier sur la cible.

Ils observent aussi que, quelle que soit la taille des particules initiales, il y a après trois impacts successifs une stagnation de la finesse à une valeur limite. Ce résultat est maintes fois rencontré dans la littérature.

Par ailleurs, à une vitesse donnée,  $\zeta$  augmente avec le diamètre des particules. La figure 1.10. donne les résultats d'impact de cubes de  $\text{NaCO}_3$  à 10 m/s. On y observe le pourcentage de fines recueillies sur le tamis dont la taille est juste inférieure à la taille des particules initiales. De même pour les deux tamis inférieurs. La linéarité entre le taux de fines et la taille des particules initiale est montrée. En outre, ils obtiennent par extrapolation un diamètre critique en dessous duquel la fragmentation n'est pas observée.

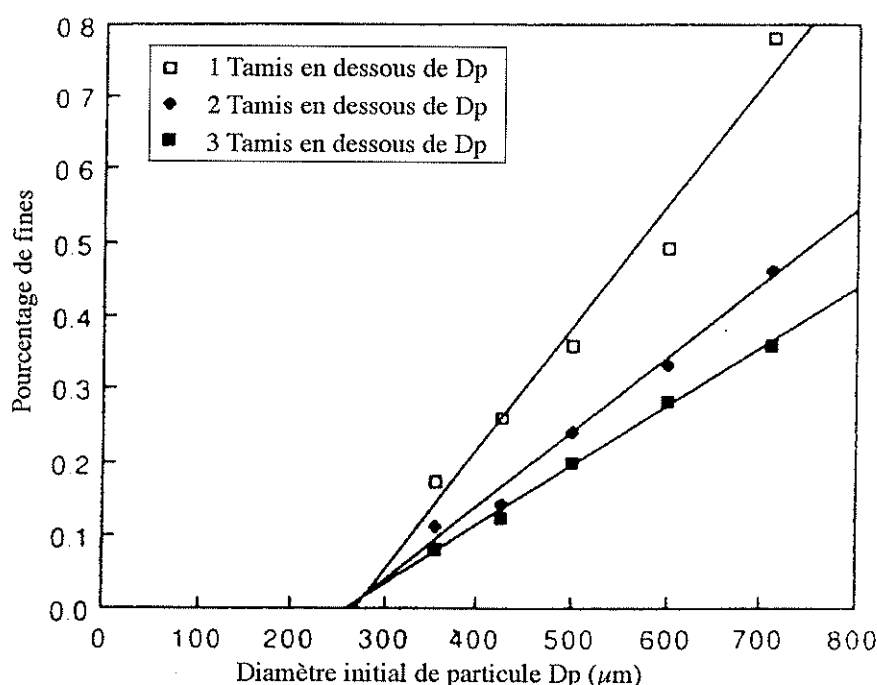


Figure 1.10. : Pourcentage de fines recueillies à 1, 2 et 3 tamis inférieurs à la taille initiale des particules de  $\text{NaCO}_3$ . Impact à 10 m/s. (Cleaver et al. (1993))

L'approche de Vervoorn et al. (1990) s'appuie sur la correspondance entre "étape de broyage" et "temps de broyage" pour expliciter un modèle cinétique du premier ordre pour le mécanisme de fragmentation par impacts successifs. Dans cette optique, c'est le nombre d'étapes, c'est-à-dire le nombre d'impacts répétés qui intervient.

La fraction de particules de taille "1" intacte après N impacts s'écrit :

$$\frac{M1(N)}{M1(0)} = \exp(-k_1 N) \quad (19)$$

où  $k_1$  est équivalent à un taux de fragmentation spécifique "par impact".

Dans le but de valider leur modèle, ils projettent des cylindres d'alumine de 3 mm à l'aide d'un canon pneumatique sur une cible munie d'un capteur de force .

Dans le domaine de faible vitesse, entre 10,5 et 24 m/s les résultats montrent que  $k_1$  est une fonction de la vitesse d'incidence (figure 1.11.) :

$$k_1 = \alpha_1 V_s^{4,35} \quad (20)$$

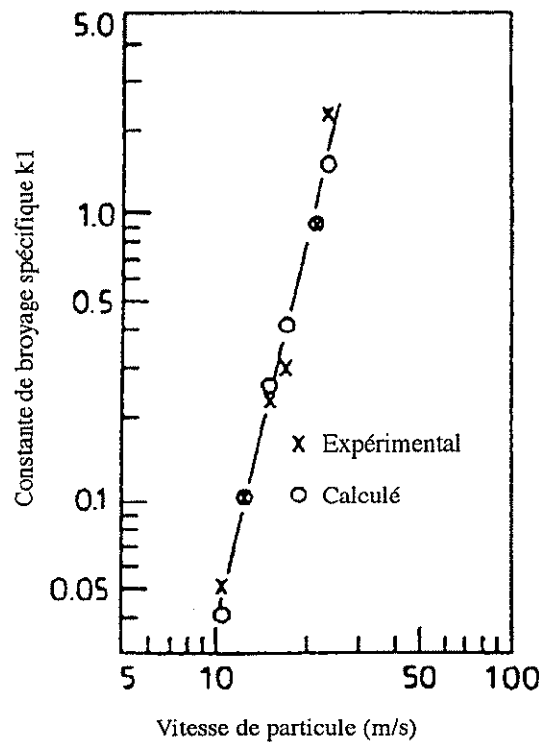


Figure 1.11. : Variation du taux de fragmentation spécifique  $k$  avec la vitesse des particules. D'après Vervoorn et al. (1990)

L'équipe s'intéresse également à l'évolution de la force d'impact en fonction de la vitesse incidente. Tout d'abord, ils mettent en évidence le fait que toutes les particules ne subissent pas la même force d'impact maximale du fait des différentes orientations des cylindres au moment de l'impact (figure 1.12.).

Alors, ils déterminent une force médiane  $Y_{50}$ , la valeur de la force à 50% de la distribution cumulée en nombre. L'étude montre sa dépendance vis-à-vis de la vitesse incidente des particules  $V_s$  (figure 1.13. et relation(21)).

$$Y_{50} = \alpha_2 V_s^{6/5} \quad (21)$$

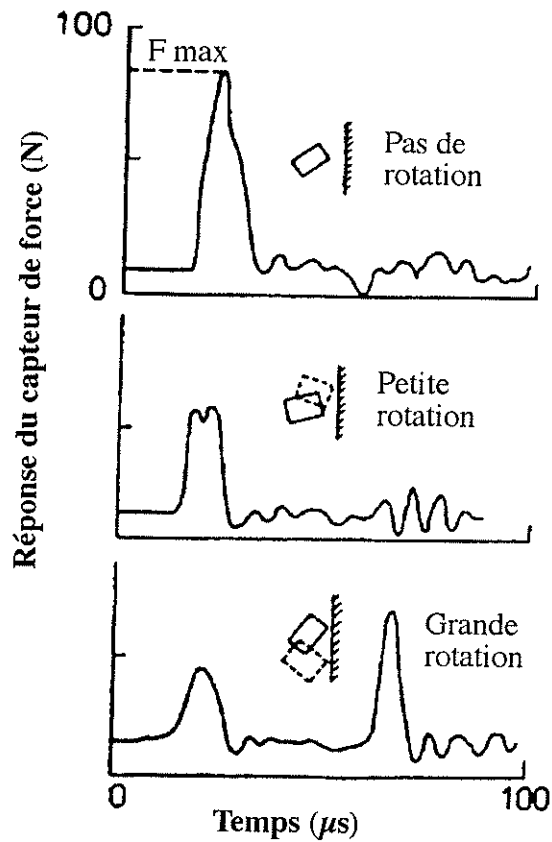


Figure 1.12. : Evolution de la force d'impact selon l'orientation des cylindres d'alumine sur la cible. Vervoorn et al (1990)

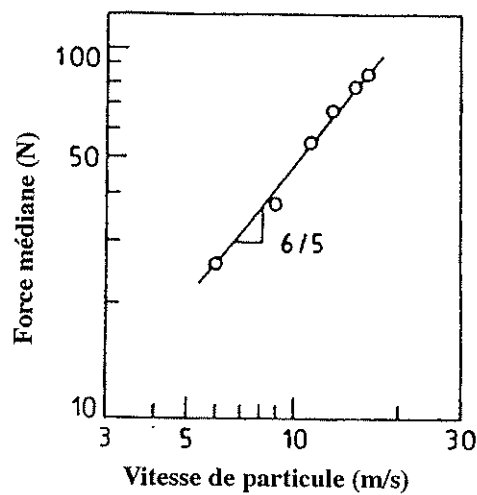


Figure 1.13. : Relation entre la force médiane  $Y_{50}$  et la vitesse d'impact du solide  $V_s$ . Vervoorn et al (1990)

Il est à signaler que l'exposant  $6/5$  est tout à fait en accord avec la relation de Hertz (voir relation (6)). Ce résultat donne une justification de l'emploi de la relation de Hertz, initialement obtenue pour la compression uniaxiale, dans le cas de l'impact.

Parmi les autres équipes qui utilisent un canon à gaz comprimé, on peut citer l'équipe Shockey et al. (1974). Ces auteurs décrivent un modèle pour prédire la distribution de taille des fragments qui intègre 4 étapes de fragmentation indépendantes : l'activation de défauts pré-existants, la propagation des fissures, la coalescence des fissures et la formation des fragments.

Hutchings et al. (1975) décrit un appareillage à gaz comprimé facile à mettre en oeuvre et bon marché, et pourtant capable d'accélérer des particules (cylindre) jusqu'à 600 m/s (avec de l'hélium ou de l'azote).

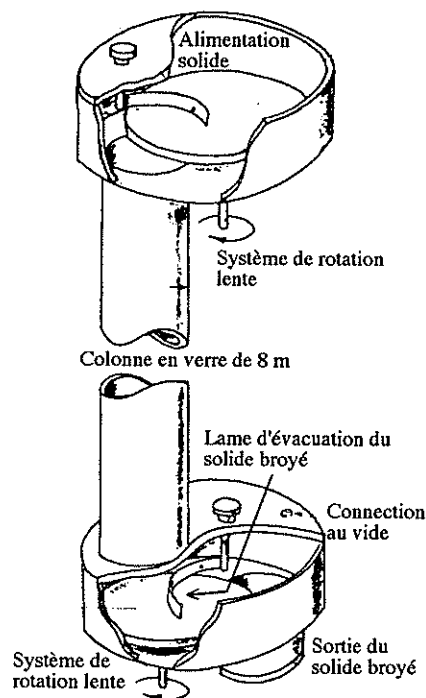


Figure 1.14. : Installation de Marshall et al. (1971)

L'installation développée par Marshall et al. (1971) permet d'impacter sur cible en acier des particules en chute libre dans une colonne de 8 m de haut et de 75 mm de diamètre (figure 1.14.). La chute se fait à la pression atmosphérique ou sous un vide de 0,1 Pa ( $10^{-3}$  Torr). Les solides impactés sont des morceaux de sucre de l'ordre du gramme, des billes de verre de 6 mm, des blocs de verre de 5,7 à 6,2 mm et du ciment (cylindre de hauteur égale au diamètre de 19 mm ou cube de 19 mm).



L'étude du verre révèle l'influence de la forme et du procédé de fabrication des billes. Les billes sont en fait obtenues à partir de la fusion de la matière brute qui se présente sous la forme de blocs de verre. Au cours de cette étape, des gouttelettes se forment et adoptent la configuration sphérique. Mais elles éliminent également un certain nombre de fissures présentes dans le matériau primaire. En effet, Krogh observe une fragilité beaucoup plus importante pour le matériau brut de forme quelconque que pour les billes de verre.

L'étude du ciment aboutit à la conclusion que les cylindres sont plus résistants que les cubes. Ce n'est pas étonnant, car les arêtes des cubes sont a priori des fragilités de la structure.

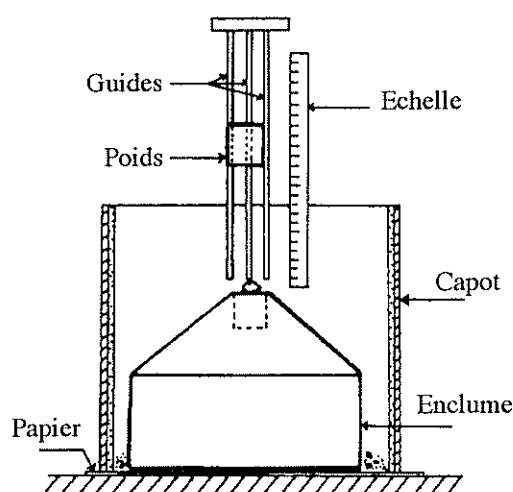


Figure 1.15. : Expérience de chute de poids sur particule de Krogh (1980)

Krogh (1980) définit les trois fonctions caractéristiques de tout procédé de comminution :

- la fonction probabilité de broyage, donnant la distribution de résistance (pourcentage de particules cassées) en fonction de l'énergie fournie ;
- la fonction énergie de broyage reliant l'énergie à 50 % de probabilité de fracture, à la taille du solide ;
- la fonction broyage, qui est la distribution de taille du solide impacté.

Pour son étude, il utilise un test d'impact de chute de poids sur particule unique (figure 1.15.) avec des particules de quartz, d'anorthosite et de dolomite (pratiquement cubiques). La gamme de taille est 0,3-19 mm. Les énergies vont de 0,1 à 100 mJ, en faisant varier la hauteur de chute et la masse du poids.

Avec le quartz, il montre qu'à un niveau énergétique égal (20 mJ), la fonction probabilité de broyage est indépendante de la vitesse, dans la gamme 0,64-1,9 m/s (voir figure 1.16.).

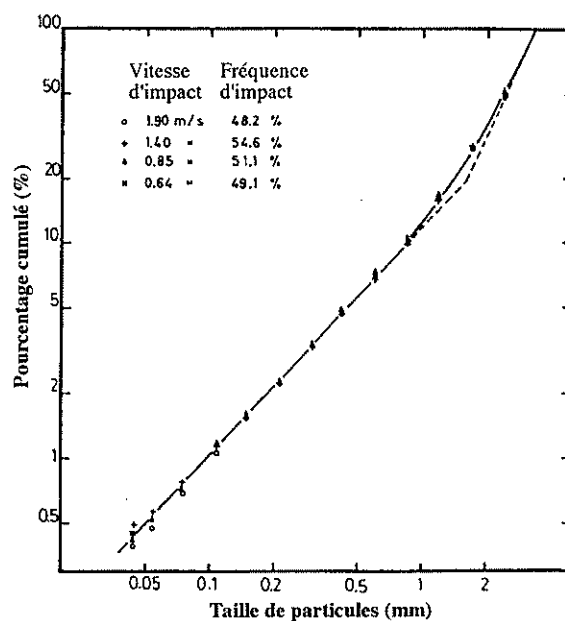


Figure 1.16. : Fonction de broyage du quartz à différentes vitesses d'impact. Krogh (1980)

Pour chaque solide étudié, ils assimilent la fonction probabilité de broyage à une droite (en coordonnées semi-logarithmiques). La pente caractérise l'homogénéité du solide et est indépendante de sa taille dans le domaine étudié (voir exemples dans la figure 1.17.).

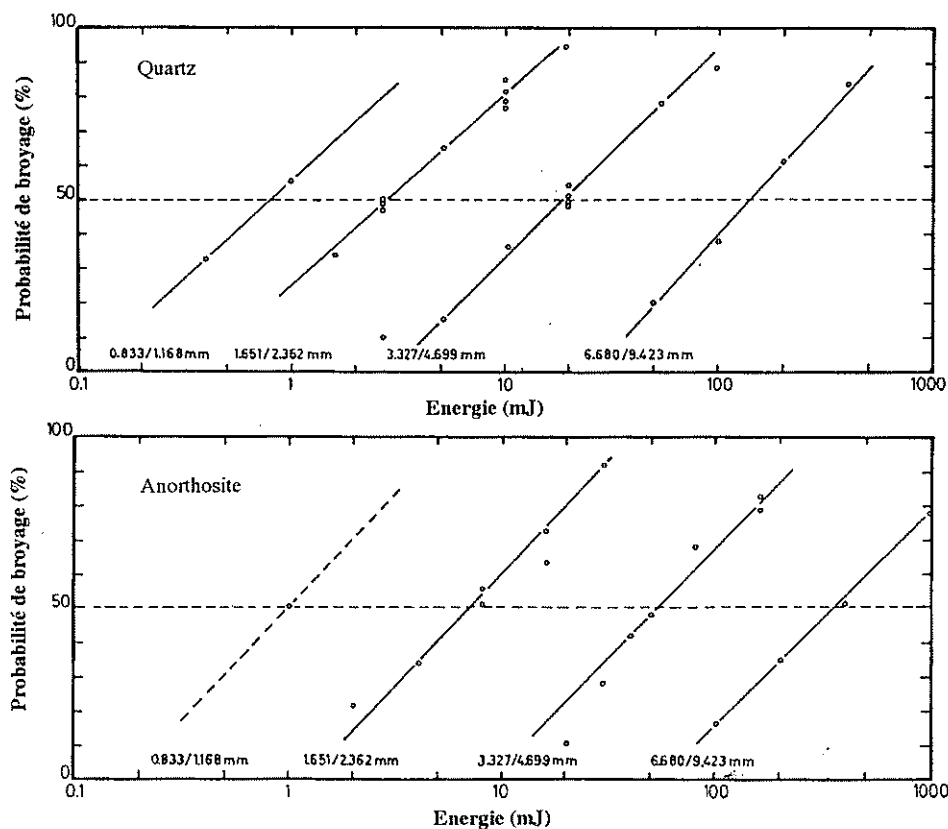


Figure 1.17. : Fonctions de broyage en fonction de la taille du solide. Krogh (1980)

Par ailleurs, l'énergie nécessaire pour casser 50 % des particules est une fonction puissance de la taille moyenne de l'échantillon. Cette puissance est toujours comprise entre 2 et 3 (voir figure 1.18.).

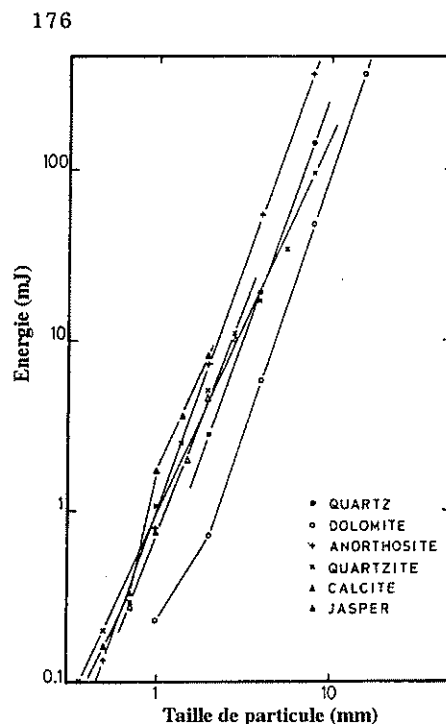


Figure 1.18. : Energie médiane en fonction de la taille des particules.  
Krogh (1980)

La distribution de taille du solide broyé pris à 50% de la probabilité de broyage est utilisée pour calculer une matrice de broyage donnant pour chaque coupe de la poudre mère la distribution de tailles des fragments.

#### II.4.2. Etude de l'impact d'un jet diphasique

Okuda et Choi (1980) étudient l'influence des actionneurs sur le broyage à jet d'air par impact sur cible (figure 1.19.). Les matériaux utilisés sont des billes de verre (taille variant de 710 à 840  $\mu\text{m}$ ) et du polystyrène (taille de 295 à 1410  $\mu\text{m}$ ).

Ils utilisent comme critère de finesse la quantité de surface créée  $\Delta S_w$ , rapportée à la masse, et étudient son évolution en fonction de :

- l'angle d'incidence ;
- la distance buse-cible ;
- le taux de charge en solide  $\mu$  défini par le rapport des débits de solide et d'air ;
- le diamètre des particules ;
- la vitesse ;
- le nombre d'impacts répétés.

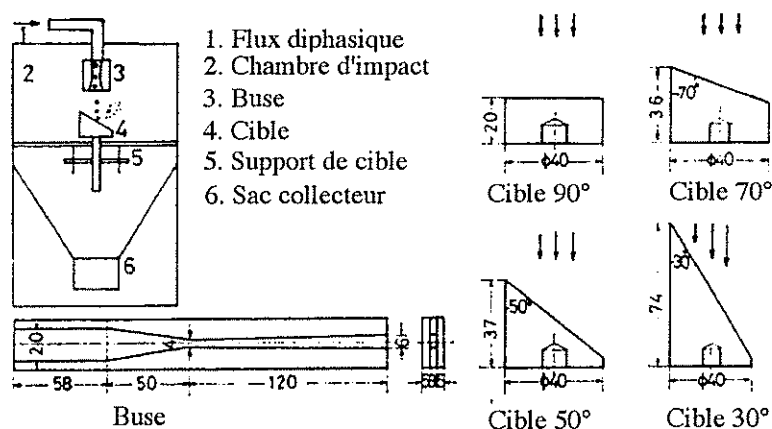


Figure 1.19. : Montage expérimental de l'équipe Okuda et al. (1980)

Ils observent que :

- $\Delta S_w$  diminue quand l'angle d'attaque baisse de  $90^\circ$  à  $30^\circ$  (figure 1.20.). Ceci peut s'expliquer par la perte d'efficacité énergétique due à l'accroissement de rebonds. Ceci est également observé par Mebtoul et al. (1994) ;

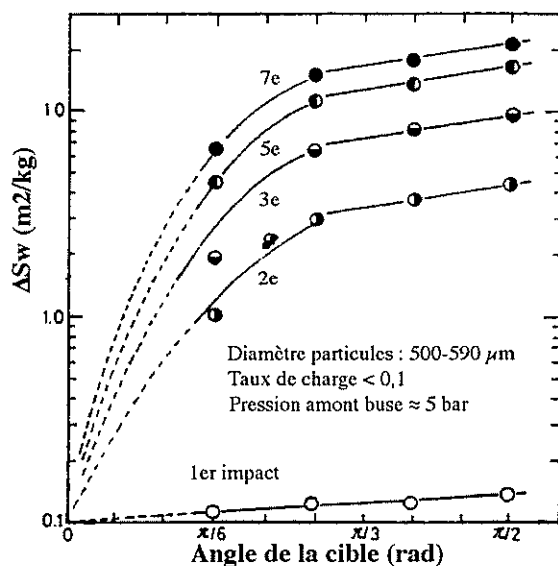


Figure 1.20. : Evolution à vitesse constante de l'accroissement de surface spécifique  $\Delta S_w$  en fonction de l'angle que fait la cible avec le jet. Okuda et al. (1980)

En effet, la force d'impact se répartit en une contrainte normale à la cible et une contrainte tangentielle. Dans le cas où la cible est à  $90^\circ$ , il n'y a pas de contrainte tangentielle, toute l'énergie est fournie par un impact normal. Si l'angle d'attaque diminue, la contrainte normale diminue au profit de la tangentielle, qui favorise les rebonds.

Ainsi à une vitesse d'impact donnée, il y a moins d'énergie consacrée à l'impact quand la cible est inclinée.

- $\Delta S_w$  possède deux paliers séparés par une zone de transition d'environ 5 cm . Un palier haut près de la cible et un palier bas loin de la cible correspondant à un effet de décélération des particules ;
- $\Delta S_w$  n'est pratiquement pas influencée par la concentration en solide en jet dilué ( $\mu < 0,1$ ) mais diminue avec la puissance -1 de  $\mu$  pour des jets concentrés ( $\mu > 0,1$ ) (figure 1.21.) ;

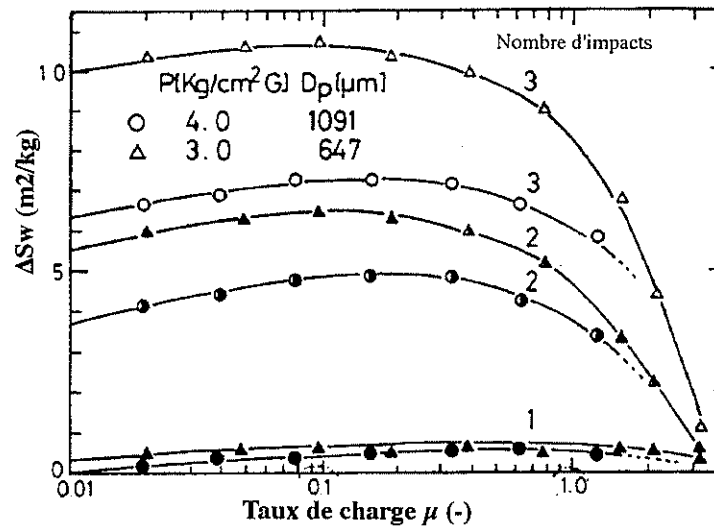


Figure 1.21. : Evolution de l'accroissement de surface spécifique  $\Delta S_w$  en fonction du taux de charge  $\mu$ . Okuda et al. (1980)

La zone de léger accroissement de  $\Delta S_w$  en jet dilué provient de l'augmentation des interactions entre particules. Mais au-delà de la transition de ( $\mu = 0,1$ ), l'augmentation de la concentration perturbe l'hydrodynamique de l'écoulement en ralentissant les particules du jet ;

- l'influence de la taille des particules ne se fait sentir sur la finesse de broyage qu'à partir du second impact ; pour les impacts suivants, on observe qu'il est plus difficile de broyer les particules de taille réduite ;
- $\Delta S_w$  évolue avec le carré de la vitesse d'impact dans un domaine de vitesses de 50 à 150 m/s (voir figure 1.22. ci-dessous) ; au delà, l'évolution est moins prononcée ; une stagnation semble exister, ce qui est également observé pour des impacts répétés ;

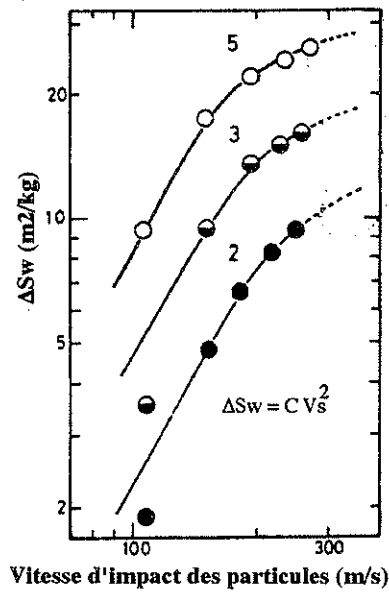


Figure 1.22. : Evolution de l'accroissement de surface spécifique en fonction de la vitesse incidente des particules. Okuda et al. (1980)

- pour le polystyrène, principalement étudié, il faut attendre le second impact pour observer une nette fragmentation ; en fait, au cours du premier choc, une partie de l'énergie est utilisée pour la formation et la croissance de fissures préexistantes qui ne mènent pas à la fracture. Ensuite, il y a de moins en moins de différence entre deux impact successifs.

Il faut noter aussi pour le polystyrène l'apparition de courbes de distribution granulométrique bimodales entre le deuxième et le sixième impact. Ceci met en évidence une différence de comportement évidente des différences classes granulométriques du matériau.

Leschonski et Menzel (1988) utilisent un éjecteur sous forme d'une tuyère de Laval pour impacter des particules de CaCO<sub>3</sub> de 120 μm sur cible dans un montage de broyeur à jet d'air vertical (figure 1.23.).

Ils utilisent principalement comme critère de finesse, le taux de création de surface relative  $\Delta S_v/S_{v_0}$  rapporté au volume :

$$\frac{\Delta S_v}{S_{v_0}} = \frac{S_{v_0} - S_v}{S_{v_0}} \quad (22)$$

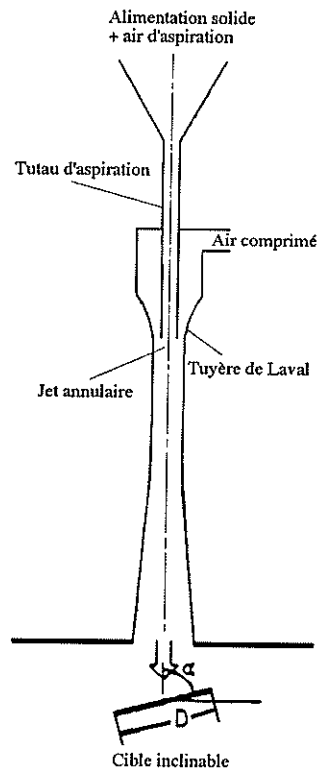


Figure 1.23. : Montage expérimental de Lechonski et Menzel (1988)  
 D : diamètre de cible ;  $\alpha$  : angle jet-cible

Pour un seul impact, la finesse tend vers une valeur asymptotique lorsque la vitesse du gaz  $U_g$  croît ( jusqu'à 266 m/s) montrant la nécessité d'impacts supplémentaires pour atteindre des tailles plus petites (figure 1.24.).

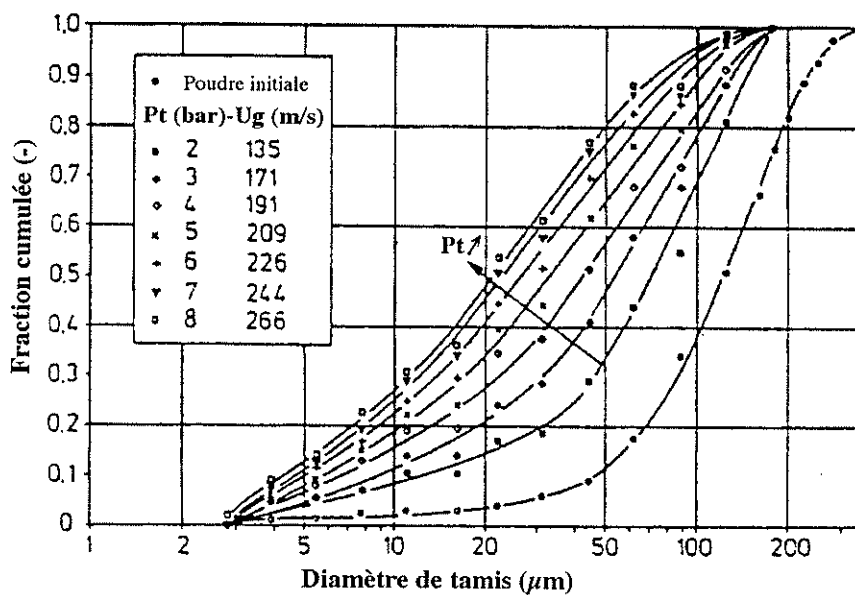


Figure 1.24. : Courbes granulométriques obtenues pour l'impact de particules de  $\text{CaCO}_3$  de 120  $\mu\text{m}$ . Lechonski et Menzel (1988)

Certes , à une vitesse donnée, augmenter le nombre d'impacts permet d'améliorer dans un premier temps rapidement la finesse, mais dès le quatrième choc elle se stabilise déjà autour d'une valeur limite (figure 1.25.). Ces résultats sont également observés par Okuda et Choi (1980) sur du polystyrène de 500-590  $\mu\text{m}$ .

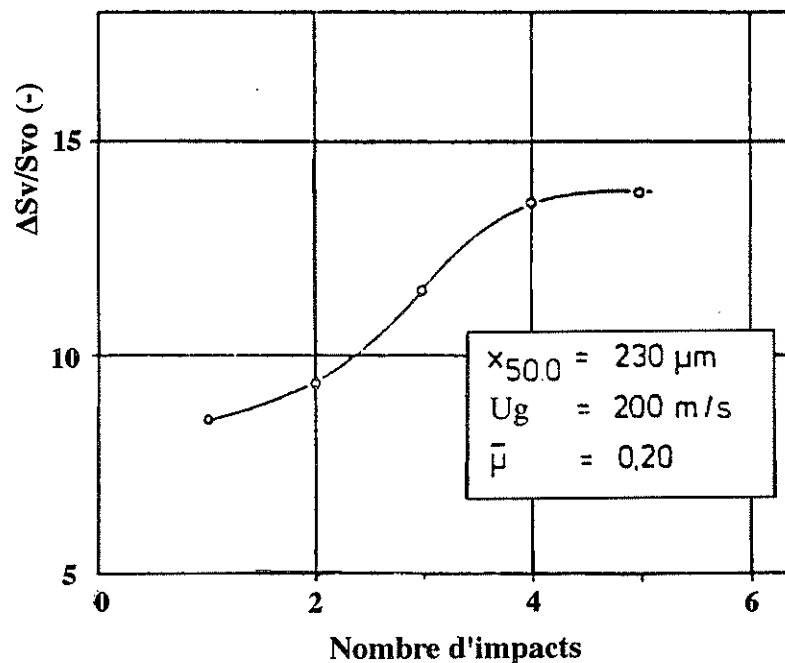


Figure 1.25. : Evolution du taux de création de surface spécifique volumique  $\Delta S_v/S_{v_0}$  en fonction du nombre d'impacts répétés. Lechonski et Menzel (1988)

Par ailleurs, signalons un résultat à rapprocher des travaux de Cleaver et al. (1993) et ceux de Okuda et al. (1987) à propos de la relation (critère de broyage - critère énergétique). Leschonski et al. établissent un lien entre le taux de création de surface et le carré de la vitesse d'éjection de l'air (figure 1.26.). En fait ils ne peuvent faire intervenir la vitesse incidente des particules, car la vitesse du gaz est le seul paramètre énergétique accessible aux auteurs.

$$\frac{\Delta S_v}{S_{v_0}} = \alpha_3 U_g^2 \quad (23)$$

Finalement, une augmentation de la finesse avec la dureté de la cible est mise en évidence. Ceci a également été observé par Mebtoul et al. (1996) avec une alumine hydratée. Il met en évidence un module d'Young limite de 50 GPa au delà duquel il n'y a plus d'évolution de la finesse.



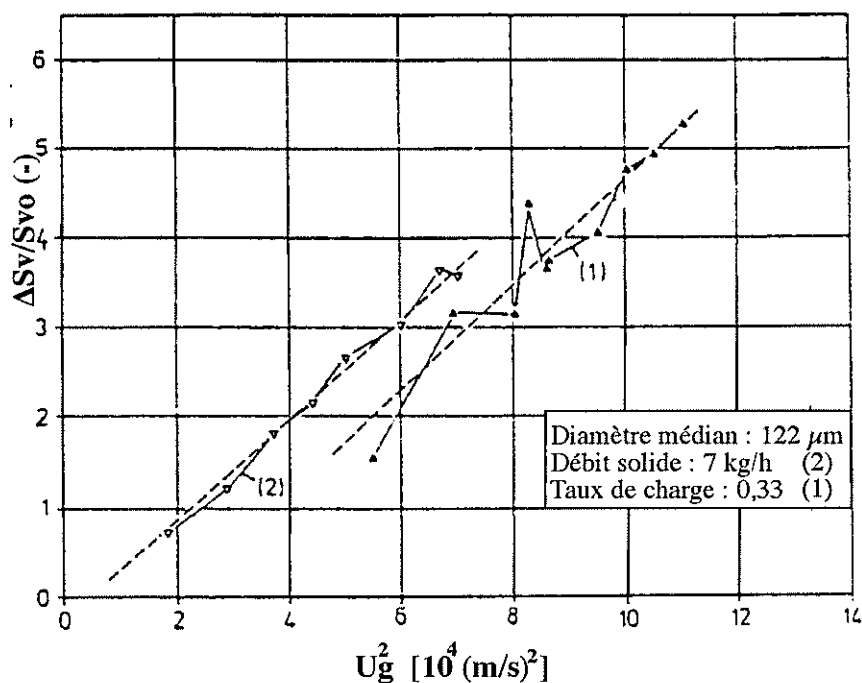


Figure 1.26. : Evolution pour du  $\text{CaCO}_3$  du taux de création de surface spécifique volumique en fonction de la vitesse d'éjection du gaz. Lechonski et Menzel (1988)

## II.5. Test de broyage en lit de particules

Dans le tableau 1.7. sont rassemblés les tests les plus significatifs d'après Prasher (1987). Bien que de nombreuses situations industrielles fassent intervenir le broyage de lit de particules, ce type de test a été beaucoup moins étudié que les précédents. Ceci s'explique par la grande complexité des phénomènes qui surviennent dans le lit principalement en terme de transmission des contraintes particule-particule et particule-parois.

En outre, il existe de nombreuses configurations qui interdisent les comparaisons. Signalons ainsi qu'il faut distinguer les lits parfaitement confinés de ceux qui ne le sont que partiellement. Ainsi Buss et al. (1982, d'après Prasher 1987) montrent une relation linéaire entre la surface spécifique et l'énergie appliquée à un lit de particule complètement confiné. Dans le cas où le confinement n'est pas total, il y a un net infléchissement de la création de surface par unité d'énergie fournie.

En fait, ces tests sont peu facilement utilisables tant l'interprétation des résultats est délicate. En plus, ils sont très sensibles à la géométrie des systèmes. Finalement, ils ne traduisent pas la résistance des particules, mais le comportement global des particules en interaction avec le milieu environnant.

Auteurs	Matériaux étudiés	Test	Finesse
Gross et al. (1930)	Quartz	Impact	Surface
Johnson et al. (1949)	Quartz	Impact et compression	Surface par adsorption de gaz et perméabilité
Axelson et al. (1951)	Quartz, calcite, fluorite, topaz, sel, verre	Impact	Surface par adsorption de gaz et perméabilité
Batra et al (1971)	Quartz	Impact	Module *
Rose (1974)	Sphères de clinker de ciment	Impact	Surface
Buss et al. (1982)	Quartz	Compression	Calcul à partir de la distribution de taille

Tableau 1.7. : Travaux recensés par Prasher (1987) sur les tests de broyage sur lit de particules  
\* : module de la distribution de Gaudin-Schuhmann

## II.6. Tests standardisés et indices de broyabilité

### II.6.1. Indice de Hardgrove

Ce test de broyabilité est un des tests les plus connus et utilisés dans le milieu industriel du charbon. Il a été proposé par Hardgrove (1932) et fait l'objet de la norme internationale ISO5074-1980(F) qui permet de déterminer pour un solide son indice de broyabilité : le HGI, acronyme des mots anglais *Hardgrove Grindability Index*. Il représente pour la poudre donnée, de taille initiale imposée, une mesure de la masse inférieure à  $75\ \mu\text{m}$  créée dans un broyeur standardisé.

Ce dernier se présente sous la forme d'une cuve fixe de broyage en acier trempé (voir figure 1.27.). Elle est munie d'une gouttière horizontale dans laquelle se déplacent huit billes d'acier de 25,4 mm chacune. Une partie supérieure, applique une force de 284 N sur les billes et leur imprime un mouvement de rotation pendant 60 révolutions.

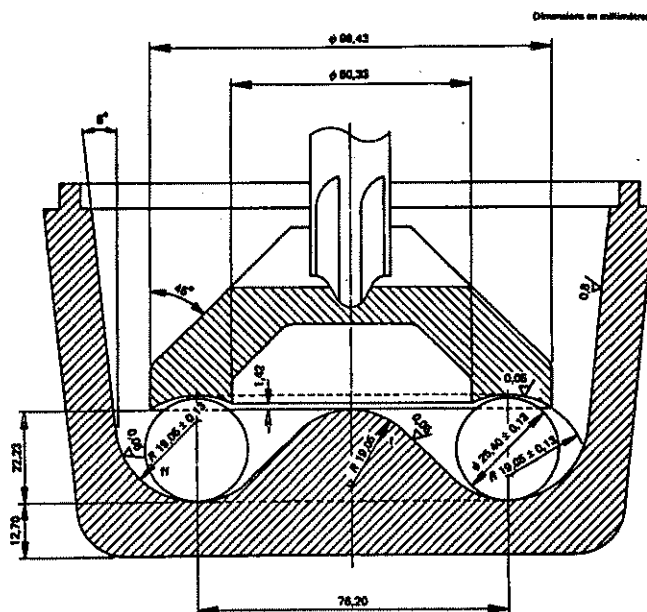


Figure 1.27. : Schéma de la cuve de broyage du broyeur Hardgrove

Un échantillon de 50 grammes de produit tamisé entre 0,6 et 1,18 mm est testé. Après le test, on détermine la fraction de taille inférieure à  $75\ \mu\text{m}$ . L'indice de Hardgrove est obtenu à partir d'une courbe étalon. Plus cet indice est grand, plus le matériau est fragile.

### II.6.2. Indice de Bond

Le test de Bond (1961) repose initialement sur une opération en boucle fermée de broyage et de tamisage jusqu'à un état stationnaire. Le broyeur possède un tambour de 305 mm de diamètre chargé de 20,125 kg de boulets. Il tourne à 70 tr/mn avec  $700\ \text{cm}^3$  d'échantillon de taille inférieure à  $335\ \mu\text{m}$ . Quand 300 à 400 g de l'échantillon est passé à une taille inférieure à une taille de référence  $d_{\text{ref}}$ , on évacue les fines et on recharge pour compléter le volume du

broyeur à 700 cm<sup>3</sup> avec du produit neuf. Le processus est répété jusqu'à ce que la masse de produit inférieur à  $d_{ref}$  par nombre de tours  $gb$  soit constant, ce qui correspond à l'état d'équilibre. L'indice de Bond exprimé en kWh / 0,9 tonne est calculé par la relation :

$$W_i = \frac{44,15}{d_{ref}^{0,23} gb^{0,82} \left( \frac{1}{\sqrt{d_2}} - \frac{1}{\sqrt{d_1}} \right)} \quad (24)$$

avec  $d_{ref}$  : taille de référence ( $\mu\text{m}$ ) ;  $gb$  : broyabilité (g/tour) ;  $d_1, d_2$  : tailles à 80% de passant de l'alimentation, du produit.

A partir de cet indice, on peut remonter à l'énergie nécessaire pour broyer un solide de la taille  $d_1$  à la taille  $d_2$  (voir loi de Bond dans le tableau 1.1.) :

$$E = W_i \left( \frac{10}{\sqrt{d_2}} - \frac{10}{\sqrt{d_1}} \right) \quad (25)$$

L'indice de Bond apparaît alors comme l'énergie nécessaire pour réduire par unité de masse, un matériau donné de taille infinie jusqu'à la taille de 100  $\mu\text{m}$ .

### II.6.3. Discussion

Ces deux indices ont été comparés pour un certain nombre de minerais par divers auteurs. Les données accessibles ont permis de trouver des relations du type  $(W_i)^a (\text{HGI})^b = c$ , avec  $a, b$  et  $c$  des constantes qui dépendent des matériaux utilisés ! Ainsi, tout arbitraire qu'ils soient et bien qu'ils ne procurent pas une information fondamentale sur les mécanismes de fragmentation, ils ont surtout une utilité pratique. Ils donnent une classification de comportement des matériaux, mais dans des conditions particulières assez restreintes.

Pomeroy (1957, d'après Bemrose et al. 1987) a défini un indice de résistance à la fragmentation correspondant à une fraction non broyée d'un échantillon (en lit confiné) soumis à un écrasement lent. Il définit également un indice de résistance à l'impact en lâchant un poids sur un lit de poudre confiné dans un cylindre.

Kerkin et al. (1977, d'après Bemrose et al. 1987) définissent un indice d'éclatement, caractérisant la probabilité de survie d'un échantillon lâché dans des conditions données.

Lawn et al. (1979) définissent un indice de fragilité à partir du facteur d'intensité critique des contraintes  $K_{Ic}$  et de la dureté du matériau  $H$  :

$$\text{Fragilité} = \frac{H}{K_{Ic}} \quad (26)$$

Plus cet indice est petit, plus le matériau a un comportement ductile.

Tous ces indices sont des définitions arbitraires. Ils dépendent de l'appareil, de la procédure et ne sont pas caractéristiques que du matériau. On s'étonne alors à peine qu'ils soient rarement transposables d'un test à l'autre.

## II.7. Les tests d'attrition

Les tests à faible énergie dispensée permettent d'étudier plus particulièrement le domaine du broyage qu'est l'attrition. Ils sont aussi très nombreux. Bemrose et Bridgwater (1987) ont répertorié les principaux d'entre eux. La liste suivante n'est donnée qu'à titre indicatif juste pour se rendre compte de la grande diversité des recherches (d'après Chouteau 1997). On peut citer les tests en lit fluidisé : celui de Forsythe et al. (1949) qui a servi de base à un grand nombre d'autres tests utilisés actuellement par Alcoa (1982) et Alcan (1982). Ceux de Gwyn (1969), Zenz et al. (1980), Pis et al. (1991), Kono (1981), Vaux et al. (1990), Seville (1992). Les tests en transport pneumatique : Chen et al. (1982), Bell et al. (1996). En cyclone : Zenz et al. (1980). En tambour rotatif : Ponomareva et al. (1980), Swaney (1991). Par indentation : Puttick et al. (1987), Arteaga et al. (1992). D'attritabilité en chute libre : Zenz et al. (1980). De tamisage : Gupta et al. (1975), Ho et al. (1979). En cellule de cisaillement Peschl (1989), Paramanathan et al. (1983), Carr et al. (1961). En lit vibré : Ponomareva et al. (1980), Deitz (1978). En lit agité : Dow Chemical Co. (1976), Conti et al. (1980).

## III. CONCLUSIONS

Au vu de cette introduction bibliographique, on se rend compte de la multiplicité des approches qui existent dans le domaine des tests de broyage : théorique, semi-empirique, empirique, ou fort souvent d'ailleurs pratique. Ainsi, le but final des tests standardisés n'est pas d'obtenir des informations d'ordre fondamental (création et propagation des fissures, mécanismes...) mais de classer des solides dans une certaine échelle comportementale. Pour les tests plus fondamentaux, on ne peut que regretter le fait que la taille des particules soit toujours de l'ordre du millimètre. Mais, il devient difficile d'analyser les fragments de particules en dessous de 100  $\mu\text{m}$ , ou d'analyser en compression ou en indentation des particules aussi petites.

En plus, il est souvent difficile d'extrapoler, voire même de comparer les résultats d'un test à l'autre, tant sont nombreux les approches, les matériaux, la typologie d'impact, les

paramètres contrôlés, les mesures de la finesse de broyage...En outre, on obtient souvent le comportement du couple (solide-broyeur), car les conditions opératoires sont limitatives. On voit qu'imaginer un test universel est une gageure. En effet, il suffit de penser aux différents modes d'application des contraintes pour se rendre compte de la nécessité d'au moins deux installations : une en compression et une en impact (Schönert 1995). Le test en compression caractérise la fragmentation lorsque la transmission énergétique est très lente, et celui en impact lorsqu'elle est très rapide.

L'avantage d'un test d'impact sur cible en jet d'air, c'est qu'il reproduit un événement d'impact élémentaire et qu'il permet de travailler dans une gamme étendue de taille avec l'avantage de l'approche statistique sur un très grand nombre de particules. En outre, la grande gamme de vitesse permet d'étudier particulièrement l'attrition dans le domaine des faibles énergies (quelques mètres par seconde) et le broyage dans le domaine des grandes énergies (jusqu'à 500-600 m/s). Il est par ailleurs possible de limiter au minimum l'influence des conditions opératoires sur les résultats, comme on le verra dans la suite.

Une meilleure connaissance de ces phénomènes de comminution permettrait de mieux comprendre comment réduire les coût d'exploitation, non seulement en termes énergétiques mais aussi en terme d'amélioration du produit par l'optimisation du procédé : réduction des fines, distributions resserrées...

*CHAPITRE 2 - Installation expérimentale et  
conditions opératoires*

## I. OBJECTIFS

Cette étude fait suite à une thèse (Mebtoul 1994) qui a abouti à la construction d'une installation expérimentale pilote de broyeur à jet d'air ainsi qu'à la mise au point de toute une instrumentation nécessaire à l'étude paramétrique du broyage.

L'objectif initial de notre travail était l'établissement d'une méthodologie fiable pour l'étude de différents solides. A cette fin, il fut choisi d'étudier tout d'abord l'impact de billes de verre. Le choix de ce matériau se justifie par le fait que de nombreuses recherches ont déjà largement étudié le comportement du verre dans des conditions très diverses. Par ailleurs, le verre est l'exemple type du matériau à comportement fragile ("brittle") au cours d'un impact. Ces deux aspects le poussaient à être un solide de référence adapté.

Ensuite, d'autres solides sont venus élargir la gamme de matériaux testés dans l'installation: d'autres poudres minérales (sable, FCC, charbon, pyrophyllite...) jusqu'aux polymères (semi-cristallins ou amorphes) en passant par des alumines hydratées, calcinées ou encore du corail ! L'installation constitue finalement un test élémentaire d'impact qui fournit des informations pratiques (classification) et fondamentales (lien mécanisme-structure).

Dans tous les exemples cités, l'objectif est d'observer l'influence de l'énergie cinétique mise en jeu sur le comportement de chacun de ces différents matériaux, de les comparer entre eux et de rattacher, si possible, les résultats à ce qui a été fait dans la littérature. La méthodologie mise au point permet de comparer les solides entre eux qualitativement et quantitativement grâce à des paramètres de broyabilité et de seuil de broyage. Le test développé se montre un outil adapté pour relier le comportement d'un solide face à l'impact à son procédé de fabrication et plus généralement à son "histoire".

## II. INSTALLATION EXPERIMENTALE

### II.1. Description de l'installation expérimentale

Tous les tests d'impact sur cible ont eu lieu dans l'appareillage décrit sur le schéma figure

2.2. L'unité pilote de broyage par impact sur cible se compose de quatre parties distinctes :

- une unité modulaire de mélange air-solide ;
- un élément d'accélération : une buse supersonique ;
- une chambre de broyage par impact ;
- une partie séparation air-solide.



### II.1.1. Unité modulaire de mélange air-solide

Il s'agit d'un caisson cylindrique sous pression (jusqu'à 8 bar relatif), d'un volume de 90 dm<sup>3</sup>, muni d'une goulotte vibrante alimentée en solide par une trémie. Le système permet de réguler les débits de solide dans la gamme de 0,01 à 50 kg/h et ceci indépendamment du débit d'air.

En raisonnant en taux de charge  $\mu$ , c'est-à-dire le rapport du débit de solide sur le débit d'air, il est possible d'obtenir des jets diphasiques avec  $0,005 < \mu < 10$ .

### II.1.2. Unité d'accélération

L'accélération du mélange air-solide s'accomplit généralement jusqu'à un régime supersonique dans une buse convergente-divergente en acier trempé, et dont la surface a subi un traitement d'électroérosion (figure 2.1.).

Les débits du fluide porteur (air ou hélium) peuvent varier de 5 à 40 kg/h en fonction de la pression imposée en amont (jusqu'à 8 bar relatif).

Une étude hydrodynamique révèle que la vitesse sonique est toujours atteinte au col de la buse dans les conditions classiques de fonctionnement (voir Annexe 4).

Les vitesses de solide obtenues peuvent atteindre des valeurs de 300 m/s avec l'air, et 500m/s avec l'hélium comme gaz porteur.

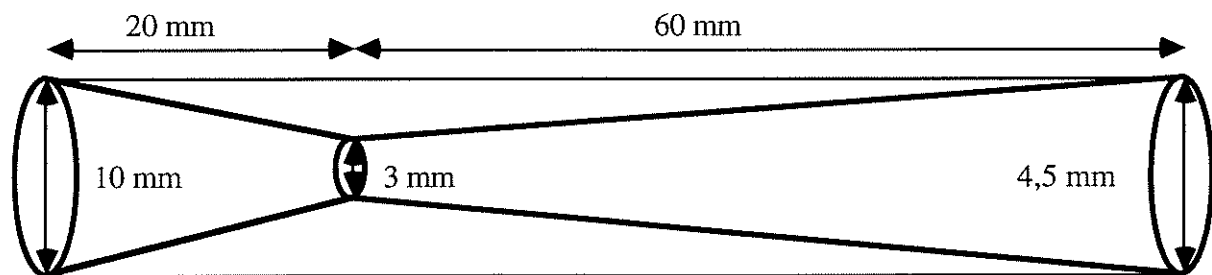


Figure 2. 1. : Schéma de la buse d'accélération numéro 1

### II.1.3. Chambre de broyage par impact

Un caisson cubique de 200 X 200 X 200 mm<sup>3</sup> est équipé de 2 hublots et d'un porte-cible orientable de 0 à 90° par rapport à l'axe du jet. Pour les tests d'impact classiques, le plan de la cible sera toujours orthogonal à la trajectoire incidente du jet.

La distance buse-cible est ajustable de 20 à 90 mm. Dans toutes les expériences, elle est fixée à une valeur constante de 55 mm. Les cibles utilisées sont de deux natures

différentes: une en caoutchouc et une seconde en carbure de silicium. Elles sont cylindriques, d'un diamètre de 60 mm et d'une épaisseur de 10 mm.

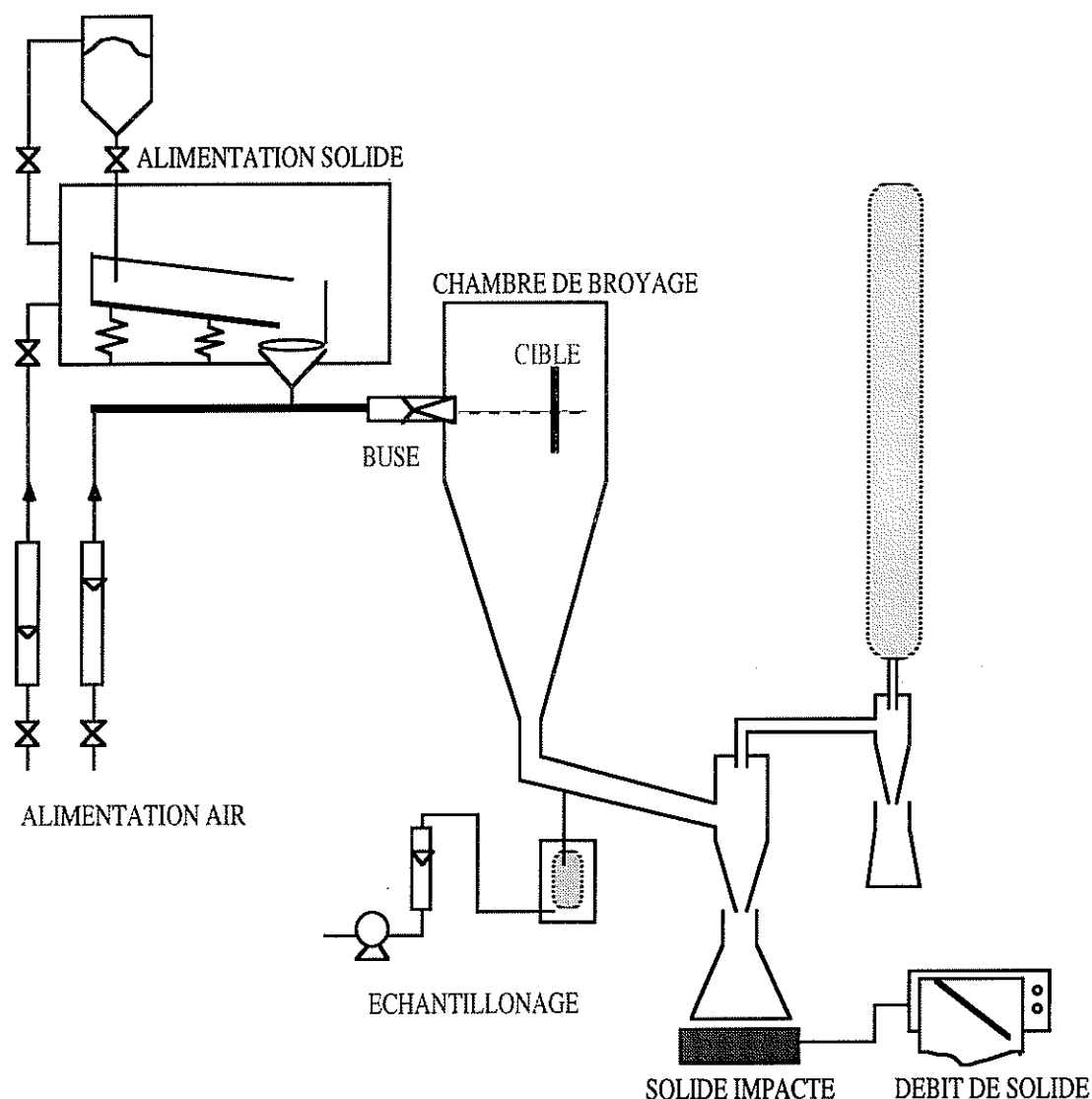


Figure 2.2. : Schéma de l'installation expérimentale

Les caractéristiques de la cible en carbure de silicium sont : un module d'Young de 410 GPa, une dureté Vickers de 30,4 GPa et un coefficient de Poisson de 0,17. La cible en caoutchouc a des propriétés élastiques beaucoup plus importantes puisque son module d'Young ne vaut que 2,07 GPa.

Après la phase d'accélération dans la buse, le jet diphasique pénètre dans la chambre où peut régner une surpression maximale de 50 mbar par rapport à la pression atmosphérique présente en aval et où sont entraînés les débris des particules impactées.

### II.1.4. Unité de séparation air-solide

L'installation comprend 2 cyclones en série suivis d'un filtre à manche de 1 m<sup>2</sup>.

Des essais préliminaires ont montré que ce qui est recueilli en sortie du deuxième cyclone représente toujours moins de 5 % de la masse totale recueillie après le cyclone primaire. En conséquence, le débit de solide mesuré en continu à la sortie du premier cyclone est considéré comme le débit total de solide.

Malgré toutes ces précautions, il convient en outre d'estimer l'importance de l'accumulation de solide dans le caisson. Ce phénomène est très important pour les solides à forte propriété électrostatique (cas des polymères étudiés). En premier lieu, il faut vérifier que le régime permanent est réellement atteint. En second lieu, le solide accumulé dans le caisson doit être de granulométrie comparable à celle du solide récupéré après le premier cyclone.

Les débits peuvent être comparés à l'étalonnage du vibreur. La granulométrie peut être confirmée par un système d'échantillonnage isocinétique, installé en amont des cyclones, qui donne un échantillon représentatif.

## II.2. Techniques de mesures vélocimétriques

### II.2.1. Vélocimétrie par imagerie vidéo

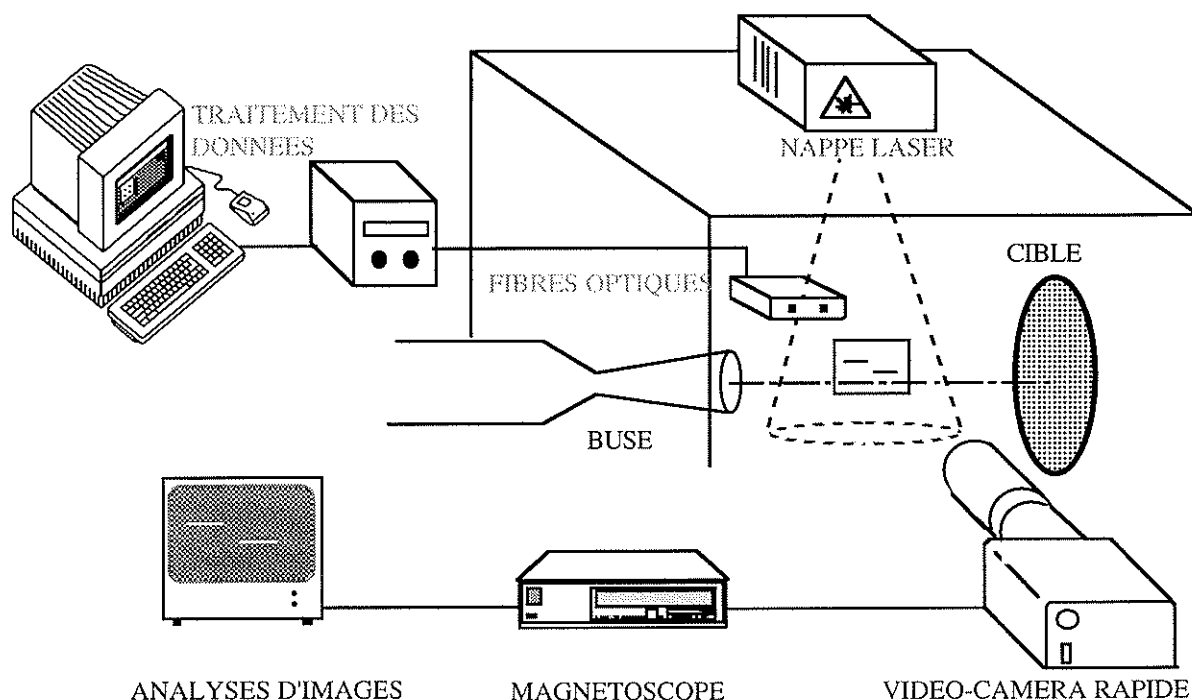


Figure 2.3. : Schéma des moyens de mesures vélocimétriques

La méthode vélocimétrique repose sur l'utilisation d'une caméra vidéo Proxitronic PROXICAM<sup>®</sup> HF1 à temps d'obturation rapide qui permet de visualiser le parcours des particules pénétrant dans une nappe laser triangulaire d'une puissance de 50 mW et de dimension 30mm X 2mm au niveau de l'axe du jet.

La sensibilité de la caméra atteint 15 mlux et sa résolution est de 800 X 588 pixels<sup>2</sup> (soit 470400 pixels).

Connaissant le temps d'obturation (de 5000  $\mu$ s à 1  $\mu$ s) de la caméra, la mesure de la trace d'une particule illuminée par le laser donne la valeur de sa vitesse.

Les images sont enregistrées à une fréquence réglable (de 20 ms à 1 seconde) à l'aide d'un magnétoscope de qualité S.V.H.S.

Le traitement des données fournit un histogramme de répartition des vitesses qui donne la vitesse moyenne des particules.

La caméra et le laser sont installés sur un système de déplacement micrométrique qui permet de balayer toute l'étendue du jet diphasique : depuis la sortie de la buse jusqu'à la cible et latéralement.

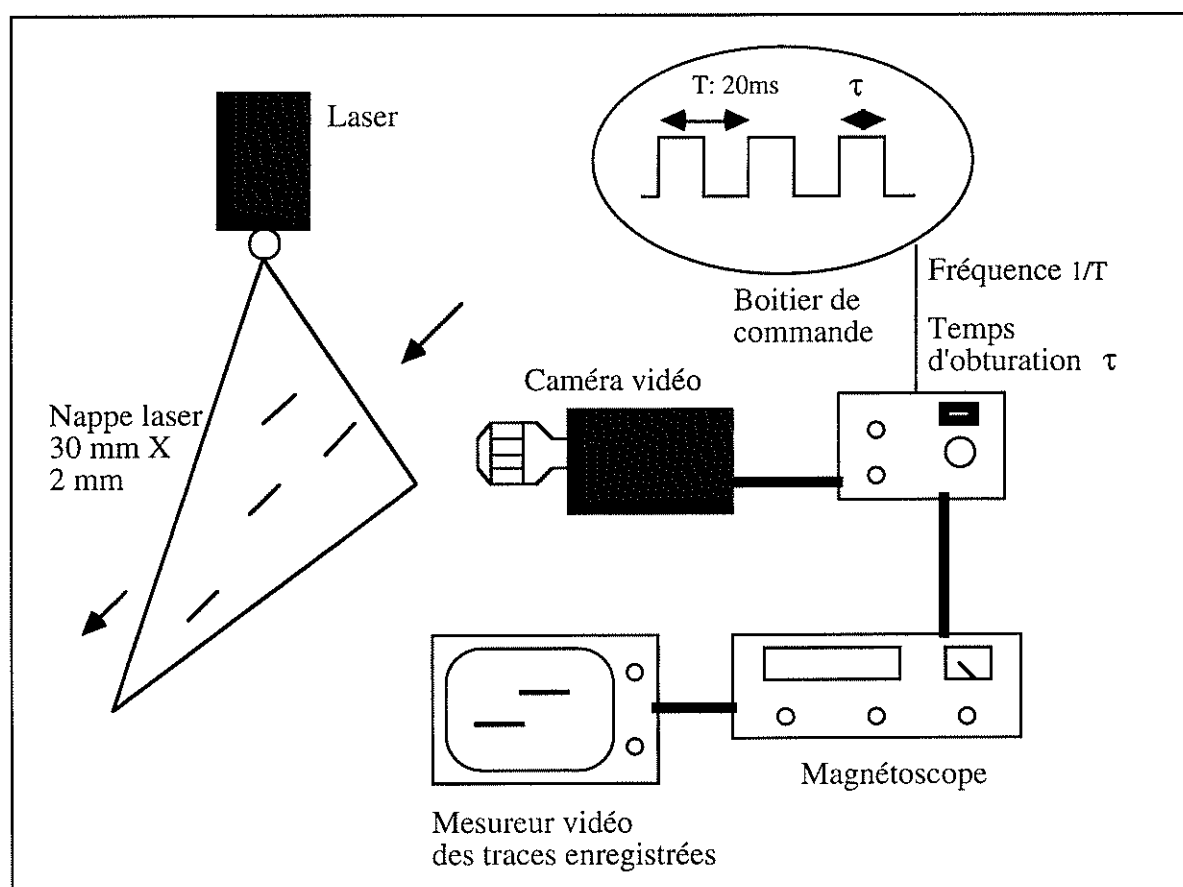


Figure 2.4. : Mesures vélocimétriques par imagerie vidéo

La technique est limitée à l'étude des jets "dilués", c'est-à-dire pour des débits de solide de moins de 1,5 kg/h (25 g/min) et  $\mu < 10^{-2}$ . En effet, au delà de cette limite, la concentration de solide crée un brouillard dans le caisson qui rend toute acquisition vidéo impossible. Pour les jets plus "concentrés", un procédé basé sur une sonde optique est utilisé.

## II.2.2. Vélocimétrie par fibres optiques VECTOR

Le principe repose sur la détermination du temps de vol moyen des particules par intercorrélation des deux signaux provenant de deux fibres optiques (Militzer et al. 1992).

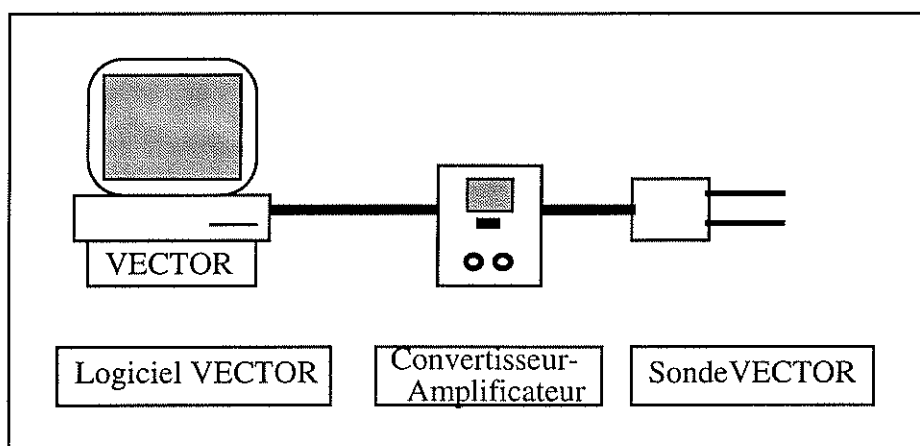


Figure 2.5. : Système de mesure VECTOR

Le système VECTOR de base comporte quatre parties (voir figure 2.5.) :

- une sonde formée de deux fibres optiques en plastique de 2 mm de diamètre et séparées d'une distance connue avec précision par étalonnage (10,4 mm). Chaque fibre joue le rôle de récepteur de lumière (vers une cellule photoélectrique) et d'émetteur de lumière (par une diode LED) ;
- un convertisseur-amplificateur 2 voies qui transfère et amplifie les signaux lumineux en signaux électriques ;
- une carte d'acquisition d'une fréquence de mesure ajustable jusqu'à 500 kHz ;
- un logiciel de traitement des données VECTOR qui calcule les fonctions d'intercorrélation et donne les vitesses correspondantes.

La sonde est installée à environ 5 mm du jet (distance déterminée expérimentalement). L'écoulement est en régime stationnaire, ce qui suppose que les composantes de la vitesse et de la concentration ne varient pas entre les deux fibres. Ainsi, à un signal d'une particule passant devant la première fibre correspond un signal décalé dans le temps de la même

particule passant devant la deuxième fibre. Par intercorrélation des signaux des deux fibres, la distance inter-fibre étant connue, la vitesse de la particule peut être calculée. En multipliant les acquisitions, on obtient un histogramme de distribution des vitesses ainsi qu'une vitesse moyenne des particules.

Classiquement 200 valeurs sont obtenues à partir de 1024 mesures, chacune prise à une fréquence de 250 kHz. Le temps d'échantillonnage d'une mesure est dans ce cas de 2  $\mu$ s, soit de 0,4 s pour les 200 valeurs.

Précisons finalement que dans le soucis de pouvoir mesurer des vitesses plus grandes avec plus de précision, une nouvelle carte d'acquisition encore plus rapide a été implantée dans l'ordinateur avec un logiciel adéquat. La fréquence de cette dernière peut varier jusqu'à 10 MHz.

### II.2.3. Comparaison

Les vitesses déterminées par les deux techniques de vélocimétrie, pour différents types de solide, sont comparées sur la figure 2.6.

On y voit une assez bonne concordance des valeurs expérimentales : en effet les points sont sensiblement alignés sur la bissectrice, aux incertitudes près de 5 à 10 %.

En résumé, dans notre gamme de vitesse et de concentration, on peut déterminer indifféremment les vitesses par l'une ou l'autre technique.

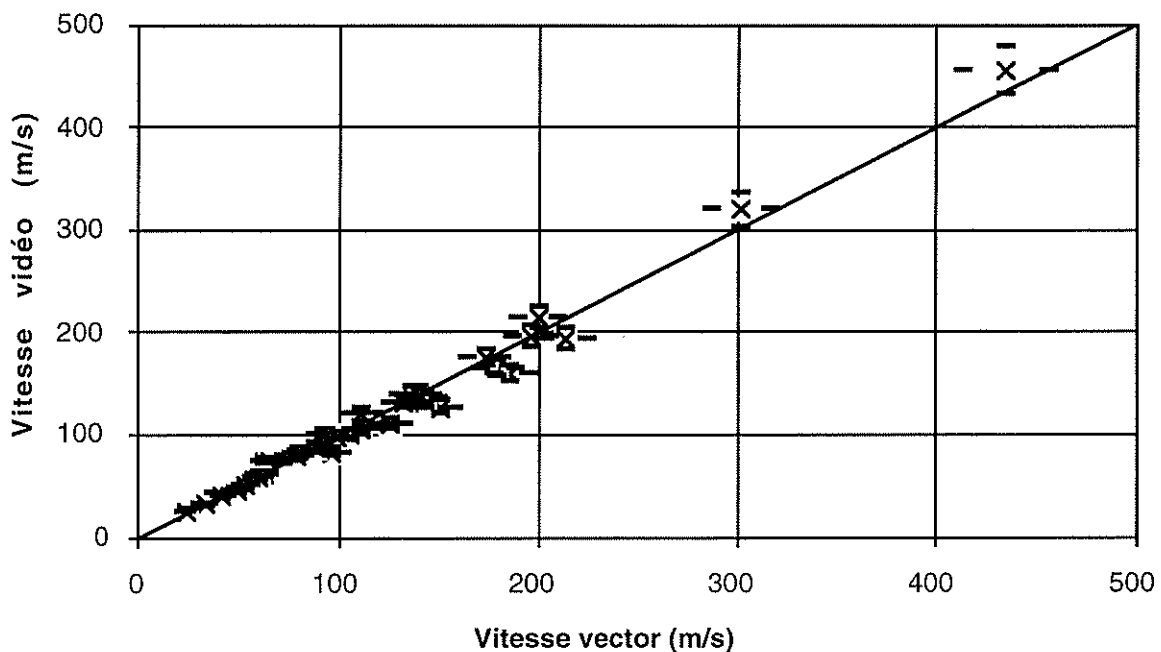


Figure 2.6. : Comparaison des deux techniques de vélocimétrie tous solides confondus

## II.2.4. Reproductibilité, fiabilité

### II.2.4.a) Imagerie rapide

Dans la méthode par imagerie vidéo, on doit visualiser les traces des particules illuminées pendant le temps de pose de la caméra. Mais ces traits reflètent au plus toute la trajectoire des particules, parfois moins si la lumière est mal renvoyée vers la caméra ou bien si la trajectoire des particules n'est pas parfaitement parallèle à la nappe laser. Or, dans notre étude, l'angle des jets diphasiques varie de 0,7 à 1,4 °. Dans cette situation, les particules ont une trajectoire quasi parallèle à l'axe d'écoulement entre la sortie de la buse et la cible. Dans le cas contraire, la particule quitterait le plan laser et la mesure donnerait une valeur de vitesse par défaut.

La fiabilité des mesures obtenues par l'imagerie vidéo dépend essentiellement de la netteté de l'image fournie par la caméra. Cette netteté dépend du taux de charge, défini comme le rapport du débit de solide sur le débit de gaz. En effet, si le taux de charge devient élevé, un brouillard envahit le caisson.

Un calcul d'erreur permet d'obtenir une approximation de l'erreur relative :

$$\frac{\Delta V_s}{V_s} = \frac{\Delta L}{L} + \frac{\Delta TO}{TO} \quad (1)$$

avec	L	longueur de la trace	(m) ;
	$\Delta L$	incertitude sur la trace	(m) ;
	TO	temps d'obturation	(s) ;
	$\Delta TO$	incertitude sur le temps d'obturation	(s) ;

Classiquement,  $\Delta L/L \approx 0,05/5 = 1\%$  et  $\Delta TO/TO \approx 0,5/50 = 1\%$  entraînent une erreur relative sur la vitesse de 2%.

### II.2.4.b) Sonde Vector

Le principe repose sur l'émission et la réception de signaux optiques par l'intermédiaire de fibres optiques. La remarque sur le parallélisme de la trajectoire des particules citée plus haut s'applique également ici.

La vitesse déterminée par la sonde Vector est donnée par la formule suivante :

$$V_s = \frac{DI}{n/Fr} \quad (2)$$

avec	$V_s$	vitesse du solide	(m/s) ;
	DI	distance interfibre	(m) ;
	n	position en pixel du maximum de la fonction d'intercorrélacion	(-) ;
	Fr	fréquence d'acquisition	(Hz) .

Chaque fibre optique de la sonde envoie un signal au logiciel. La fonction d'intercorrélacion de ces deux signaux possède un maximum dont la position affecte directement la précision. Un calcul d'erreur donne immédiatement l'incertitude commise :

$$\frac{\Delta V_s}{V_s} = \frac{\Delta DI}{DI} + \frac{\Delta n}{n} + \frac{\Delta Fr}{Fr} \quad (3)$$

Une erreur systématique sur la distance inter-fibre peut être envisagée. Une dérive de 5% sur la valeur supposée occasionne une erreur relative sur la vitesse du même ordre de grandeur.

Quant à la fréquence d'acquisition, elle est générée par une horloge programmable pilotée par un quartz donnant une précision meilleure que 0,05%. On peut donc en première approximation négliger cette influence.

En négligeant l'erreur sur la distance inter-fibre et sur la fréquence, l'incertitude se réduit simplement à :

$$\frac{\Delta V_s}{V_s} = \frac{1}{n} \quad (4)$$

Plus la vitesse est grande, plus n est petit et plus l'erreur relative est importante. Ainsi à 250 kHz, pour une vitesse de 100 m/s, le maximum de la fonction d'intercorrélacion est au 25ème pixel et l'incertitude relative atteint 4%.

## II.3. Techniques de mesures granulométriques

### II.3.1. Introduction

La définition officielle de l'AFNOR définit la granulométrie comme la science qui a pour objet la mesure des dimensions et la détermination de la forme des particules. En fait, on aperçoit tout de suite la difficulté de la tâche qui consiste à caractériser un objet tridimensionnel avec un seul nombre. Il faudra ainsi toujours avoir en tête que la forme est en fait un facteur très important qui va conditionner le résultat de chaque méthode



granulométrique. Ceci se complique encore lorsque l'on a affaire à des distributions de particules. Les distributions de taille possèdent en fait une information très complète, mais pas toujours facile à utiliser.

Dans ce paragraphe, les principales caractéristiques de quatre techniques granulométriques largement utilisées au cours de ce travail vont être décrites : le tamisage traditionnel, le tamisage "Alpine", le granulomètre Galai et le granulomètre Malvern.

### **II.3.2. Tamisage**

#### **II.3.2.a) Introduction**

Le tamisage est l'opération de séparation physique d'un ensemble d'éléments selon leur grosseur, en employant un ou plusieurs tamis. L'ouverture de maille du tamis correspond à la distance entre deux fils parallèles consécutifs. La forme de la particule vis-à-vis de l'ouverture carrée de la toile de tamis joue alors un grand rôle. Ainsi, une particule allongée pourra passer sur le tamis inférieur, alors que sa longueur est plus grande que la taille de ce tamis. Une particule peut également passer dans le sens de la diagonale de la maille ! En fait, l'interprétation des résultats se complique dès que la forme de la particule s'éloigne de la forme idéale sphérique. Dans notre étude, fort heureusement, les particules ont un facteur de forme compris dans l'intervalle 0,75-1,00.

#### **II.3.2.b) Le tamisage classique à vibration / percussion**

La gamme d'utilisation va de la centaine de millimètres jusqu'à 20 microns (en pratique 40 $\mu$ m). La séparation s'effectue par vibration et / ou percussion de la série de tamis contenant l'échantillon. Les principaux problèmes éventuels liés à cette méthode granulométrique sont le colmatage des toiles, l'attrition des particules et la présence d'électricité statique et d'agglomération (surtout pour les fines particules < 50  $\mu$ m). Le système à percussion combinée permet assez bien de décolmater les mailles, mais est à déconseiller pour les matériaux trop fragiles.

#### **II.3.2.c) Le tamisage Alpine à courant d'air**

Dans cet appareil, un seul tamis est utilisé à la fois (figure 2.7.). Le produit à analyser est mis en mouvement exclusivement par un courant d'air. Ce système permet donc de renoncer à toute influence mécanique (secousses, broyage). Le fort jet d'air en provenance d'une buse longitudinale rotative assure le balayage continu de la toile du tamis, permettant ainsi l'analyse de produits difficiles à tamiser (jusqu'à 10  $\mu$ m).

Cette méthode a été testée par rapport au tamisage classique pour les matériaux électrostatiques. Elle a montré une meilleure aptitude à décoller les fines des grosses particules.

Elle a aussi été utilisée pour procéder à des coupes granulométriques.

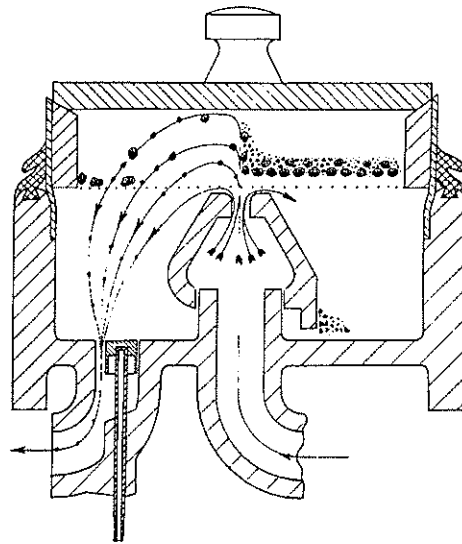


Figure 2.7. : Fonctionnement d'une tamiseuse Alpine

### II.3.2.d) Définitions

Le tamisage fournit une distribution en poids. Les définitions de diamètres moyens utilisés dans ce rapport sont (avec  $x_i$  pourcentage massique recueilli sur le tamis de maille  $d_i$ ) :

- moyenne arithmétique  $d_m = \sum x_i d_i$  ; (5)

- moyenne harmonique  $d_h = 1 / (\sum x_i / d_i)$  ; (6)

- médian massique diamètre correspondant à 50% de la distribution cumulée.

### II.3.3. Granulométrie laser Galai

Le Galai Cis1 relié à un ordinateur, met en oeuvre deux puissantes techniques de mesure optiques (une unité laser et une unité vidéo) dont l'association permet une analyse rationnelle de la taille et de la forme de particules.

La méthode procède par analyse individuelle des particules en interaction avec un faisceau laser focalisé et mobile. L'appareil calcule la répartition granulométrique à l'aide de plusieurs centaines de classes adjacentes. Il est indépendant des caractéristiques physiques du matériau analysé et ne requiert aucune hypothèse de répartition. La gamme de taille mesurable va de 0,5 à 300  $\mu\text{m}$  (deux lentilles 0,5-150  $\mu\text{m}$  et 2-300 extensible à 5-600  $\mu\text{m}$ ). La taille mesurée pour des particules sphériques est le diamètre. Celle d'aiguilles ou de fibres est la plus petite dimension !

Le principe de la méthode repose sur la mesure du temps de transition. Un signal est émis sur un prisme rotatif de vitesse constante (voir figure 2.8.). Pour chaque particule rencontrée par le faisceau laser focalisé, l'appareil mesure le temps mis par le spot mobile

pour passer d'un bord à l'autre de la particule. Un traitement mathématique du signal permet de savoir si on détecte une corde ou un diamètre de la particule. La vitesse constante du spot étant connue, la distance de traversée, ou taille, est alors déduite aisément.

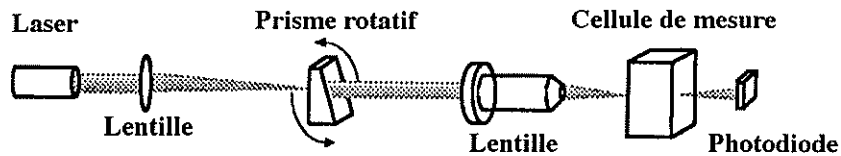


Figure 2.8. : Principe de fonctionnement du Galai (Allen 1997)

Les deux principales sources d'erreur potentielles de la méthode sont les suivantes : interaction défocalisée attribuant à la particule une taille supérieure à la réalité, ou interaction excentrée attribuant à la particule une taille inférieure à la réalité (voir figure 2.9.). Dans les deux cas, la forme du signal produit, différente de celle d'un signal focalisé et centré, est un critère de rejet.

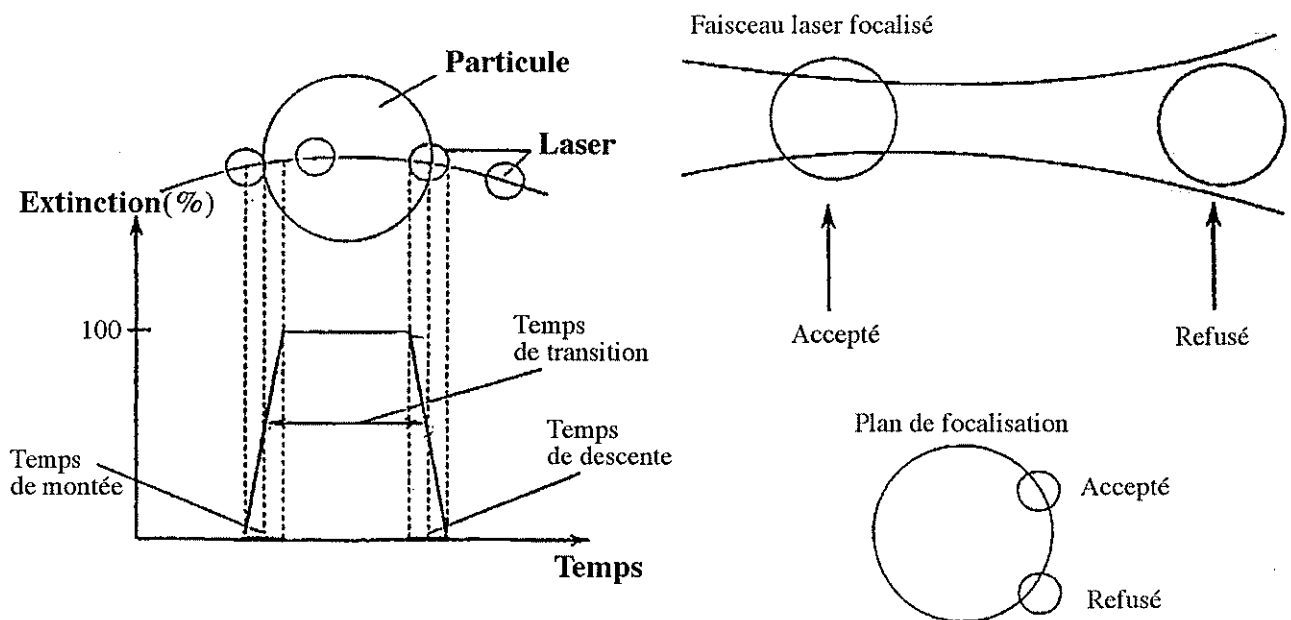


Figure 2.9. : Principales sources d'erreur du Galai

L'appareillage permet de travailler en phase sèche ou en voie liquide. Dans chacun des cas, une procédure d'analyse optimale doit être déterminée et dépend du solide à analyser. En voie sèche, il faut disperser le solide sur une lamelle. Il faut faire attention à ce que les plus grosses particules ne rebondissent ou ne tombent pas de la lamelle, que les fines ne s'agglomèrent pas. En voie liquide, le choix du solvant (densité, viscosité et transparence)

s'avère être l'étape décisive pour obtenir des résultats fiables. Il faut éviter la sédimentation des particules et posséder le meilleur contraste entre le milieu dispersant et dispersé. Enfin, dans tous les cas, le passage d'une lentille à une autre fait intervenir des décalages non négligeables. Il faut donc, en règle générale, pour un solide donné, essayer de travailler toujours avec la même lentille.

L'unité vidéo est dotée d'une source de lumière pulsée et d'un microscope vidéo. Cette technique fournit une analyse de facteur de forme des particules et permet également de vérifier en temps réel la validité des conditions de mesures de taille avec l'unité laser.

Il est à noter que le principe de base granulométrique du Galai repose sur une analyse en nombre. Mais l'appareil est doté de fonctions qui convertissent les distributions en nombre en distributions en surface ou en volume (équivalente à celle en masse).

Si  $f_n(d)$  est la distribution granulométrique cumulée en nombre,  $f_s(d)$  celle en surface et  $f_v(d)$  celle en volume pour la variable taille  $d$ , alors les conversions apportées par le logiciel de l'appareil sont :

$$f_s(d) = k_1 d^2 f_n(d) \quad (7)$$

$$f_v(d) = k_2 d^3 f_n(d) \quad (8)$$

Les définitions des diamètres moyens fournis par le granulomètre laser GALAI utilisés dans cette étude sont (avec  $a_i$  pourcentage en nombre du diamètre  $d_i$  décelé) :

$$\text{- diamètre volume moment} \quad d_{vm} = \frac{\sum a_i d_i^4}{\sum a_i d_i^3} ; \quad (9)$$

$$\text{- diamètre surface volume} \quad d_{sv} = \frac{\sum a_i d_i^3}{\sum a_i d_i^2} ; \quad (10)$$

- diamètre médian volume : diamètre correspondant à 50% de la distribution cumulée.

#### II.3.4. Granulométrie laser Malvern

La méthode repose sur le principe de la diffraction et diffusion de la lumière (voir figure 2.10.). Lorsqu'une particule passe dans la zone de mesure, elle diffracte et diffuse la lumière d'une manière propre à sa taille, à la nature du matériau (propriété optique) et à la nature du dispersant. La tache de diffraction-diffusion se présente sous la forme d'anneaux dont les espacements et les intensités sont directement reliés au volume de la particule analysée. La gamme de mesure s'étend de 0,1 à 2000  $\mu\text{m}$  sur quatre lentilles 0,1-80  $\mu\text{m}$  / 0,5-180  $\mu\text{m}$  / 1,2-600  $\mu\text{m}$  et 4-2000  $\mu\text{m}$ . La taille mesurée de particules sphériques est le diamètre. Celle d'aiguilles ou de fibres est le diamètre de la sphère de même volume que la

particule, même si c'est la plus grande dimension qui passe à travers le laser en suivant les lignes de courant du milieu dispersant.

Le logiciel de traitement des signaux remonte à une distribution de taille en volume à partir de la tache de diffraction-diffusion cumulée correspondant à la contribution de toutes les entités de la distribution granulométrique de la poudre analysée. Le calcul tend à minimiser l'écart entre le signal mesuré et le signal que donnerait la distribution proposée. Le calcul est plus ou moins orienté selon que l'on suppose ou veuille la distribution monomodale ou multimodale (calculs dirigés), polydisperse ou très polydisperse (calcul libre respectivement à partir du centre de la tache de diffraction ou à partir des extrémités). Mais ce n'est pas tout, il faut souligner que le calcul ne peut se faire que si l'on connaît les indices de diffraction complexe du solide et du dispersant. La librairie solide-indice ou dispersant-indice du logiciel n'est malheureusement pas exhaustive. Heureusement, en règle générale, si les particules ne sont pas trop petites ( $>100 \mu\text{m}$ ), le choix d'orientation des calculs ne modifie pas les résultats. Le choix du solide "standard" et du dispersant "assez proche" permettent d'aboutir à des résultats corrects.

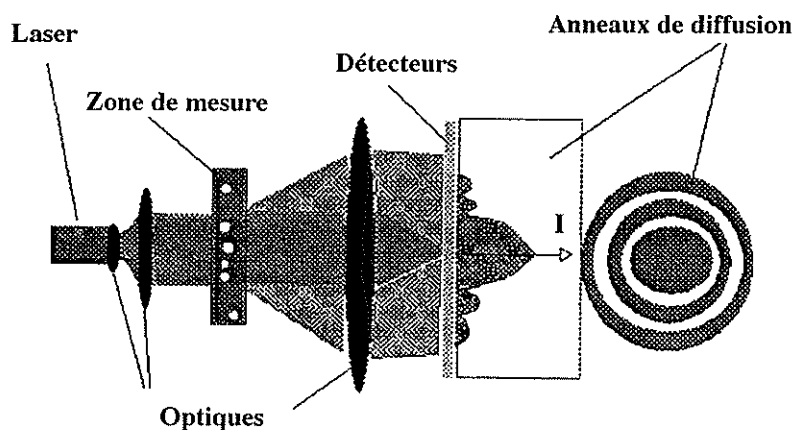


Figure 2.10. : Principe de mesure du Malvern

L'appareillage permet de travailler en phase sèche ou en voie liquide. Dans chacun des cas, il y a des risques de ségrégation, d'agglomération, d'attrition qui fixeront le choix du dispersant (air, liquide, visqueux ou non, transparent...).

La remarque précédemment évoquée pour le Galai au sujet des différentes lentilles, s'applique également pour le Malvern.

Mais contrairement au Galai, le Malvern fournit des distributions en volume, car les intensités des taches de diffraction sont directement proportionnelles aux volumes des particules qui interagissent avec le laser.

Les définitions des diamètres fournis par le granulomètre laser Malvern utilisés dans cette étude sont (avec  $x_i$  pourcentage en volume du diamètre  $d_i$  décelé et  $a_i$  pourcentage en nombre) :

- diamètre volume moment  $d_{vm} = \sum x_i d_i \equiv \frac{\sum a_i d_i^4}{\sum a_i d_i^3}$  ; (11)

- diamètre surface volume  $d_{sv} = \frac{1}{\sum x_i / d_i} \equiv \frac{\sum a_i d_i^3}{\sum a_i d_i^2}$  ; (12)

- diamètre médian volume diamètre correspondant à 50% de la distribution cumulée.

### II.3.5. Comparaison des différentes techniques

#### II.3.5.a) Introduction

Pour étudier le comportement d'un solide dans notre installation, il faut avant tout être capable de caractériser fidèlement sa distribution granulométrique avant et après impact. La question qui se pose est alors quelle méthode d'analyse granulométrique choisir ? En fait chaque méthode fonctionne sur un principe différent qui influe sur le résultat final. Une étude préliminaire a permis de se rendre compte de la disparité des résultats obtenus par différentes techniques avec le même échantillon.

#### II.3.5.b) Diamètres moyens

Rappelons que le granulomètre laser Galai effectue une analyse en nombre alors que le tamisage et le granulomètre Malvern fournissent une distribution en poids ou en volume. Mais si l'on effectue une hypothèse sur la forme des particules, il y a une équivalence théorique entre certains diamètres "en nombre" et certains diamètres "en masse" .

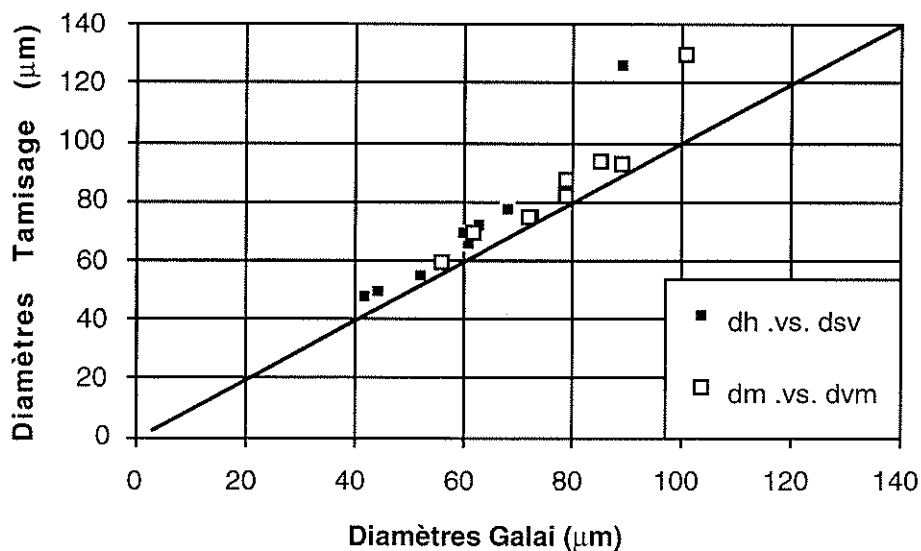


Figure 2.11. : Comparaison des diamètres obtenus par tamisage et par le granulomètre Galai pour le verre

L'hypothèse effectuée repose sur un facteur de forme constant pour toutes les particules de la distribution. La moyenne arithmétique  $d_m$  est alors équivalente au diamètre volume-moment  $d_{vm}$ , et la moyenne harmonique  $d_h$  est alors équivalente au diamètre surface-volume  $d_{sv}$ .

La figure 2.11. représente les différents diamètres comparables déterminés à partir des mêmes échantillons de billes de verre, par les techniques Galai et tamisage. Dans ce cas, bien que les particules soient très sphériques il existe toujours une différence entre les deux méthodes. Cette différence est accentuée aux grandes tailles : les résultats de tamisage sont toujours plus grands que ceux du Galai.

La figure 2.12. (respectivement 2.13.) fournit des résultats pour une hydrargillite radiale (respectivement mosaïque), nettement moins sphérique que le verre. Les résultats de tamisage sont plus grands que ceux du Malvern pour le couple  $(d_h, d_{sv})$ . Par contre, on peut assimiler les diamètres  $d_m$  et  $d_{vm}$  dans l'intervalle de taille 30-100  $\mu\text{m}$  (respectivement 30-130  $\mu\text{m}$ ).

En fait, le décalage entre les techniques n'est pas étonnant puisqu'elles reposent sur des principes de mesure différents. Mais, il faut aussi se rendre compte que ce décalage dépend également du solide et surtout de sa forme.

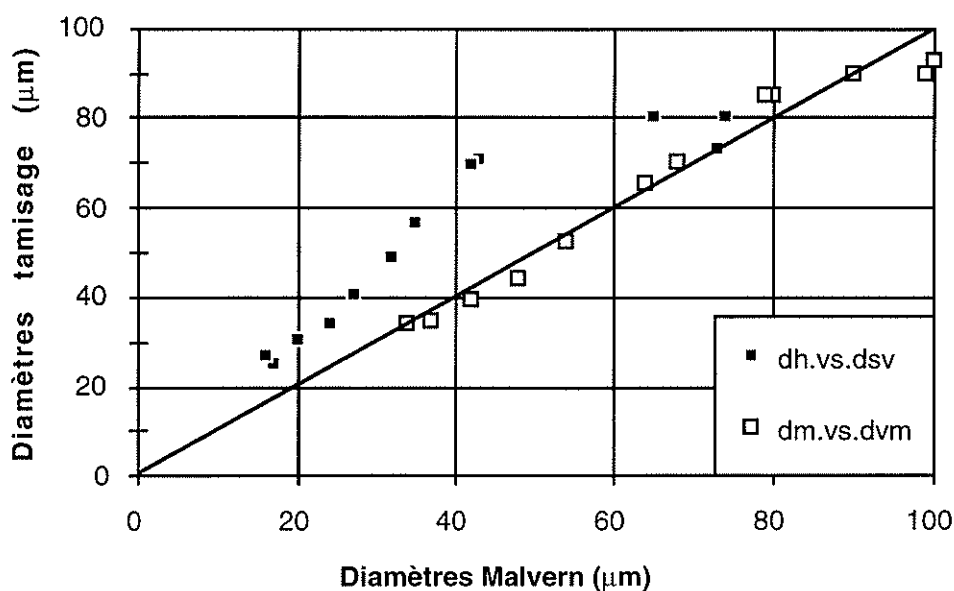


Figure 2.12. : Comparaison des diamètres obtenus par tamisage et par le granulomètre Malvern pour l'alumine hydratée G

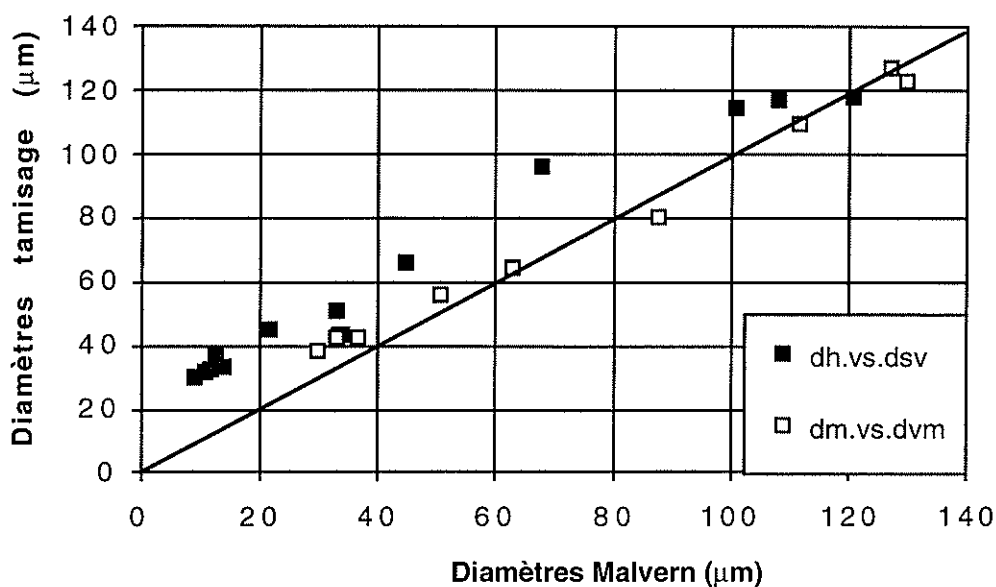


Figure 2.13. : Comparaison des diamètres obtenus par tamisage et par le granulomètre Malvern pour l'alumine hydratée F

### II.3.5.c) Distributions granulométriques

La figure 2.14. ci-dessous permet de se rendre compte des positions relatives des histogrammes granulométriques issus de trois techniques granulométriques pour trois solides étudiés. Les sphéricités sont supérieures à 0,85 : on se trouve donc dans une situation où le rôle de la forme des particules devrait être minime.

Dans le cadre restreint de notre étude, on observe toujours que la courbe du Galai se trouve à gauche de celle du Malvern. Ceci est attendu si on se rappelle que pour le Galai, à l'extrême, le diamètre mesuré dans le cas d'aiguilles ou de fibres est la plus petite dimension .

Le tamisage Alpine donne des courbes de fréquence correspondant à des tailles plus petites que le tamisage classique. En effet, une des caractéristiques de l'Alpine est de pouvoir mieux séparer les fines des grosses, d'où un déplacement vers les petites tailles.

La tendance générale du tamisage par rapport à la granulométrie laser est qu'elle donne des tailles supérieures. Cela est surprenant car on s'attendait à observer un décalage vers les fines des courbes de tamisage. En effet une situation typique du tamisage consiste à voir passer des particules allongées sur les tamis inférieurs, alors que leur longueur est plus grande que la taille des mailles du tamis.



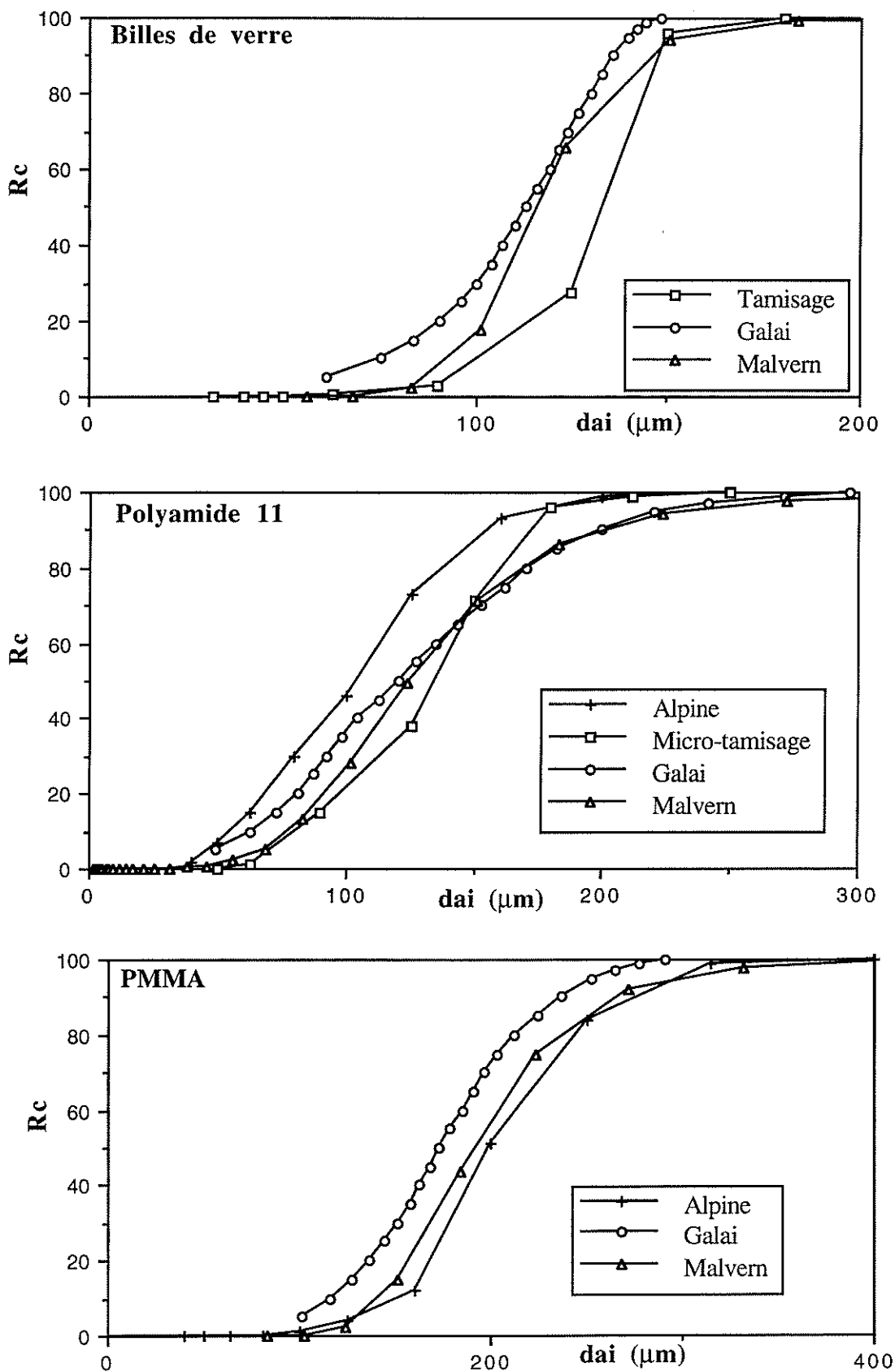


Figure 2.14. : Comparaison des distributions granulométriques obtenues par différentes techniques pour trois solides différents

### II.3.6. Reproductibilité, fiabilité

#### II.3.6.a) Généralités

Si les conditions d'échantillonnage sont scrupuleusement respectées, la reproductibilité dépend essentiellement du solide, elle est donc difficile à estimer. En règle générale, tout ce qui peut nuire à la coulabilité du solide nuit à l'efficacité du tamisage : la forme des particules, la propension à former des agglomérats, l'électricité statique, l'humidité...

Généralement, le Malvern est en tête des différentes techniques avec souvent une reproductibilité de 1 % sur les diamètres moyens. Les trois autres méthodes ont des reproductibilités plus variables de 2 à 10 %. Elle dépend très fortement des conditions opératoires pour le Galai.

#### II.3.6.b) Tamisage du polyamide

Pour les billes de verre, la reproductibilité est excellente avec des écarts de 1 à 3% sur les diamètres moyens. Il n'en est pas de même avec le polyamide 11.

La figure 2.15. révèle la difficulté d'obtenir des résultats fiables avec ce polymère aux propriétés électrostatiques perturbatrices. Malgré un nettoyage soigneux des tamis avec un solvant (alcool,  $\text{NH}_4\dots$ ), les diamètres moyens diminuent au cours du temps sur des périodes très longues.

Finalement, pour ce solide, le tamisage classique n'est pas approprié. On préférera le tamisage Alpine ou un granulomètre laser. Les écarts observés entre le tamisage classique et le tamisage Alpine atteignent dans ce cas 20% pour les diamètres moyens.

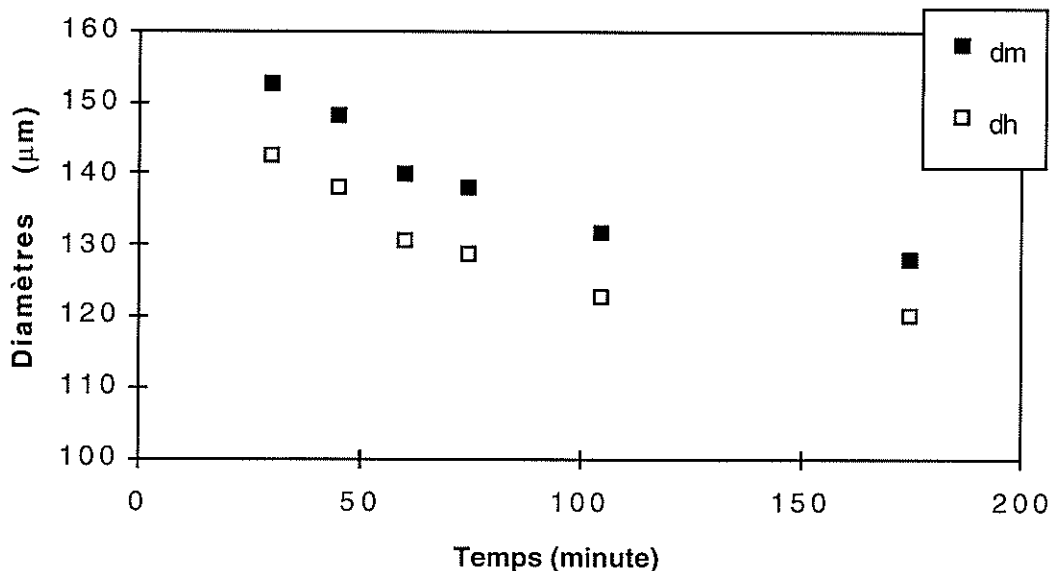


Figure 2.15. : Evolution avec le temps des diamètres moyens obtenus par tamisage du PA11 initial

### II.3.7. La détection des multimodales

Un trait caractéristique du Malvern est de lisser plus ou moins les courbes granulométriques qu'il détermine. C'est pourquoi, même quand on choisit le mode de calcul le moins directif, il peut masquer la présence de bimodales, d'autant plus lorsque les deux modes de la distribution sont proches. Le constructeur affirme que l'appareil est capable de séparer deux pics si les modes sont dans un rapport d'au moins 1,5-1,7.

Le Galai, quant à lui, n'a pas du tout cette caractéristique. Au contraire, il donne souvent des histogrammes très "découpés". Il est donc plus résolutif que le Malvern dans ce cas précis.

La résolution du tamisage dépend bien entendu du nombre de tamis choisi, on est malheureusement dépendant des séries normalisées.

La détection des multimodales dans le domaine du broyage n'est pas un problème, car en général les pics sont très éloignés.

### II.3.8. Le masquage des fines

C'est un problème souvent rencontré lorsqu'on travaille en distribution volumique. Dans cette représentation, une particule de 100  $\mu\text{m}$  a autant d'importance que 1000 particules de 10  $\mu\text{m}$ . En tamisage, une perte de fines au cours de l'opération ne changera pas beaucoup la répartition granulométrique. Le Malvern, qui lui aussi fonctionne avec une détection en volume a cette même caractéristique. Il est capable de remonter à une distribution en nombre, mais le calcul risque d'introduire des erreurs. Le Galai, quant à lui a l'avantage de compter les particules dès le départ.

Si l'on désire néanmoins utiliser une technique "en volume", on préférera travailler avec le diamètre moyen harmonique ou le diamètre de Sauter (c'est-à-dire le  $d[3,2]$ ) plutôt que le diamètre moyen arithmétique ou le  $d[4,3]$ . Les premiers prennent plus en compte la présence de fines.

### II.3.9 Conclusions

Chaque appareil a ses points forts et ses points faibles, mais il ne faut pas oublier qu'aucune de ces méthodes ne donne un résultat "absolu".

Un autre point important est que les méthodes de granulométrie laser sont très sensibles aux conditions de mesure. En fait, il existe des conditions optimales de mesure qu'il faut rechercher : choix de la phase sèche ou liquide, choix du dispersant... Cette recherche doit s'effectuer chaque fois qu'un nouveau solide est étudié.

Dans notre cas, nous avons besoin d'une technique comparative qui donne une représentation fidèle des distributions granulométriques. A cette fin, on doit seulement s'assurer que l'appareil mesure les particules primaires et non pas des agglomérats ou des grosses sur lesquelles sont collées des fines. Une étude préliminaire doit être entreprise pour chaque solide. On peut par exemple estimer l'importance du phénomène d'adhésion des fines sur les grosses en prenant des photos au microscope électronique à balayage.

## II.4. Hydrodynamique du jet

### II.4.1. Description du jet

La configuration d'un jet frappant une surface solide correspond habituellement à celle d'un jet circulaire rencontrant une surface plane, sous un angle de 90° et dans un milieu environnant considéré immobile. Un tel écoulement se compose de deux régions principales : une zone de jet libre issu de la buse d'accélération et une zone d'arrêt.

La figure 2.16. représente les différentes régions composant l'impact d'un jet axisymétrique.

#### II.4.1.a) Zone de jet libre

Un jet libre est considéré turbulent si le nombre de Reynolds du fluide  $Re_g = \frac{(\rho_g D_s U_g)}{\mu_f}$  est supérieur à 2000 (calculé en sortie de buse).

Un jet libre turbulent entraîne, au fur et à mesure qu'il se propage, le fluide environnant. Il se décompose en 4 régions principales, selon la figure 2.16. (Marcant 1991, Martin 1977, Beltaos 1973, Nosseir 1986) :

- zone 1 : la région d'établissement du jet : elle se compose d'un noyau potentiel (centré sur l'axe de symétrie du jet) entouré d'une zone de mélange du jet avec le milieu environnant ;
- zone 2 : la région de transition : elle commence à  $z_1$  compris entre 4 et 6\* $D_s$  et finit à  $z_2$  compris entre 8 et 15\* $D_s$  selon les auteurs de la littérature ;
- zone 3 : la région principale du jet, à partir de laquelle l'écoulement établi est atteint (profils radiaux de vitesse, de concentration et de température) ;
- zone 4 : la région de phase terminale: on remarque une diminution rapide de la vitesse axiale du gaz sur une très courte distance.

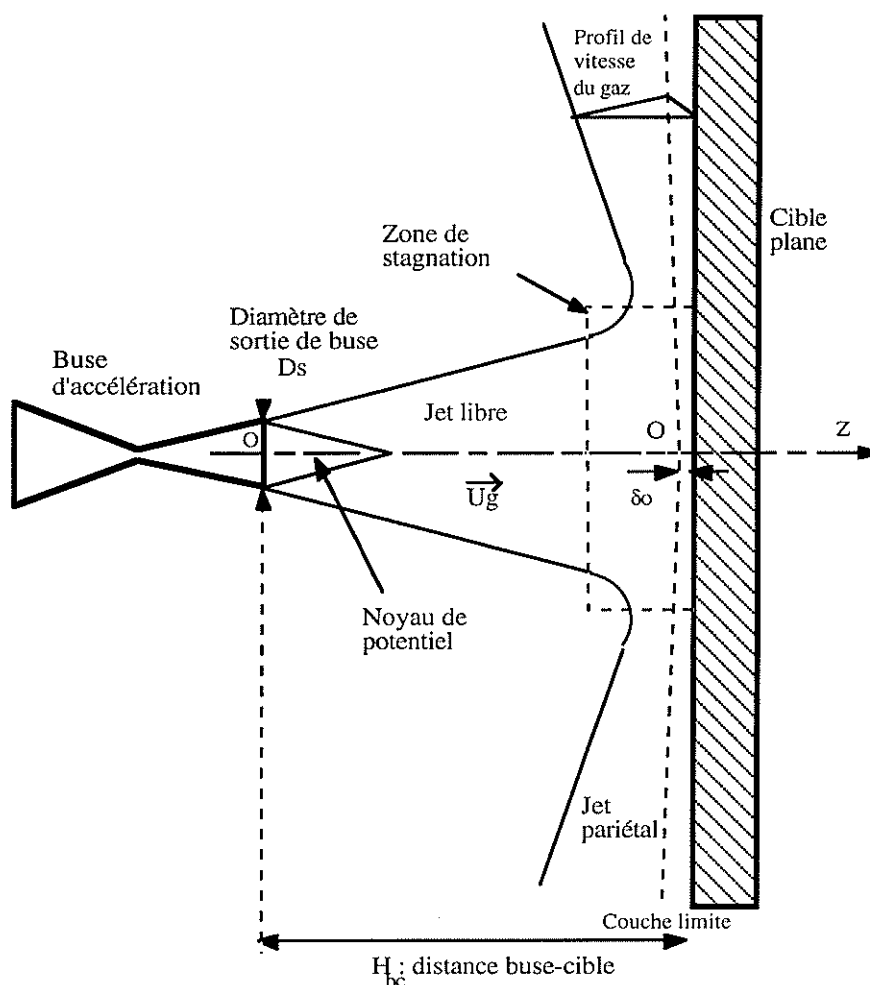


Figure 2.16. : Schéma d'un jet libre frappant une cible plane

#### II.4.1.b) Zone d'arrêt

Il s'agit de la région où le courant gazeux est dévié. Dans cette partie du jet, il y a apparition d'une composante radiale de la vitesse gazeuse qui augmente, lorsque l'on s'éloigne du point d'arrêt du jet O. Simultanément, la composante axiale de ce vecteur diminue au fur et à mesure que le gaz s'approche de la plaque. La zone d'arrêt débute à proximité de la paroi. Avec une zone circulaire, on estime l'épaisseur et le rayon de cette région aux valeurs respectives de  $1,2 \cdot D_s$  et  $1,5 \cdot D_s$ .

#### II.4.1.c) Diamètre du jet

Afin d'obtenir expérimentalement une estimation de l'épaisseur du jet diphasique, une campagne de mesure de vitesses a été menée à différentes positions à l'intérieur du jet diphasique. Pour cela on déplace progressivement la nappe laser de l'axe du jet vers l'extérieur. Tous les millimètres, une acquisition de vitesse avec la sonde Vector est lancée. La figure 2.17. donne les valeurs des vitesses ainsi déterminées en fonction de la

distance radiale (axe du jet - nappe laser). La distance à partir de laquelle la vitesse mesurée chute brusquement correspond au demi diamètre du jet.

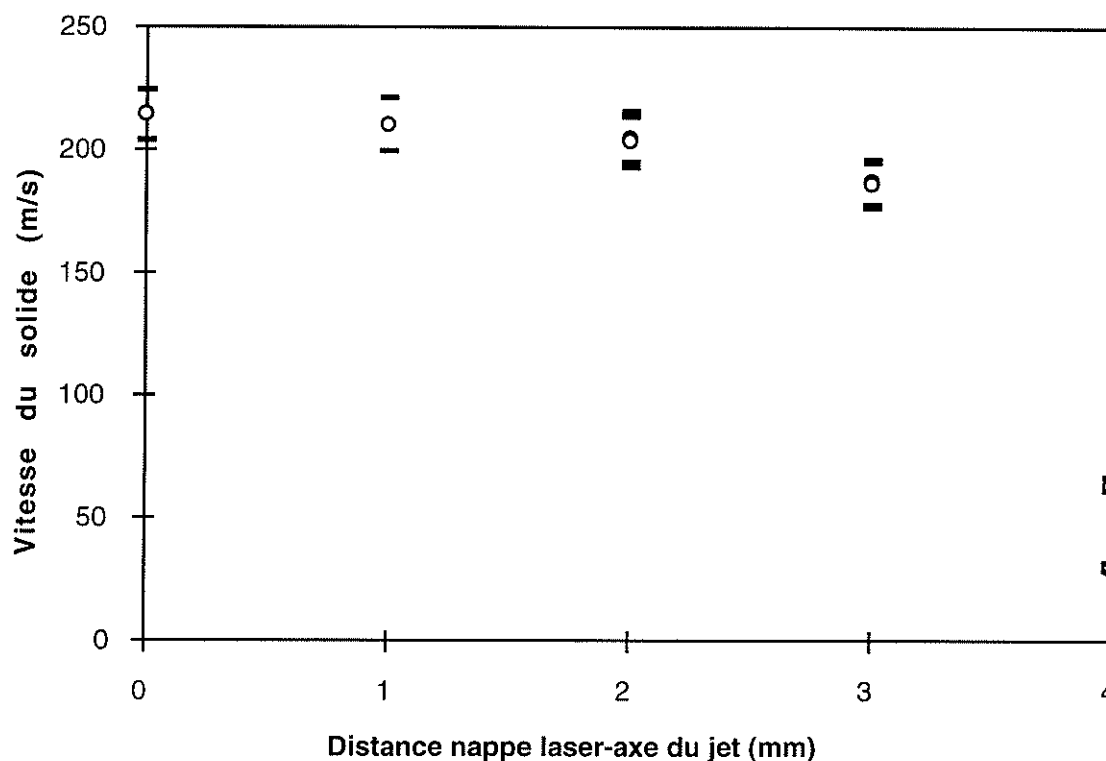


Figure 2.17. : Vitesse du polyamide en fonction de sa position radiale dans le jet.  
Buse 1. Taux de charge 0,01.

La buse utilisée a un angle du divergent de  $0,7^\circ$  et un diamètre de sortie de 4,5 mm. Le décrochement observé aux environs de 2,5 à 3 mm semble correct. La sonde optique est située à une côte  $z \approx 2$  cm et à cette position axiale, le diamètre calculé à partir de l'angle du divergent est de l'ordre de 5 mm.

#### II.4.1.d) Choix de la distance d'attaque

Le jet libre en sortie de buse ne doit pas être perturbé par la zone d'arrêt. Il est donc nécessaire que l'impact se situe dans la zone établie du jet libre (zone 2). L'impact devra avoir lieu à une distance  $H_{bc}$  supérieure à  $8 \cdot D_s$  ou  $10 \cdot D_s$ . Dans notre cas la distance d'attaque  $H_{bc}$  utilisée est maintenue à  $55 \text{ mm} \pm 2 \text{ mm}$  ( $H_{bc} / D_s > 10$ ).

#### II.4.2. Inertie des particules incidentes

Après avoir déterminé la vitesse moyenne du solide, il faut s'assurer que les particules incidentes du jet ne sont pas déviées par la couche d'air de déplacement latéral se formant

au niveau de la cible. Leur inertie doit être suffisante pour que la trajectoire ne soit pas perturbée par les lignes de courant du fluide à proximité de la zone d'arrêt.

En effet, le but étant d'étudier la fragmentation du solide, il convient que le vecteur vitesse reste sensiblement constant de la zone de mesure vélocimétrique jusqu'à la cible. Si les particules ont une inertie trop faible, elles suivent le courant gazeux sans impacter la cible.

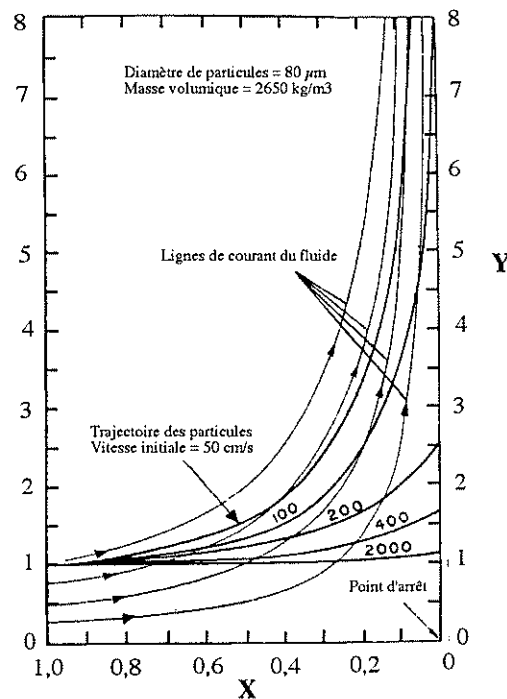


Figure 2.18. : Trajectoires de particules de quartz de 80 µm au voisinage de la zone de stagnation. X et Y sont des coordonnées réduites (Laitone 1990)

Les travaux de Laitone (1979) concernant l'évolution de la trajectoire des particules de quartz de 80 µm à proximité de la zone d'arrêt confirme l'importance de l'inertie des particules sur la dynamique de l'impact. Les résultats de la figure 2.18. montrent clairement que la vitesse incidente doit être suffisamment importante pour que la trajectoire des particules ne soit pas perturbée.

Cet auteur définit un nombre d'inertie  $\lambda$  comme le rapport du temps de réponse aérodynamique au temps caractéristique de l'écoulement :

$$\lambda = \frac{\rho_s d_p^2 Re_p C_d U_g}{432 \mu_f H_{bc}} \quad (13)$$

Avec	$Re_p = \frac{(U_g - V_s) \rho_g d_p}{\mu_f}$	nombre de Reynolds particulaire (-) ;
	$U_g$	vitesse du gaz (m/s) ;
	$V_s$	vitesse du solide (m/s) ;
	$\rho_g$	masse volumique du gaz (kg/m <sup>3</sup> ) ;
	$\rho_s$	masse volumique du solide (kg/m <sup>3</sup> ) ;
	$d_p$	diamètre des particules (m) ;
	$\mu_f$	viscosité du fluide (18 10 <sup>-6</sup> Pa.s à 25°C) (Pa.s) ;
	$H_{bc}$	distance buse-cible (55 10 <sup>-3</sup> m) (m) ;
	$C_d$	coefficient de traînée (0,5) (-) ;

Pour que les particules atteignent la cible, il faut impérativement que  $\lambda$  soit supérieur à 1 dans toute la gamme des vitesses balayée. La figure 2.19. montre que  $\lambda$  est toujours plus grand que 10. Même avec la coupe 32-45  $\mu\text{m}$  de l'hydrargillite G et pour les vitesses étudiées les plus basses,  $\lambda$  n'atteint jamais 1.

#### II.4.3. Efficacité d'accélération

L'accélération d'un solide par un courant gazeux est fonction de différents paramètres dont sa taille et sa densité. Les gammes des vitesses pour le solide et le gaz porteur sont respectivement de 4 - 500 m/s et 8 - 900 m/s .

La figure 2.20. donne la relation  $V_s = f(U_g)$  de quelques solides étudiés. Pour des tailles sensiblement égales (sauf le PMMA), le polyamide est plus facilement accéléré du fait de sa faible densité (rapport de 2,5). Le PMMA est situé entre le polyamide et les autres solides. Il subit les effets opposés de sa taille importante et de sa faible densité.

Une autre façon de représenter les capacités d'accélération d'une buse consiste à raisonner en puissance fournie au jet diphasique  $P_u$ . Elle est définie de la façon suivante :

$$P_u = P_j Q_j \quad (14)$$

avec	$P_j$	différence de pression entre entrée et sortie de buse (Pa) ;
	$Q_j$	débit volumique gazeux (m <sup>3</sup> /s) .

Sur la figure 2.21., on constate que toutes les courbes sauf celle du PMMA se superposent. Pour une puissance identique fournie au jet diphasique on fournit la même énergie cinétique volumique au solide. Ceci n'est pas étonnant puisque ces solides ont sensiblement la même taille.



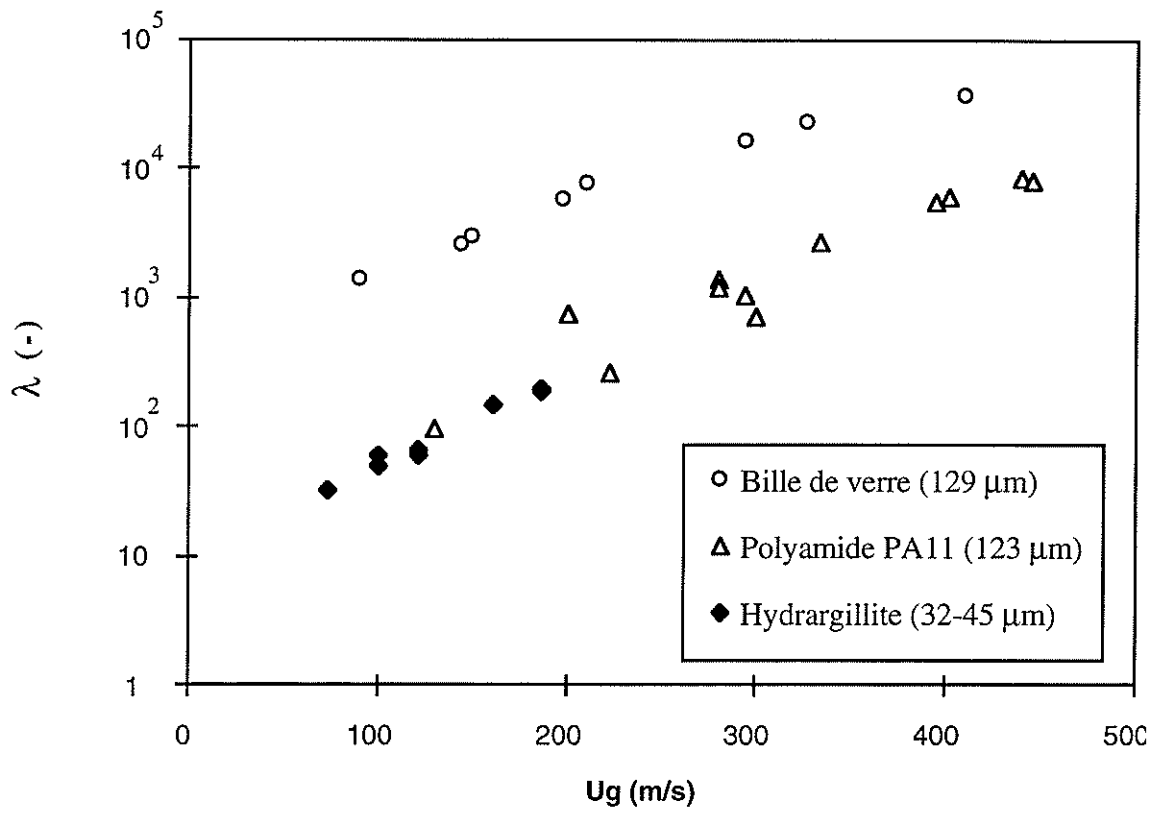


Figure 2.19. : Nombre d'inertie pour différents solides en fonction de la vitesse du gaz

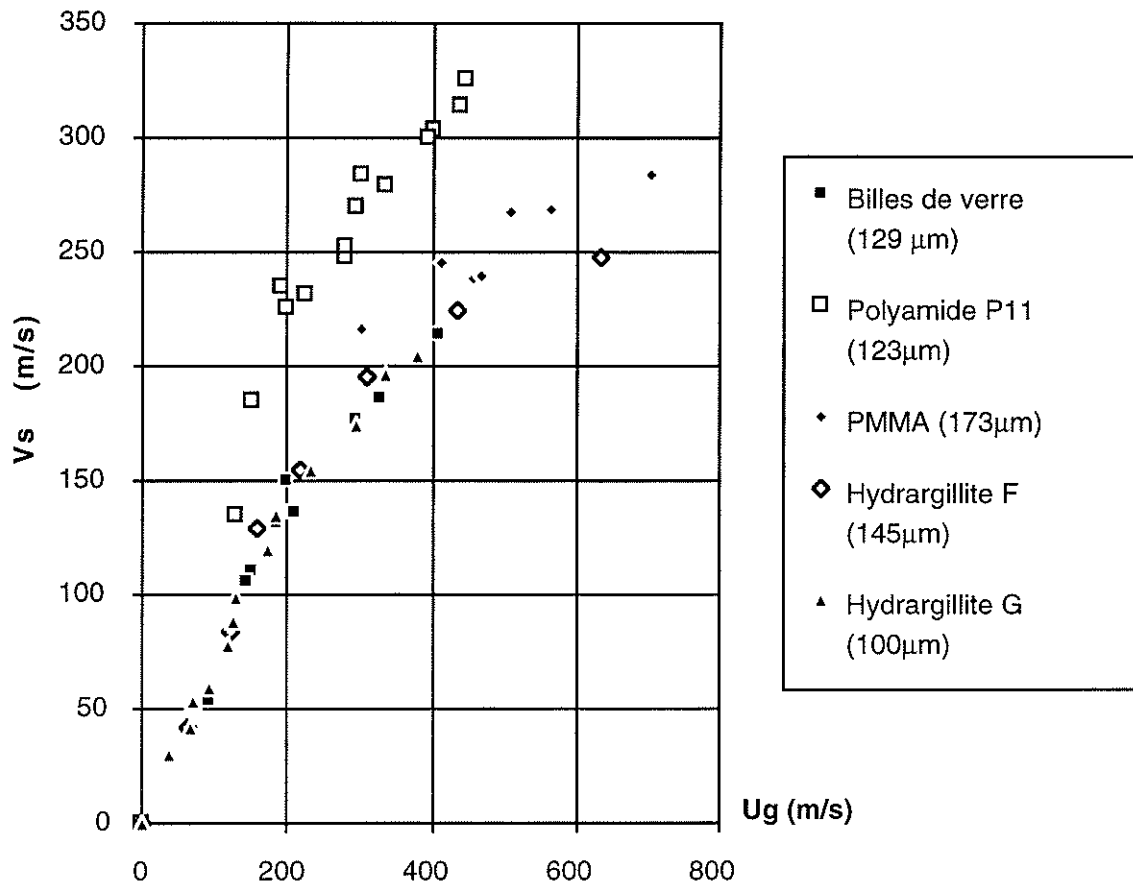


Figure 2.20. : Relation entre la vitesse des particules et la vitesse d'éjection du gaz pour différents matériaux

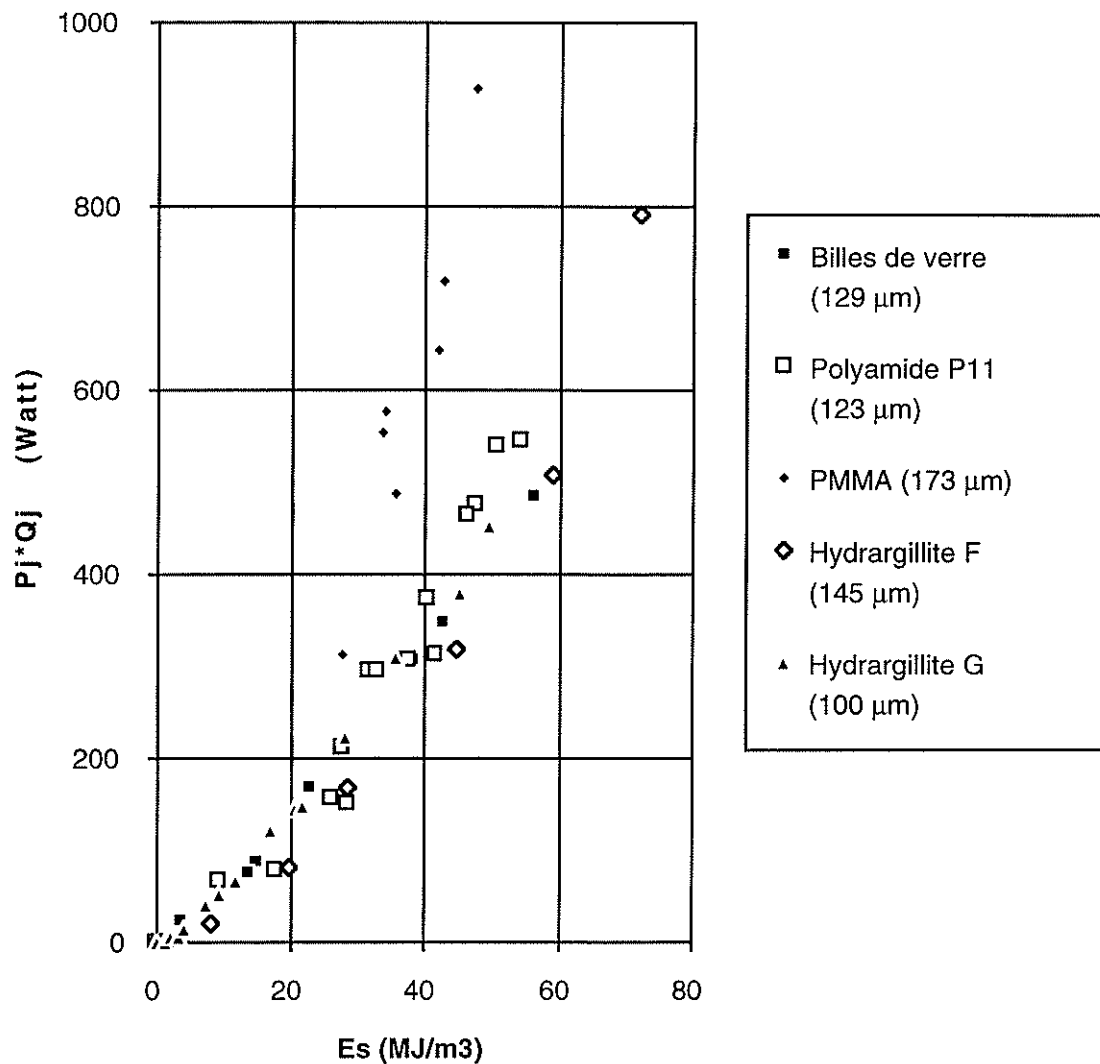


Figure 2.21. : Variation de la puissance fournie au jet diphasique en fonction de l'énergie cinétique volumique des particules (buse 1)

### III . ESSAIS

#### III.1. Choix des variables opératoires

Les actionneurs hydrodynamiques sont le débit massique d'air  $W_j$  et le débit massique de solide  $W_s$ . La nature du solide est également un actionneur étudié.

La nature de la cible (en carbure de silicium) et l'angle d'attaque (de 90°) ont été maintenus constants dans les tests de broyabilité classiques.

Pour caractériser statistiquement le jet diphasique air-solide, les vitesses superficielles suivantes ont été utilisées (figure 2.22.).

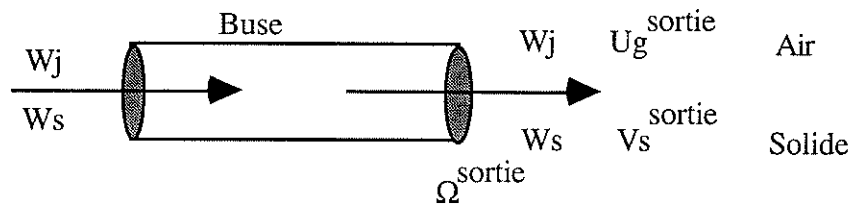


Figure 2.22. : Débits et vitesses en entrée et sortie de la buse

En sortie de buse de section  $\Omega^{\text{sortie}}$ , la vitesse superficielle de l'air  $U_g^{\text{sortie}}$  se définit à partir du débit massique d'air  $W_j$ , de la fraction volumique de l'air  $(1-\alpha_s)$ , où  $\alpha_s$  est la fraction volumique du solide, et de sa masse volumique  $\rho_g^{\text{sortie}}$  par :

$$W_j = \rho_g^{\text{sortie}} (1 - \alpha_s) \Omega^{\text{sortie}} U_g^{\text{sortie}} \quad (15)$$

De même, pour le solide, sa vitesse superficielle  $V_s^{\text{sortie}}$  s'exprime en fonction de sa fraction volumique  $\alpha_s$ , de son débit massique  $W_s$  et de sa masse volumique de grain  $\rho_s$  :

$$W_s = \rho_s \alpha_s \Omega^{\text{sortie}} V_s^{\text{sortie}} \quad (16)$$

Connaissant la vitesse moyenne locale des particules en sortie de buse, ainsi que le débit massique de solide, il est donc possible de connaître la concentration en solide à cet endroit.

La gamme des vitesses est comprise entre 4 et 500 m/s. C'est l'influence directe de l'énergie fournie au jet diphasique sous forme d'énergie cinétique, et donc au solide qui sera étudiée.

Le tableau 2.1. permet de clarifier l'interdépendance des variables opératoires pour un solide de taille donnée accéléré dans une buse de géométrie donnée.

Type	Variables dépendantes	Variables indépendantes
<b>Aérodynamique</b>	$V_s$ : vitesse solide $U_g$ : vitesse fluide $\alpha_s$ : concentration solide	$W_s$ : débit solide $W_j$ : débit fluide
<b>Typologie impact</b>		distance d'attaque angle d'attaque forme cible forme solide
<b>Dynamique impact</b>	propriétés de la cible propriétés du solide	nombre d'impacts

Tableau 2.1.: Liste des variables opératoires

Ainsi, bien que l'on puisse réguler le débit de solide indépendamment de celui du fluide, il existe une relation  $V_s = f(U_g)$ . Par ailleurs, pour calculer le temps de rebond d'un solide sur une cible, il faut intégrer les propriétés mécaniques combinées du solide et de la cible.

## III.2. Optimisation des conditions opératoires

### III.2.1. Influence de la cible

Une étude préliminaire (Mebtoul 1994) a permis de montrer que l'on pouvait s'affranchir de l'influence de la cible dans l'étude de l'impact d'une particule sur cette dernière. En effet, généralement, dans les tests rencontrés dans la littérature, le comportement en impact d'un solide dépend du couple (solide-cible). Mais, si on s'arrange pour travailler avec une cible dont le module d'Young est suffisamment élevé, supérieur à 100 GPa, on observe qu'il n'y a plus de modification comportementale avec la nature de la cible. Donc, dans le cas où l'on utilise une cible en carbure de silicium, de module de 410 GPa, on s'affranchit de l'influence de la cible.

Tout l'intérêt de notre test réside dans la suppression de cette dépendance opératoire. Une fois que la cible satisfait à cette condition, l'étude de l'impact d'un solide dans notre installation expérimentale reflète parfaitement le comportement du solide seul.

### III.2.1. Conditions d'obtention d'un jet dilué

La concentration en solide a toujours été maintenue dans un domaine de régime dilué, de telle façon que toutes les interactions solide-solide et solide-paroi soient toujours très faibles afin d'étudier seulement l'impact sur cible :

- \* concentration volumique en sortie de buse  $\alpha_s \approx 10^{-5}$  ;
- \* taux de charge  $\mu \approx 10^{-1}$  .

Dans ces conditions (Mebtoul 1994), on peut être assuré que les phénomènes d'attrition sont minimales devant ceux que l'on veut étudier, c'est-à-dire l'impact d'un jet diphasique sur une cible perpendiculaire au jet.

## III.3. Les différents solides utilisés

Une méthodologie commune a été mise en oeuvre pour l'étude d'une vaste gamme de solides de nature très différente : des matériaux minéraux tels que le verre, le sable ou une alumine hydroxylée, des polymères (polyamide, PMMA, résines...). Une étude systématique comparative a été menée sur 6 solides (voir tableau 2.2. et en annexe 5).

Solide	Diamètre: arithm ( $\mu\text{m}$ )	Masse volumique ( $\text{kg}/\text{m}^3$ )	Module d'Young (GPa)	Coefficient de Poisson (-)	Dureté Moh
Billes de Verre	129	2460	70	0.25	6
Sable	109	2640	74	0.16	6
$\text{Al}(\text{OH})_3$	93	2350	-	-	3.5
Polyamide 11	123	1030	0.012	-	3
$\text{NaCl}$	400	2160			2.5
PMMA	173	1180	3.3	0.4	3

Tableau 2.2. : Propriétés physiques des matériaux

### III.3.1. Billes de verre

Les microsphères de verre pleines utilisées (société SOVITEC) sont de composition sodocalcique et correspondent à une coupe 90-150  $\mu\text{m}$ .

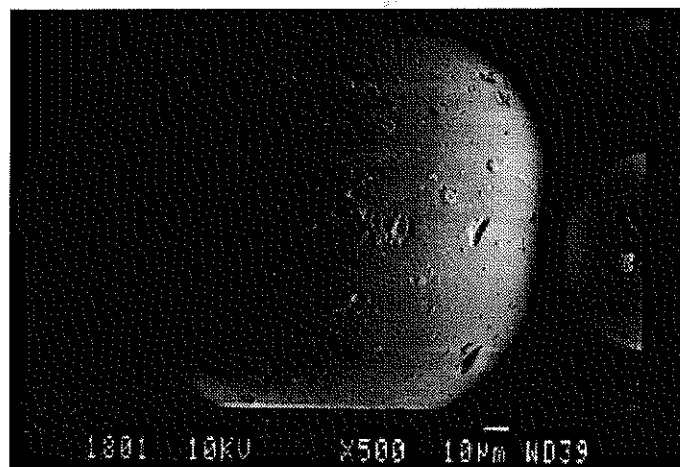


Figure 2.23. : Photographie prise au MEB d'une bille de verre

Elles sont sphériques, d'une surface lisse et de densité 2,46. Leurs principales propriétés mécaniques sont données dans le tableau 2.2. Leur température de ramollissement est  $T_r = 730 \text{ }^\circ\text{C}$ .

Il faut signaler ici la particularité de leur fabrication. En tête de procédé, du verre est broyé, puis est dispersé dans une colonne de sphérulisation. Dans cette dernière, les éclats de verre fondent et prennent la forme de gouttelettes sphériques, correspondant à la conformation de surface minimale. De ce fait, des défauts de type inclusions de bulles d'air peuvent survenir et affaiblir la résistance de certaines billes face à l'impact.

### III.3.2. Sable

Le sable provient d'une coupe 90-125  $\mu\text{m}$  de la société SIFRACO. Il se compose essentiellement de silice ( $\text{SiO}_2$  à plus de 99%) et de traces d'autres oxydes minéraux :  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{K}_2\text{O}_2$ ,  $\text{TiO}_2$  et  $\text{K}_2\text{O}$ . Comme le verre, c'est un corps amorphe, mais il possède une forme assez différente d'une sphère avec de nombreuses arêtes vives.

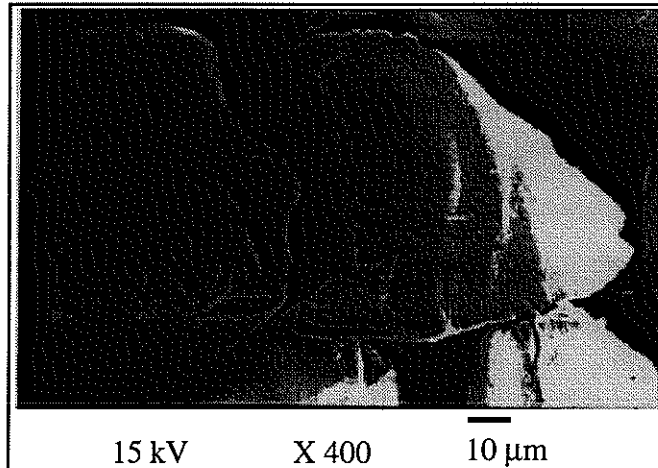


Figure 2.24. : Photographie prise au MEB de particules de silice

### III.3.3. Alumine hydroxylée

L'alumine hydroxylée utilisée pour l'étude systématique est une hydrargillite de synthèse provenant de la société Pechiney. L'analyse au microscope électronique à balayage met en évidence la complexité de sa structure avec deux sous-structures des grains. Une particule se présente sous la forme d'un assemblage de plaquettes ou tablettes pseudo-hexagonales qui sont elles-mêmes formées d'un empilement de feuillets.

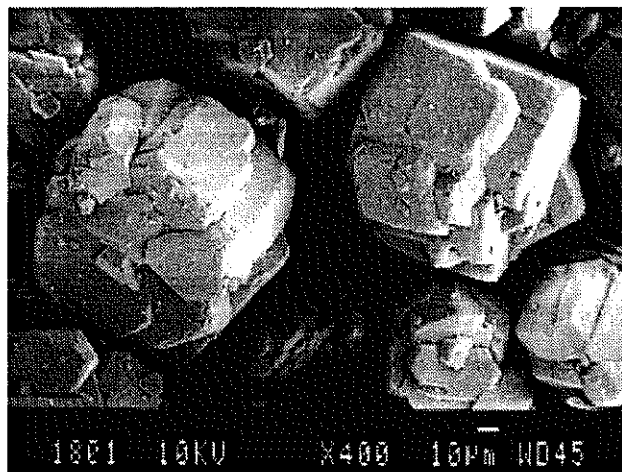


Figure 2.25. : Photographie prise au MEB de particules d' $\text{Al}(\text{OH})_3$

On peut alors envisager différentes zones de fragilité : une au niveau de l'empilement en feuillets des plaquettes et une au niveau de l'association en "rose des sables" des plaquettes.

### III.3.4. Polyamide PA11

Le premier polymère étudié est un polyamide 11 de masse moléculaire  $4500 \pm 500$  g/mol.

Sa formule est :

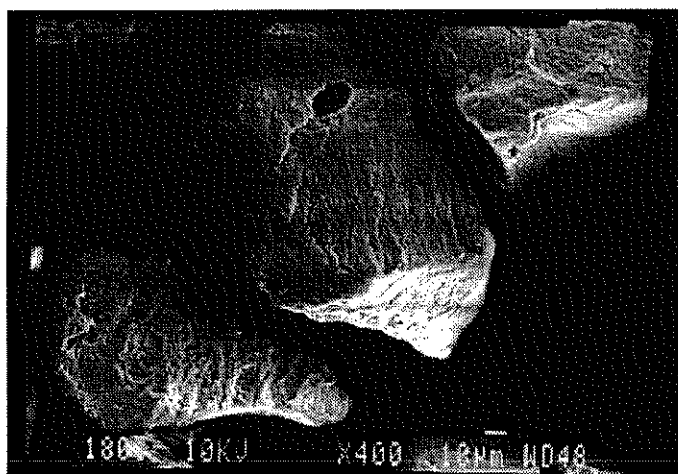
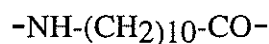
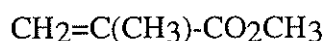


Figure 2.26.: Photographie prise au MEB de particules de polyamide 11.

C'est en fait un prépolymère broyé de la société Elf-Atochem, qui a subi en outre un séchage ( $\% \text{H}_2\text{O} < 0,07 \%$ ), un tamisage et l'ajout d'additifs d'écoulement. Son pré-traitement a donc pu fragiliser certaines particules. Ce polymère a une structure semi-cristalline, c'est-à-dire qu'elle se compose d'une suspension de cristallites (phase cristalline) dans une matrice vitreuse (phase amorphe). Dans les cristallites, les entités cristallisées, les chaînes ont une configuration en zig-zag plan avec de faibles valeurs de section droite. Entre les chaînes, en plus des forces de Van der Waals, on trouve des liaisons hydrogènes intermoléculaires de forte énergie. En outre, sa température de transition vitreuse est de  $38^\circ\text{C}$ , et sa température de fusion de  $180^\circ\text{C}$ . D'autres caractéristiques du polymère sont rassemblées dans le tableau 2.2.

### III.3.5. Polyméthacrylate de méthyle (PMMA)

Ce polymère amorphe fabriqué par le procédé classique en suspension par la société Elf-Atochem a une structure amorphe, se rapprochant ainsi du verre. Sa densité est de 1,18. La formule du monomère est :



Les chaînes ont une structure hélicoïdale dans la maille cristalline et il existe des liaisons intermoléculaires plus faibles que chez les polyamides. Les particules sont des sphères quasi-parfaites. La température de transition vitreuse (respectivement de fusion) vaut  $110^\circ\text{C}$  (respectivement  $220^\circ\text{C}$ ). D'autres propriétés sont donnés dans le tableau 2.2.

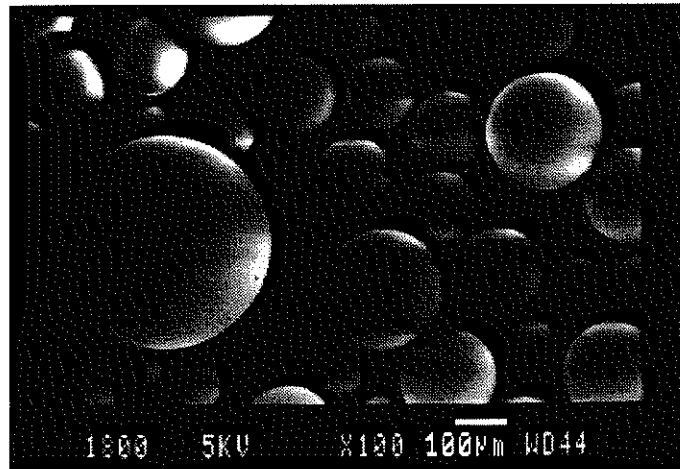


Figure 2.27. : Photographie prise au MEB de sphères de PMMA

### III.3.6. Sel (NaCl)

Le solide utilisé au cours des tests (Chouteau 1997) est du chlorure de sodium dont les cristaux sont de forme cubique. Il s'agit d'un sel fin épuré séché, obtenu par évaporation à haute température de saumures saturées en sel gemme naturel. La poudre étudiée correspond à la coupe 315-500  $\mu\text{m}$  avec un diamètre moyen arithmétique de 400  $\mu\text{m}$ .

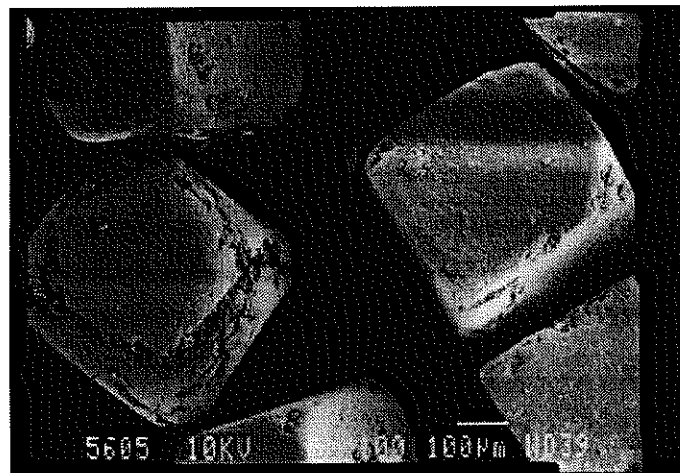


Figure 2.28. : Photographie prise au MEB de particules de sel

## III.4. Caractérisation de la broyabilité

L'effet de l'impact sur cible est caractérisé par un critère de finesse de broyage. Or, il existe de nombreuses définitions de finesse de broyage, mais elles peuvent se classer en trois groupes : l'un se basant sur la définition d'un diamètre moyen, obtenu par une technique d'analyse (tamisage, granulométrie laser, Coulter ...), un autre sur le taux de fines créées au cours d'un impact (taux de passant à une maille donnée, criblage...) et le dernier reposant sur la détermination de surface (perméamétrie, adsorption..).



La littérature nous fournit sur ce sujet un bon nombre de définitions. Le tableau 2.3. en rassemble quelques-unes rencontrées dans notre recherche bibliographique (voir aussi les tableaux 1, 2 et 4 du Chapitre 1).

Définitions	Auteurs
Pourcentage de matière perdue au cours d'un impact	Cleaver et al. (1993)
Pourcentage de fines < diamètre arbitraire créées au cours d'un impact	Jowett et al. (1982) Cleaver et al. (1993)
Création de surface spécifique $\Delta S_w$ ( $m^2/kg$ )	Okuda et al. (1980)
Taux de création de surface rapporté au volume $\Delta S_v/S_{v_0}$	Leschonski et al. (1988)
Taux de création de surface rapporté à la masse $\Delta S_w/S_{w_0}$	Mebtoul et al. (1993)
Rapport des diamètres à x% de passant, initial et final $d_i(x)/d_f(x)$	Marshall et al. (1993) Bell et al. (1996)
Rapport des diamètres arithmétiques initial et final $d_i/d_f$	Lecoq et al. (1997)

Tableau 2.3 : Définitions des critères de finesse.

Il faut se rendre compte qu'en fonction du critère retenu, les variations de performance peuvent être très importantes. En effet, avec le taux de réduction de taille, les extrémités de la distribution de taille, les fines et les grosses ne sont pas réellement prises en compte. On raisonne en moyenne volumique. Un masquage existe bel et bien, et particulièrement pour les fines car le taux de réduction de taille est défini avec le diamètre moyen arithmétique en masse ou avec le diamètre volume-moment, le  $d[4,3]$ . Ce critère serait donc plutôt spécifique aux grosses particules.

Avec le taux de création de surface, on raisonne également en moyenne, mais il est inversement proportionnel au diamètre harmonique ou au diamètre surface-volume, le  $d[3,2]$  qui prend plus en compte les fines. Ce critère masque donc moins la présence des fines particules.

Quant au taux de fines inférieures à une taille donnée, il est le critère le plus spécifique des fines particules. C'est a priori le paramètre le plus sensible et le plus capable de déterminer avec précision le seuil de début de broyage. Mais, il est souvent limité à l'étude des phénomènes d'attrition. En effet, son domaine d'utilisation est limité par la vitesse d'impact pour laquelle toutes les particules sont broyées en dessous de la taille fixée pour définir le taux de fines.

Par ailleurs il est à noter qu'une représentation peut s'avérer plus judicieuse qu'une autre, par exemple dans le cas où une linéarisation est observée.

Dans cette étude, une approche multiple est entreprise. Deux analyses granulométriques sont utilisées : une par tamisage et une par granulométrie laser. Elles nous permettent de définir les critères suivants :

- \* le pourcentage de fines  $< 40 \mu\text{m}$  ;
- \* le rapport de diminution de taille  $d_i/d_f$  ;
- \* le taux de création de surface massique  $\Delta a_s/a_{s_i}$ .

Mais il faut bien garder en mémoire qu'il ne faut pas comparer a priori deux techniques de mesures granulométriques.

En complément, une visualisation de la structure du grain par Microscopie Electronique à Balayage nous apporte une information morphologique supplémentaire.

### III.5. Caractérisation morphologique

Afin de mieux comprendre ce qui se passe au cours du broyage, une caractérisation morphologique a été mise en oeuvre. Ceci a été possible grâce à la collaboration de l'équipe du LSGC de l'ENSIC (Pons et al. 1998, Rolland et al. 1996).

#### III.5.1. Introduction

Une description quantitative de la morphologie permet de mieux cerner les phénomènes mis en jeu lors des processus de fragmentation. Pour ce travail, une technique d'analyse d'images permet de quantifier la morphologie bi-dimensionnelle et pseudo-tridimensionnelle : allongement, circularité, rugosité, concavité...

#### III.5.2. Traitement des images

Une fois l'acquisition des images effectuées, le logiciel Visilog.4.1.4 (Noésis, Orsay) permet de traiter les images par une suite d'opérations morphologiques. On obtient finalement une image sur laquelle des paramètres descripteurs de la taille et de la morphologie sont déterminés (figure 2.29.).

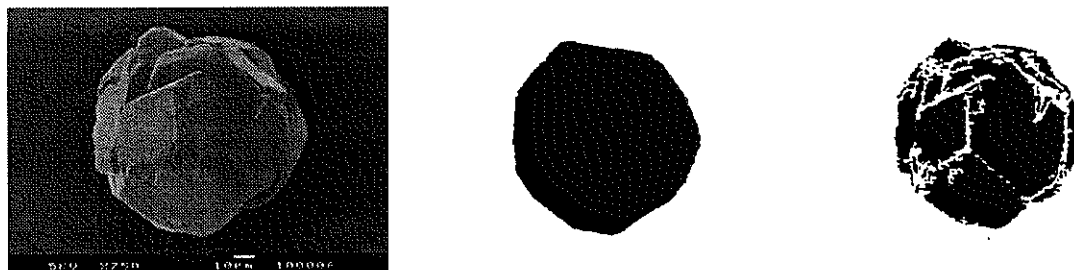


Figure 2.29. : Trois stades de transformation de l'image : image M.E.B., silhouette, réseau de facettes

Le traitement est le suivant :

- binarisation de l'image à l'aide d'un gradient morphologique et d'un seuillage ;
- création d'un masque de l'objet : remplissage de la particule (dilatation, remplissage des trous, érosion) ; élimination des particules aux bords, érosion, reconstruction ;
- création de l'image avec son relief (réseau de facettes) : érosion, remplissage des trous, dilatation.

### III.5.3. Mesures bidimensionnelles

Le calcul s'effectue à partir de la silhouette des particules (voir figure 2.30.). La surface de la particule permet de calculer un diamètre équivalent :  $Deq = 2 \sqrt{S/\pi}$ . A partir des diamètres de Feret minimal  $F_{min}$  et maximal  $F_{max}$ , on calcule l'allongement de la particule  $F_{max}/F_{min}$ . La circularité  $Ci = \frac{p^2}{4 \pi S}$  donne des informations sur l'allongement et la rugosité de la particule. L'indice de concavité IC est donné par le rapport entre la surface de l'objet et celle de son enveloppe convexe. Cette liste n'est pas exhaustive car la méthodologie permet de définir un grand nombre d'autres descripteurs.

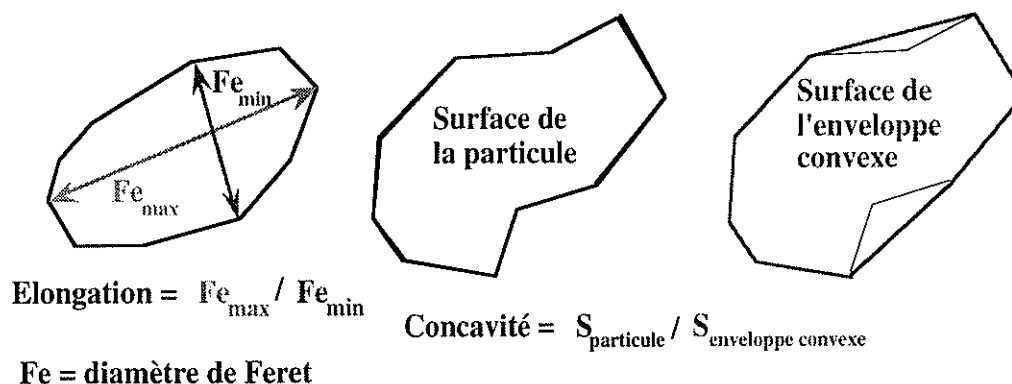


Figure 2.30. : Deux descripteurs bidimensionnels

### III.5.4. Mesures tridimensionnelles

Le calcul vise à renseigner sur la complexité du réseau de facette de la particule. Mais, comme la particule présente une certaine face sur l'image et que le traitement s'effectue sur un grand nombre de particules, l'analyse statistique permet d'obtenir un descripteur pseudo-tridimensionnel.

Le principe est d'inscrire une distribution de carré de taille décroissante dans chaque zone de l'objet (figure 2.31.). C'est-à-dire remplir chaque zone par des carrés jusqu'à ce que la surface totale occupée par les carrés soit égale à celle de l'ensemble de l'objet.

Si  $A(x)$  est la surface du masque de l'objet (en pixel),  $x$  la longueur du côté du carré (en pixel),  $X_{max}$  la longueur du côté du plus grand carré inscrit dans l'objet,  $F(u)$  la distribution en surface des carrés,  $u = \frac{x}{X_{max}}$ , alors la simplicité  $\xi$  est calculée comme suit :

$$\xi = \frac{\iint (1 - F_{\text{facettes}}(u)) du du}{\iint (1 - F_{\text{silhouette}}(u)) du du} \quad (17)$$

Ce facteur de simplicité est grand si l'objet a une structure simple.  $X_{max}$  permet de caractériser la plus grande facette de la surface de l'objet.

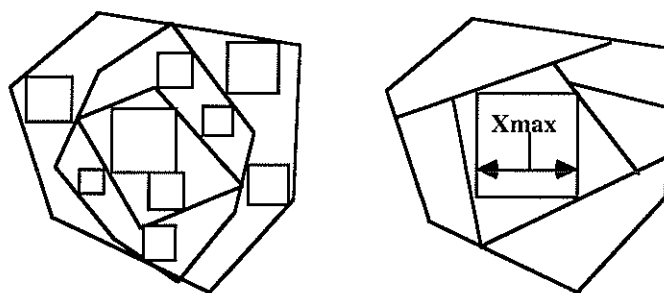


Figure 2.31. : Principe de l'inscription des carrés

#### IV. CONCLUSION

L'unité expérimentale présentée dans ce chapitre constitue un test capable de reproduire et d'étudier l'impact élémentaire "particule isolée" - cible dans des conditions opératoires optimisées (choix de la distance d'attaque, de la cible et inertie des particules incidentes). On peut ainsi mettre en évidence l'influence de l'énergie cinétique du solide sur son changement de taille grâce au développement de techniques appropriées.

L'énergie d'impact est obtenue par deux techniques vélocimétriques différentes. Les résultats sont comparés et montrent la concordance des deux approches.

La finesse de broyage est calculée à partir des distributions granulométriques avant et après impact. Le choix d'une technique appropriée est discuté. Aucune approche ne fournit un résultat absolu, l'évolution granulométrique s'obtient à partir de résultats relatifs sur une base comparative.

Afin d'avoir une étude représentative, les matériaux étudiés ont été choisis pour balayer une grande gamme de nature, de structure et de forme (caractérisé par un outil morphologique): bille de verre amorphe, roche en association de feuillets, cube de NaCl, grains de polymère semi-cristallin...

*CHAPITRE 3 - Résultats, analyses et  
interprétations*

## I. INTRODUCTION

Dans ce chapitre, on a choisi de présenter les résultats de quatre grandes applications du test à des situations spécifiques différentes afin d'illustrer son potentiel et son adaptabilité.

Dans un premier temps, la méthodologie est détaillée pour l'étude d'un solide de référence: des billes de verre. Ce solide a l'avantage d'avoir une forme bien définie et un comportement "fragile" bien connu. L'influence de la taille des échantillons est également abordé.

Ensuite, une étude comparative est fournie pour 6 solides de nature, de forme et de comportement en fragmentation très différents. On cherche à mettre en évidence l'influence de la nature du matériau pour aboutir à une classification des comportements face à l'impact sur cible.

Enfin, dans le soucis de répondre à des préoccupations industrielles pratiques, deux aspects supplémentaires sont présentés : d'abord la fragmentation par impacts répétés, puis la relation broyabilité-procédé de fabrication grâce à 8 hydrargillites et alumines d'origines différentes. Un outil morphologique apporte l'information structurelle de comparaison.

Finalement, un modèle de la littérature est appliqué à notre méthodologie de test d'impact. Il tend à relier les propriétés mécaniques du solide à l'énergie cinétique incidente.

## II. IMPACT À GRANDES VITESSES DU VERRE

### II.1. Introduction

L'étude détaillée qui suit illustre les différentes analyses entreprises pour étudier l'impact de billes de verre. Tout d'abord, une analyse classique reposant sur des critères de finesse habituels (diamètre moyen, taux de fines, surface spécifique...). Puis une approche à l'aide de l'équation de Rosin-Rammler qui montre la possibilité d'utiliser deux paramètres pour caractériser la distribution granulométrique.

### II.2. Etude préliminaire

Avant d'étudier l'impact d'un solide sur une cible en carbure de silicium, des essais sur une cible en caoutchouc sont menés. Le but de ces expériences préliminaires est de mettre en évidence l'importance des phénomènes d'attrition dans des conditions opératoires prédéfinies. L'attrition surviendrait par exemple dans la buse d'accélération ou dans les cyclones. Dans les conditions de faible taux de charge ( $\approx 10^{-2}$ ), il n'y a pas de différence notable ni du diamètre moyen, ni de l'allure des histogrammes granulométriques entre la poudre après impact et la poudre initiale.

En vertu de cette étude préliminaire, on peut donc conclure que lors d'une manipulation, on n'étudie que les phénomènes de fragmentation survenant au niveau de la cible de la chambre de broyage.

### II.3. Histogrammes granulométriques

Les résultats bruts des expériences sont représentés sous la forme d'histogrammes ou courbes granulométriques cumulées des poudres en sortie du broyeur pilote (figure 3.1.)

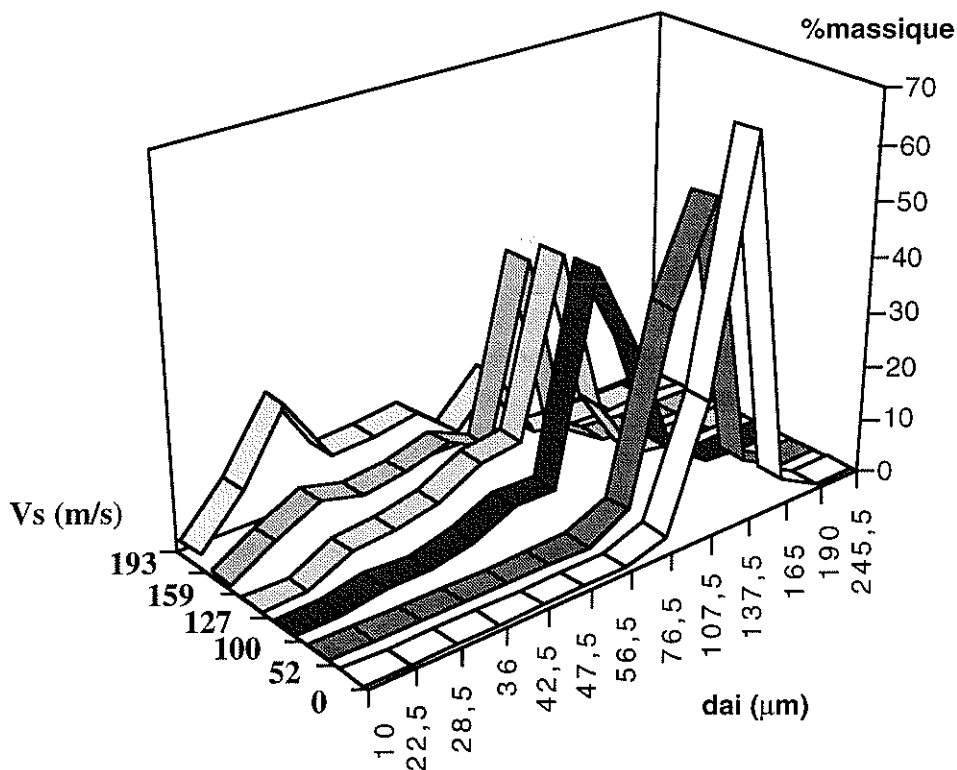


Figure 3.1. : Résultats granulométriques des essais effectués sur le verre

D'une part, les histogrammes sont sensiblement des monomodales. Ceci nous permet de définir très classiquement des diamètres moyens qui caractérisent de façon satisfaisante les distributions. En conséquence, il est justifié de définir des critères de finesse à partir de ces diamètres. D'autre part, le déplacement des pics donne une information sur l'évolution des différentes classes granulométriques.

La figure 3.1. montre que les pics se déplacent constamment vers les petites tailles quand la vitesse d'impact augmente. De même, à énergie croissante fournie au jet diphasique, on observe une diminution des classes (90-150 µm) entourant le pic le plus important de la distribution initiale, au profit des classes (40-60 µm) puis (30-50 µm) pour les vitesses avoisinant 200 m/s.

## II.4. Finesse de broyage

Comme cela a été précisé dans le Chapitre 2, la méthodologie de base utilise trois critères de finesse définis à partir du diamètre moyen, de la surface spécifique et du taux de fines. La figure 3.2. représente leur évolution en fonction de la vitesse du solide  $V_s$  et de l'énergie massique  $E_{sm}$ . On remarque que les allures sont tout à fait similaires quel que soit le critère choisi. Il y a dans tous les cas deux zones séparées par une vitesse  $V_{so}$  ou une énergie  $E_{smo}$  qui caractérise le seuil d'attrition. Ce seuil donne la limite de vitesse et d'énergie marquant le début de la fragmentation du solide.

Dans notre représentation, les valeurs du seuil d'attrition sont déterminées à partir de l'extrapolation de  $di/df-1$  à une valeur nulle, de  $a_s$  et du pourcentage de fines aux valeurs de la poudre initiale. Finalement les valeurs moyennes obtenues sont :

- la vitesse seuil d'attrition  $V_{so} = (46 \pm 3) \text{ m/s}$  ;
- l'énergie seuil d'attrition  $E_{smo} = (1,10 \pm 0,06) \text{ kJ/kg}$ .

Quel que soit le critère de finesse choisi, le seuil mis en évidence est toujours sensiblement le même.

En dessous de cette limite, il n'y a pas fragmentation. Dans le domaine des faibles énergies fournies, la particule subit de façon élastique un impact sans se briser. Non seulement le diamètre moyen, la surface spécifique et le taux de fines sont sensiblement égaux aux valeurs de la poudre initiale, mais aussi les distributions granulométriques se superposent et on ne détecte pas de modification morphologique au Microscope Electronique à Balayage (M.E.B.).

Au-delà de cette limite, il y a une évolution strictement monotone avec la vitesse ou l'énergie des particules incidentes. L'énergie reçue par le matériau conduit toujours à une réduction de taille.

Dans le cas du matériau fragile comme le verre, la théorie de Griffith permet d'expliquer ce phénomène. Elle se base sur l'hypothèse de la naissance des fissures à partir des défauts existant dans tout solide. Leur propagation est ensuite immédiate et conduit à la fracture. Des photographies prises au M.E.B. montrent, comme dans les travaux de Hutchings et al. (1993), des réseaux de fissures partant légèrement en dessous du point d'impact et se propageant dans la direction diamétralement opposée. Cette observation est identique quelle que soit la vitesse d'impact, ce qui laisse à penser qu'un seul mécanisme de fracture existe dans le domaine étudié. L'annexe 2 donne quelques éléments sur la fracture du verre.



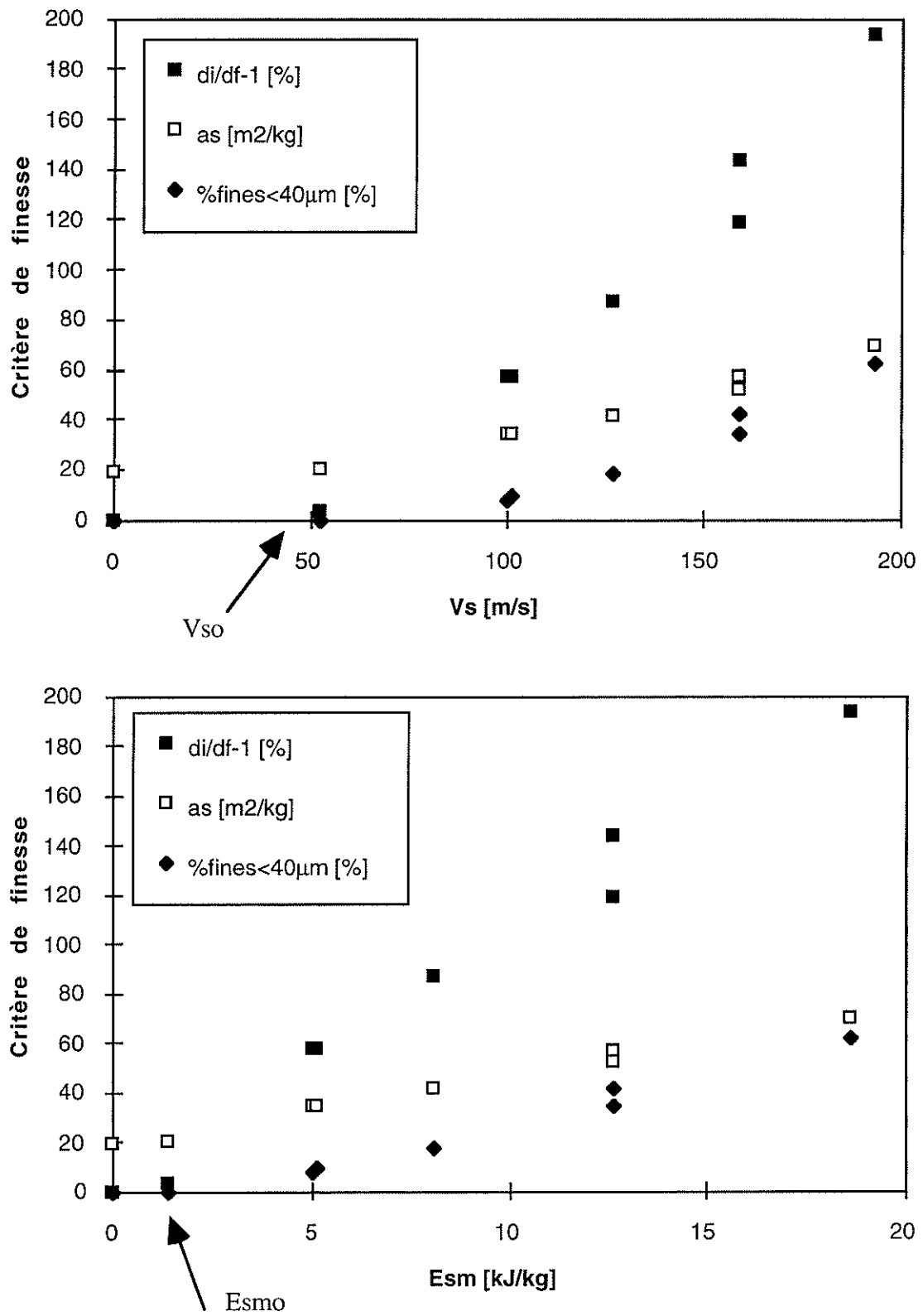


Figure 3.2. : Evolution de trois critères de finesse pour les essais effectués sur le verre

Il semblerait a priori que ces paramètres d'attrition ne soient fonctions que du matériau et de la cible. Mais dans le cas où l'on utilise une cible en carbure de silicium, on s'affranchit de l'influence de la cible (voir chapitre 2, III.2.1.). Les paramètres d'attrition ne sont alors plus dépendant que du solide (composition chimique, structure, forme, distribution granulométrique...). Dans notre test, on met en évidence le comportement du solide seul et non pas du couple (solide-cible) comme dans de nombreux autres tests de la littérature.

En outre, le tracé des profils de rupture en fonction de l'énergie cinétique incidente donne des courbes proches de droites. La précision expérimentale sur les critères de finesse ( $\pm 5\%$ ) et sur l'énergie spécifique ( $\pm 5$  à  $10\%$ ) permet d'obtenir une précision sur la linéarisation très convenable avec un coefficient de corrélation supérieur à 0,97. La linéarité est en accord avec de nombreux auteurs de la littérature : Leschonski et al. (1988), Okuda et al. (1980), Cleaver et al. (1993)...(voir Chapitre 1).

Dans toutes ces représentations, la pente caractérise une aptitude à la fragmentation, une broyabilité. Elle donne directement l'accroissement du critère de finesse pour une augmentation d'énergie fournie au solide. Ainsi pour  $E_s > E_{so}$ , on obtient les relations du tableau 3.1.

Relations finesse-énergie	Unité de la pente
$d_i/d_f - 1 = 1,1 \cdot 10^{-1} (E_s - E_{so})$	kg/kJ
$(a_s - a_{si}) = 2,7 (E_s - E_{so})$	m <sup>2</sup> /kJ
$(\Delta\%fines/\%fines_{initial}) = 50,0 (E_s - E_{so})$	kg/kJ

Tableau 3.1. : Analyse des relations finesse-énergie pour le verre

Avec la surface spécifique, le coefficient de proportionnalité s'exprime en m<sup>2</sup>/kJ. Il représente alors la quantité de surface créée par unité d'énergie fournie au solide. C'est un paramètre caractéristique de broyabilité très facile à interpréter. Baumgardt et al. (dans Prasher 1987) utilise une approche similaire pour étudier le comportement en compression quasi-statique de billes de verre de 5 mm. Il détermine un coefficient ayant une valeur de 4,8m<sup>2</sup>/kJ. L'ordre de grandeur est proche de la notre. La divergence que nous obtenons peut s'expliquer. D'une part, l'augmentation de la fragilité est attendue lorsque la taille des particules augmente, d'où un accroissement de la broyabilité (Prasher 1987). D'autre part, le verre utilisé par cet auteur n'a pas forcément la même composition que le nôtre.

En conclusion, l'étude de l'impact des billes de verre, à l'aide de critères de finesse de broyage, donne une bonne description du comportement en rupture du solide. L'information des distributions granulométriques est condensée en 3 descripteurs de finesse de broyage dont la manipulation est aisée. Leur utilisation aboutit à la définition et la détermination de 2 paramètres caractéristiques essentiels : le seuil de rupture  $V_{so}$  ou  $E_{smo}$ , et une broyabilité  $p$  exprimée en création de surface par unité d'énergie ( $m^2/kJ$ ).

### II.5. Paramètres statistiques des distributions granulométriques

Les résultats bruts des expériences prennent la forme d'histogrammes granulométriques. Mais les informations qu'ils contiennent ne sont pas faciles à manipuler. Pour simplifier, on réduit souvent l'information à un diamètre moyen. Mais, bien que facile à obtenir et à interpréter, il ne donne qu'un aperçu incomplet.

Dans ce paragraphe on veut montrer que l'utilisation des premiers moments de la distribution peut donner facilement des renseignements supplémentaires. Le tableau 3.2. donne la définition et la signification des 4 paramètres statistiques étudiés.

Paramètre	Définition	Signification
Diamètre moyen	$d_m = \sum_{i=1}^n x_i d_{ai}$	Moyenne des diamètres
Ecart-type	$\sqrt{\left( \sum_{i=1}^n n(d_{ai})^2 - (d_m)^2 \right)}$	Dispersion autour de la valeur moyenne
Skewness ou Asymétrie	$\frac{m_3}{(m_2)^{3/2}}$	Asymétrie ou facteur de biais
Kurtosis	$\frac{m_4}{(m_2)^2} - 3$	Facteur d'aplatissement

Tableau 3.2. : Paramètres statistiques des histogrammes granulométriques en masse

$$\text{avec } m_k = \sum_{i=1}^n x_i (d_{ai} - d_m)^k$$

Le diamètre moyen et l'écart-type sont très souvent employés. L'Asymétrie estime si la distribution des diamètres est répartie de façon symétrique autour de la valeur moyenne. Le Kurtosis précise si la distribution des diamètres est uniquement contenue dans l'intervalle  $[dm \pm \text{écart-type}]$ . Plus il est petit, plus la distribution est étroite.

La figure 3.3. donne l'évolution des 4 paramètres statistiques en fonction de la vitesse d'impact du verre. Les allures du diamètre moyen et de l'Asymétrie révèlent le seuil d'attrition. Par contre, l'écart-type calculé n'évolue pas de manière significative dans tout le domaine étudié. Ce dernier cache un changement pourtant visible sur les histogrammes granulométriques de la figure 3.1. Ces modifications de forme des distributions granulométriques sont expliquées par les variations de l'Asymétrie et du Kurtosis.

Au départ, l'Asymétrie est négative, ce qui traduit que les distributions sont légèrement décalées vers les grands diamètres. Ensuite, l'Asymétrie ne cesse de croître en s'annulant à  $\approx 100$  m/s. Ainsi le décalage s'amenuise de plus en plus jusqu'à  $\approx 100$  m/s, pour ensuite s'inverser vers les petits diamètres.

Quant au Kurtosis, il diminue entre 0 et 100 m/s et augmente au-delà de 100 m/s. Ainsi, pour des impacts à énergie croissante, la distribution tend d'abord légèrement à se resserrer, puis, elle s'élargit constamment.

En conclusion, ce paragraphe donne un aperçu succinct de l'utilisation des paramètres statistiques des distributions granulométriques. Grâce à ces 4 paramètres descriptifs, on peut suivre de façon précise l'évolution de la forme des distributions de taille en fonction de la vitesse d'impact.

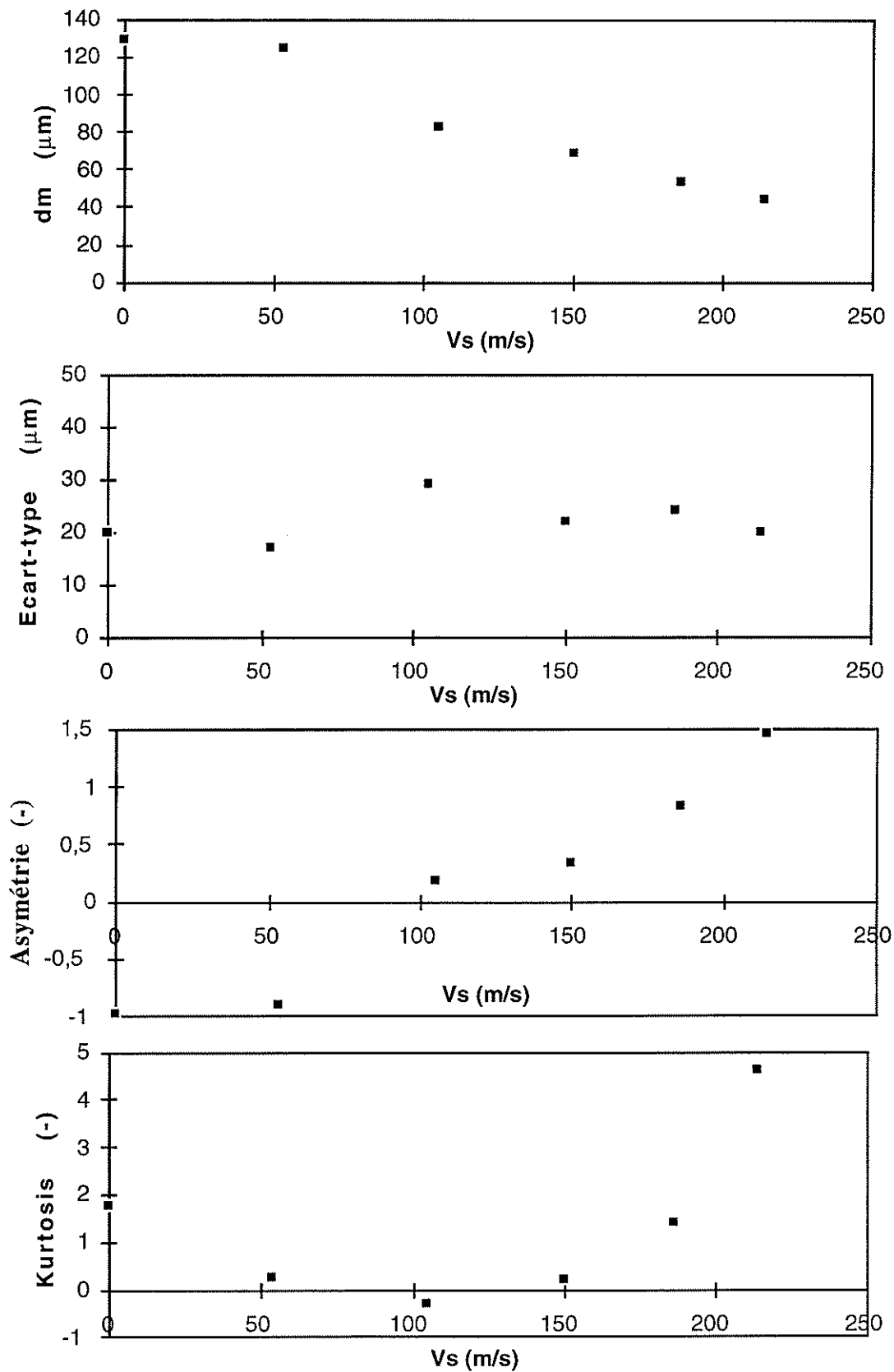


Figure 3.3. : Evolution des paramètres statistiques des histogrammes pour le verre

## II.6. Traitement de Rosin-Rammler et autosimilarité

Dès les premières études de la comminution, il s'est avéré nécessaire d'obtenir une représentation mathématique des dimensions de grains issus du broyage d'un matériau donné. L'information globale des histogrammes granulométriques est alors réduite à deux, voire trois paramètres. Ce paragraphe s'inscrit donc dans la continuation du précédent : on veut une caractérisation granulométrique à plusieurs paramètres, afin d'obtenir une vision plus précise qu'avec le seul diamètre moyen.

Il existe de nombreux modèles mathématiques qui permettent de décrire les dispersions granulométriques (voir en annexe 1). Pratiquement, le choix se fait empiriquement en fonction du type de solide et du type d'appareillage utilisé. Généralement, pour décrire la fragmentation des charbons et des minéraux, on utilise la loi de Rosin-Rammler (1930).

Elle relie le pourcentage cumulé  $R_c$  à la taille  $d_{ai}$  par :

$$R_c = 1 - \text{EXP} \left[ - \left( \frac{d_{ai}}{d_1} \right)^m \right] \quad (1)$$

Dans un plan  $\left\{ \text{Ln} \left[ \text{Ln} \left( \frac{1}{1-R_c} \right) \right]; \text{Ln}(d_{ai}) \right\}$ , la loi donne une droite de pente  $m$ , qui caractérise la dispersion granulométrique : elle est d'autant plus grande que la distribution est resserrée. Le terme  $d_1$  représente la taille à 63,2% de passant. Il est obtenu par l'ordonnée à l'origine ( $-m \text{Ln} d_1$ ). L'information totale granulométrique est résumée en deux paramètres facilement utilisables :  $m$  et  $d_1$ .

La figure 3.4. donne les évolutions rencontrées au cours d'un procédé de réduction de taille où il n'apparaît pas de multi-modales. Généralement, les distributions se décalent vers les petits diamètres avec un élargissement de pic.

Sur la figure 3.5. est représenté le cas particulier du comportement des solides auto-similaires. Dans ce cas précis, chaque classe granulométrique se comporte d'une façon homogène. En représentation de Rosin-Rammler, on visualise une translation de droites vers les petites tailles. Si en plus on raisonne en coordonnées réduites ( $d_{ai} / d_{50}$ ), on observe que toutes les droites se superposent en une seule droite maîtresse. Une fois que cette équation est déterminée, la seule connaissance du diamètre médian  $d_{50}$ , donne accès à la totalité de la distribution granulométrique. La propriété d'auto-similarité est donc très utile. En conséquence, il est toujours intéressant de s'assurer si un solide possède cette caractéristique.

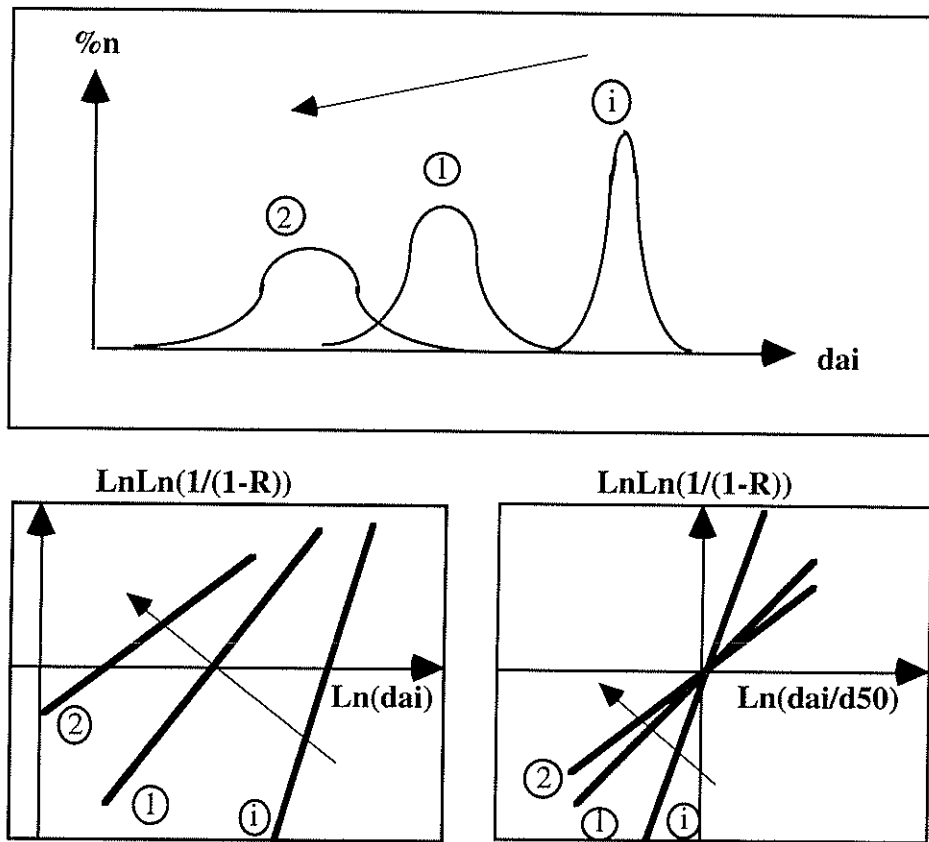


Figure 3.4. : Cas général de la représentation de Rosin-Rammler

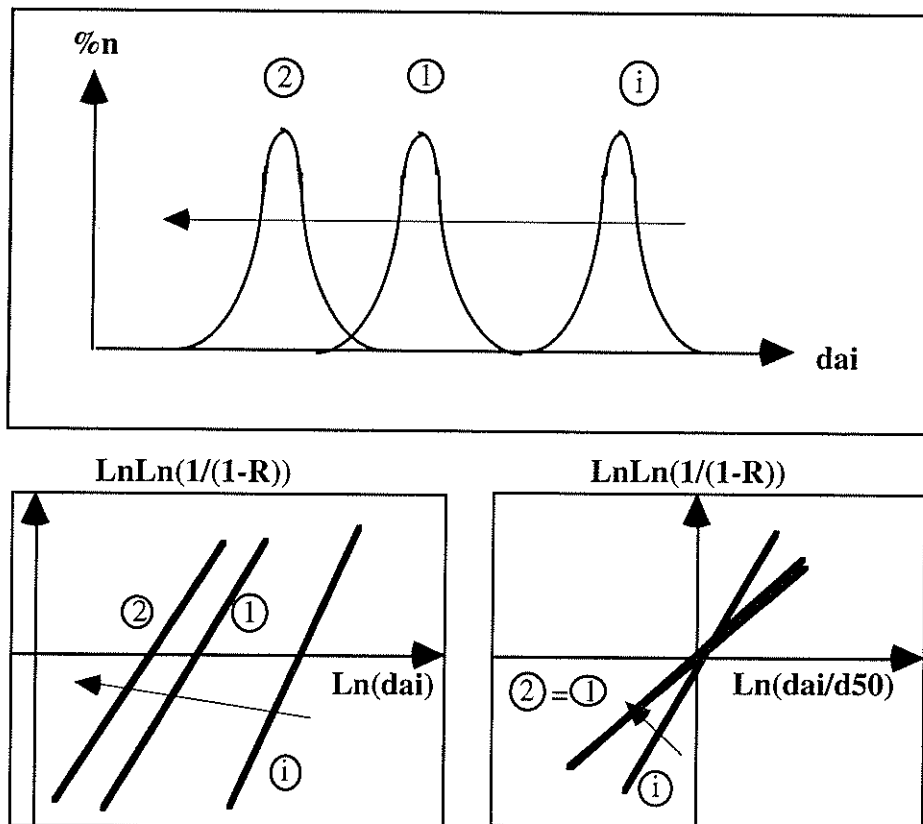


Figure 3.5. : Propriété d'auto-similarité avec l'approche de Rosin-Rammler

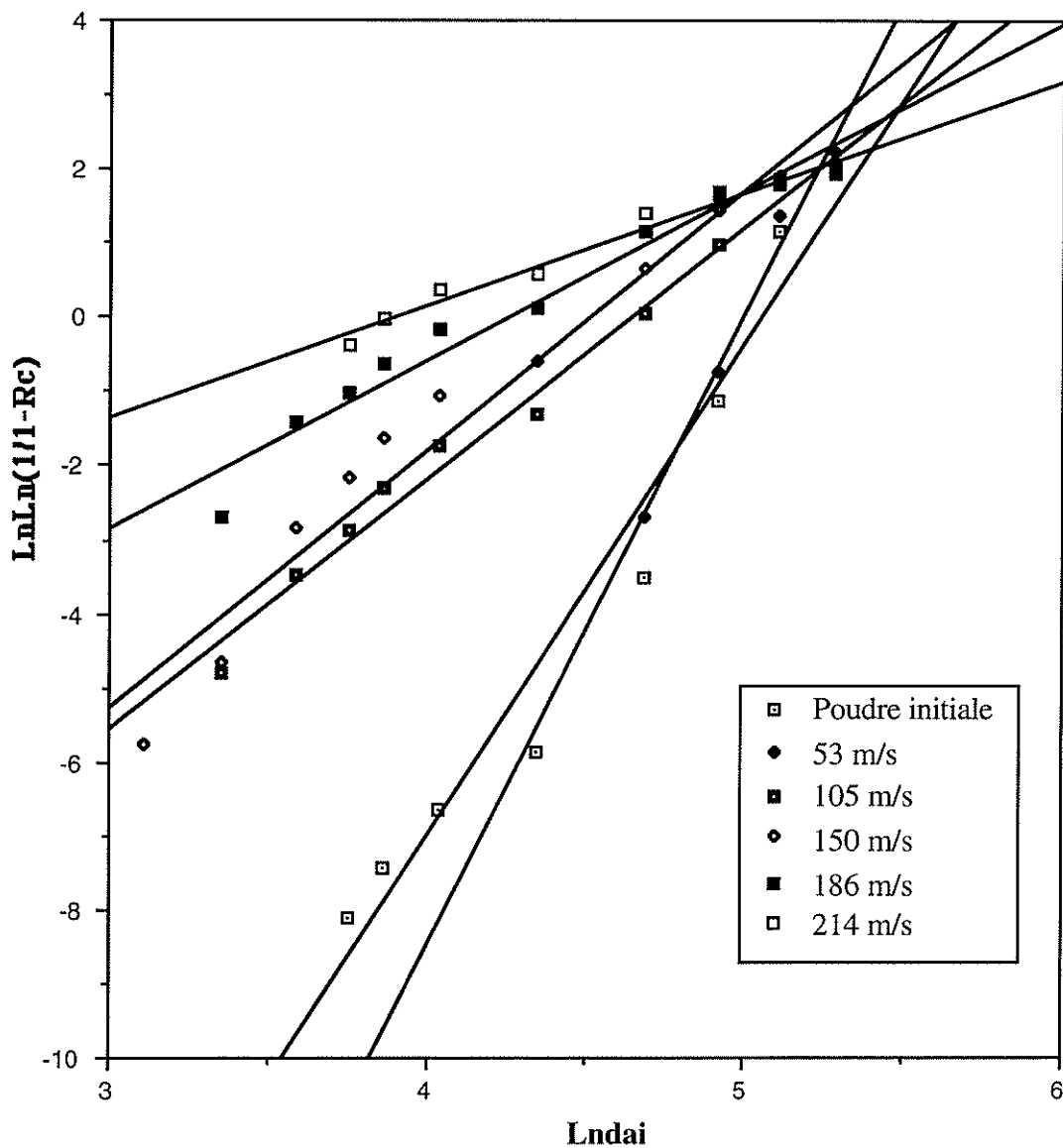


Figure 3.6. : Résultats Rosin-Rammler pour les essais effectués sur le verre

La figure 3.6. fournit les résultats granulométriques en représentation de Rosin-Rammler pour le verre. On observe des linéarités satisfaisantes (coefficients de corrélation supérieurs à 0,96 ) qui justifient le traitement de ce paragraphe.

Les variations des paramètres  $m$  et  $d1$  en fonction de la vitesse d'impact sont données sur la figure 3.7. Deux zones sont mises en évidence séparées par une vitesse de transition : une première zone où il n'y a quasiment pas d'évolution, puis une seconde zone où le diamètre  $d1$  baisse constamment alors que  $m$  ne baisse que très légèrement.

Les variations sont celles attendues. La valeur de la transition est à comparer avec le seuil d'attrition mis en évidence avec les critères de finesse (voir II.4.). On retrouve ainsi le seuil



d'attrition précédemment déterminé sensiblement au même endroit, mais en procédant d'une façon complètement différente.

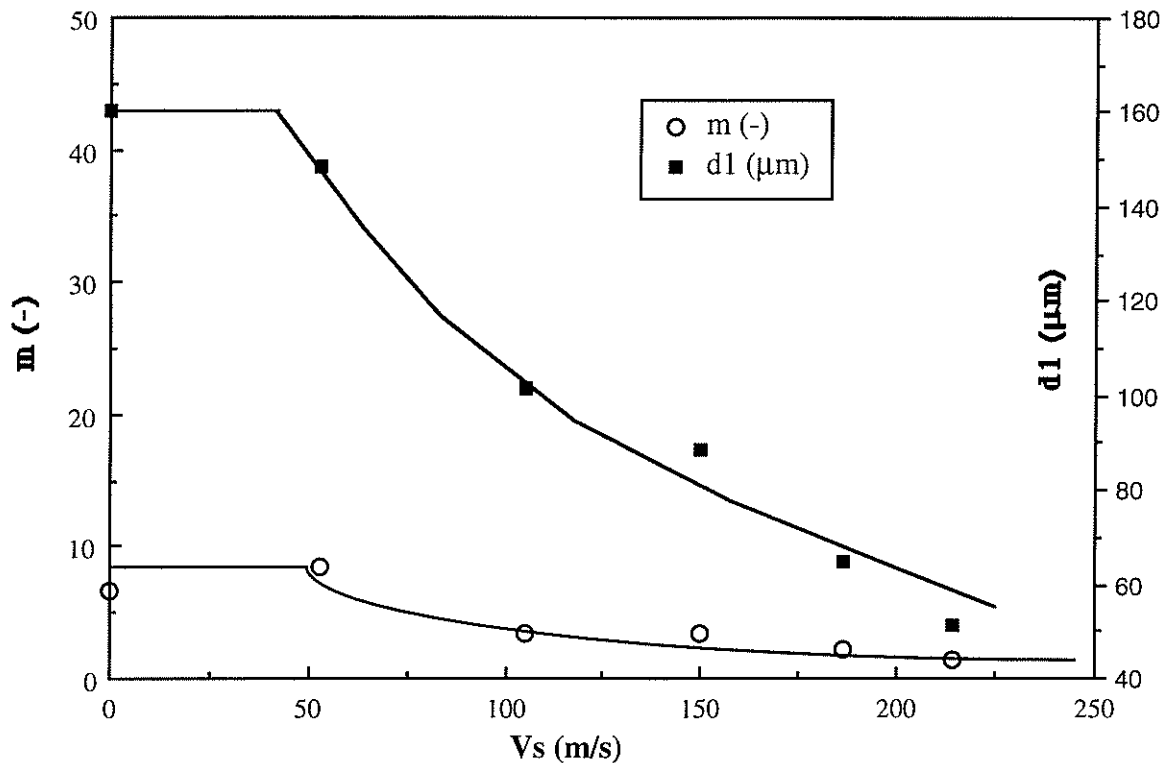


Figure 3.7. : Evolution des paramètres de Rosin-Rammler pour le verre

Par ailleurs, la variation de la dispersion va dans le sens de ce qui avait été conclu avec l'écart-type dans le paragraphe précédent. Les deux paramètres ne font pas ressortir un élargissement notable de la distribution granulométrique au cours des impacts.

Toutes ces observations sont cohérentes avec le traitement classique.

Finalement, le tracé des courbes en coordonnées réduites  $\ln(d_{ai}/d_{50})$  ne fournit pas une courbe maîtresse sur laquelle toutes les droites s'alignent. Notre verre ne possède donc pas la propriété d'autosimilarité. Cette propriété, outre le fait qu'elle permet de représenter facilement toute l'information des distributions granulométriques, elle donne également une information mécanistique. En effet, l'existence d'une courbe maîtresse implique qu'au cours des impacts, les fréquences cumulées se translatent sans déformation vers les petites tailles, avec un décalage qui dépend du diamètre moyen  $d_{50}$ . L'autosimilarité indique que toutes les classes granulométriques se comportent d'une manière homogène. Chaque classe se casse dans les mêmes proportions.

Dans le cas du verre qui n'est pas auto-similaire, il y a donc une variation de la concentration des défauts avec la taille et donc un comportement non homogène. Cette conclusion est confirmée dans le paragraphe suivant.

## II.7. Influence de la taille : étude de 4 coupes

### II.7.1. Traitement classique

Pour étudier l'influence de la taille sur le comportement en impact des billes de verre, quatre coupes ont été étudiées en suivant la même méthodologie : 70-110  $\mu\text{m}$ , 90-150  $\mu\text{m}$ , 300-400  $\mu\text{m}$  et 425-850  $\mu\text{m}$ . La figure 3.8. donne les variations du rapport de réduction de taille (respectivement de la surface spécifique) en fonction de la vitesse d'impact (respectivement en fonction de l'énergie cinétique spécifique).

Le profil de rupture donne une évolution attendue : deux zones séparées par une vitesse de transition, correspondant au début de la fragmentation. Plus le diamètre moyen de la coupe est important, plus le seuil d'attrition est faible. On retrouve ici un résultat classique. Les valeurs caractéristiques sont rassemblées dans le tableau 3.3.

Si on raisonne avec le taux de réduction de taille, la disposition des courbes caractéristiques est également attendue : plus le diamètre est important, plus le profil est situé dans le domaine des faibles énergies et des grands rapports de réduction de taille. Ainsi, pour une vitesse de 150 m/s, le rapport de réduction de taille de la coupe 70-110  $\mu\text{m}$  est proche de 2, alors qu'il est proche de 3 pour la coupe 300-400  $\mu\text{m}$ . On peut conclure que la fragilité d'une bille de verre augmente avec sa taille. Ceci est donc en accord avec la théorie qui considère que la concentration de défauts diminue quand la taille de particule décroît (Griffith 1920). On remarque aussi que les coupes 70-110  $\mu\text{m}$  et 90-150  $\mu\text{m}$  ne sont pas différenciées en utilisant le rapport de réduction de taille en diamètres arithmétiques.

Si on raisonne en surface spécifique, les profils sont sensiblement linéaires (de pente  $p$ ) et la disposition des courbes est inversée. Ceci est dû au fait que la surface spécifique varie avec l'inverse du diamètre.

Par ailleurs, une grosse particule qui se casse "beaucoup" peut donner un accroissement de surface plus petit que celui d'une petite particule qui se casse "très peu". C'est pourquoi, puisque l'on travaille avec des coupes du même solide, on raisonne dans ce paragraphe en création de surface relative. Le tableau 3.3. regroupe les valeurs des broyabilité relatives  $p/a_{si}$ . Il en ressort que plus la particule est grosse, plus la création de surface relative est importante.

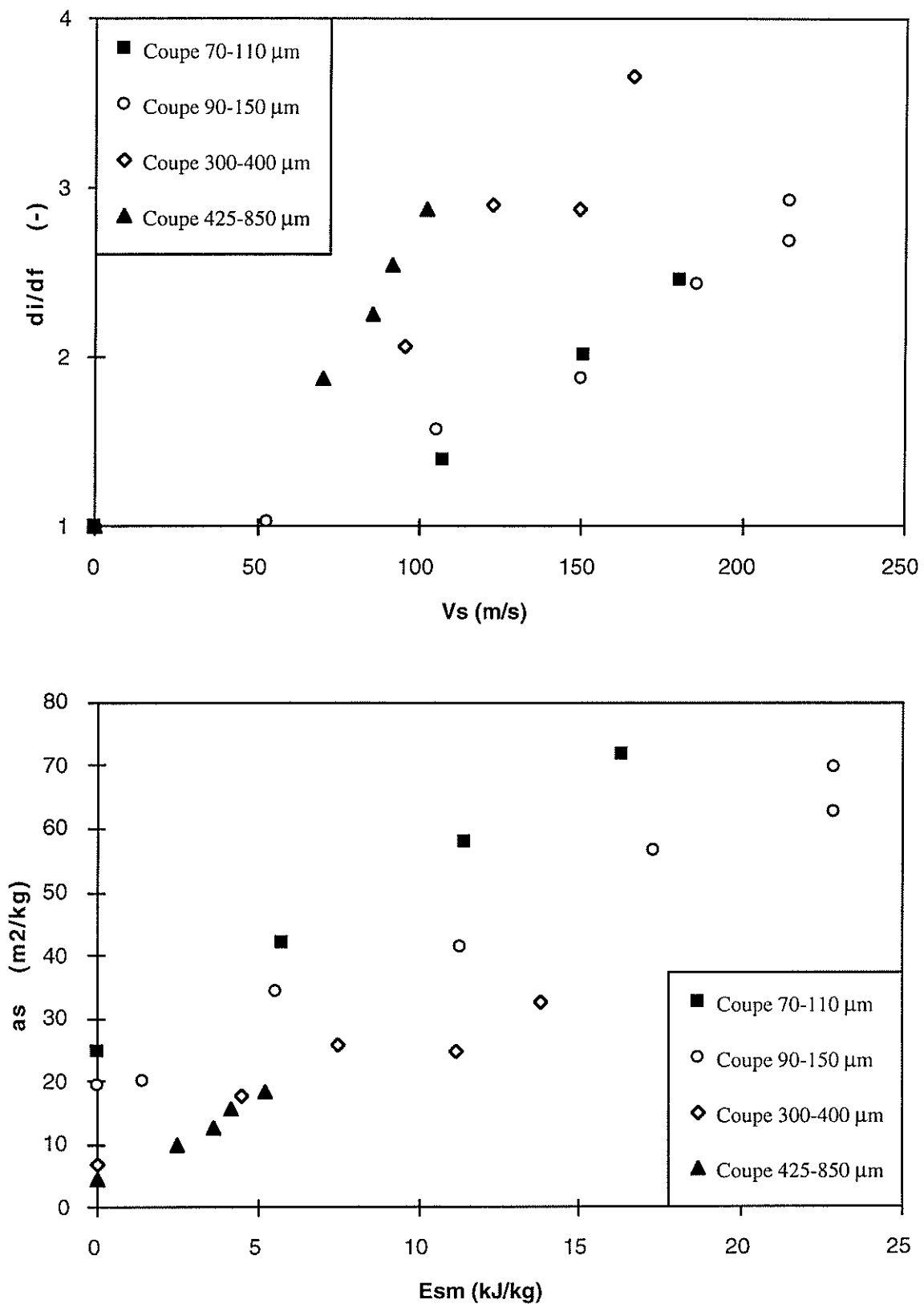


Figure 3.8. : Profils de rupture caractéristiques pour les 4 coupes de verre

Coupe ( $\mu\text{m}$ )	dm ( $\mu\text{m}$ )	asi (m <sup>2</sup> /kg)	Vso (m/s)	p / asi (m <sup>2</sup> /kJ/(m <sup>2</sup> /kg))
70-110	103	24	80	117
90-150	129	19	46	142
300-400	351	7	30	186
425-850	555	4	20	775

Tableau 3.3. : Caractéristiques pour les coupes de verre

Du tableau 3.3. on peut déterminer les expressions (2) et (3) reliant le seuil d'attrition Vso (m/s) et la broyabilité p (m<sup>2</sup>/kg) du verre à sa taille dm ( $\mu\text{m}$ ). La relation (2) permet de tracer une cartographie du comportement du verre (annexe 6).

$$V_{so} = 1808,4 \, dm^{-0,7} \quad (2)$$

$$p = 1,7 \, a_{si} \, dm^{0,9} \quad (3)$$

La forme de la relation  $V_{so} = f(dm)$  est à rapprocher de la théorie de Hertz qui prédit une variation de l'énergie minimale de rupture Esmo avec le diamètre d de la particule de la forme suivante (Chapitre 1, relation (7)) :

$$E_{smo} \propto \frac{1}{d^{10/3}} \quad (4)$$

Or l'énergie est apportée sous forme d'énergie cinétique, donc :

$$\frac{1}{2} V_{so}^2 \propto \frac{1}{d^{10/3}} \quad (5)$$

En conséquence :

$$V_{so} \propto \frac{1}{d^{5/3}} \quad (6)$$

La théorie prédit donc une puissance  $5/3 \approx 1,67$ . Cette valeur est assez éloignée de 0,7. On peut se rendre compte ici de l'écart au comportement idéal élastique du modèle de Hertz. Même le solide type du comportement fragile ne suit pas l'évolution prédite par la théorie simplifiée de Hertz ! Ce résultat est confirmé dans la littérature. Weichert et al. (1990) obtiennent une puissance de 1,1 pour leur verre.

Le modèle de Hertz modifié par la statistique de Weibull (évoqué dans le Chapitre 1, relation 16), permet de poursuivre le raisonnement à l'aide du coefficient de Weibull  $m_w$ . Il intervient dans la relation énergie-taille :

$$E_{smo} \propto \frac{1}{d^{5/m_w}} \quad (7)$$

Soit en raisonnant en vitesse :

$$V_{so} \propto \frac{1}{d^{2,5/m_w}} \quad (8)$$

La confrontation des relations (2) et (8) permet de déterminer le coefficient de Weibull  $m$  de notre verre :  $m_w = 3,6$ . Ce coefficient est intéressant puisqu'il permet de calculer l'évolution de la résistance à la limite d'élasticité en fonction du volume de la particule (Chapitre 1, relation (12)). Plus  $m_w$  est grand, plus la variation de résistance avec la taille est importante.

Par comparaison avec les résultats de la littérature, l'équipe de Yashima et al. (1987) détermine un coefficient de Weibull pour du verre boro-silicaté de 6 dans l'intervalle de taille 100  $\mu\text{m}$  - 3 cm. Weichert (1990) utilise quant à lui un verre de  $m_w = 4,5$ . La disparité des valeurs n'est pas étonnante si l'on considère que ces verres ont des compositions différentes. Par contre, l'ordre de grandeur est satisfaisant. Il faut en outre préciser que l'on a implicitement considéré  $m$  comme une constante dans le domaine de taille étudié. Or certains solides ont seulement  $m_w$  constant par intervalles de taille (Yashima et al. 1987). Ces derniers résultats ne doivent donc être pris que comme conclusions préliminaires. Le traitement des données de cette fin de paragraphe n'est mené que pour illustrer l'élargissement de l'utilisation de notre méthodologie. Elle permet ici d'accéder à un nouveau type d'information, pas toujours facile à obtenir pour des solides micrométriques.

### II.7.2. Fonctions probabilité et énergie de broyage

Les résultats précédents donnent accès à une information très intéressante et souvent utilisée dans la littérature (Schönert 1990, Krogh 1980). La fonction probabilité de broyage fournit la distribution de résistance (pourcentage de particules cassées en dessous de la coupe) en fonction de la vitesse d'impact. On peut alors déterminer la vitesse  $V_{s50}$  ou l'énergie  $E_{50}$  (respectivement  $V_{s90}$  ou  $E_{90}$ ) nécessaire pour broyer 50% d'une coupe d'un échantillon donné (respectivement 90%) en dessous de sa borne inférieure. La figure 3.9. donne les résultats pour les billes de verre étudiées. Le seuil d'attrition  $E_{smo}$  de notre méthodologie correspond ici à  $E_0$ , lorsque l'on commence à broyer.

Contrairement aux résultats de Krogh (1980, Chapitre 1, II.4.1.), plus la taille de la coupe augmente, plus il devient facile de broyer le solide. La fragilité des billes de verre augmente avec leur taille.

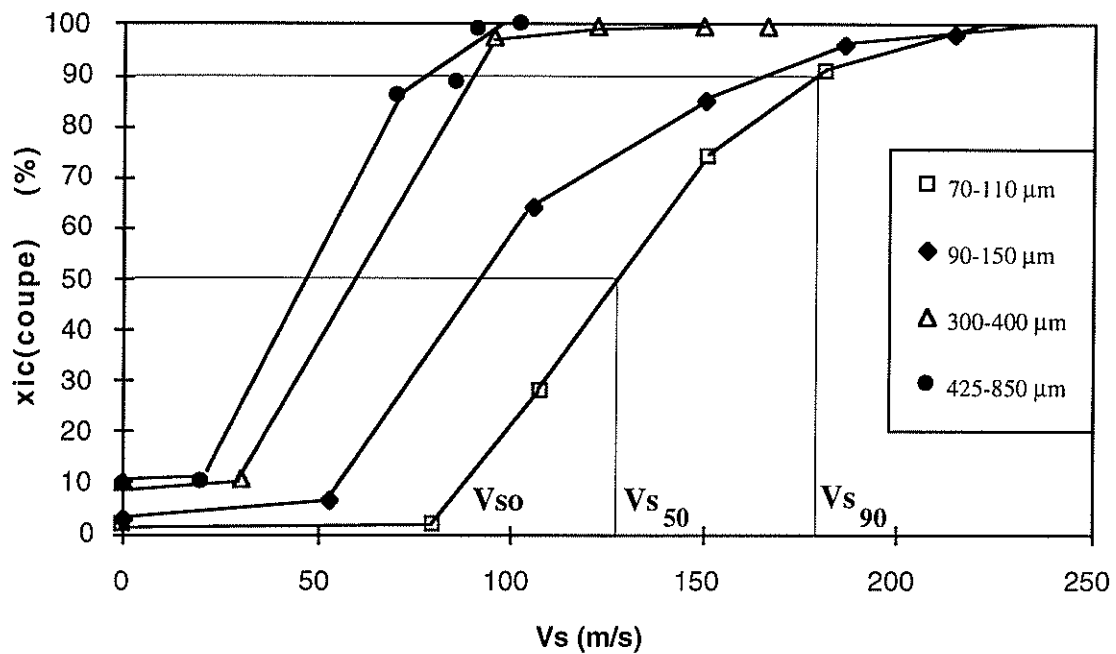


Figure 3.9. : Probabilités de broyage de coupes de billes de verre en fonction de la vitesse d'impact

La figure 3.10. donne une comparaison des fonctions probabilité de broyage de notre coupe 70-110 µm et d'une coupe étudiée par Priemer et al. (1964) de diamètre moyen de 100 µm, mais dont on ne connaît pas la largeur. Bien que les deux échantillons aient sensiblement les mêmes  $V_{s50}$ , les  $V_{s0}$  et  $V_{s90}$  sont très nettement différents. Un seul paramètre énergétique ne suffit pas à décrire la fonction de probabilité. La connaissance des trois paramètres s'avère nécessaire si l'on veut avoir une meilleure caractérisation du comportement.

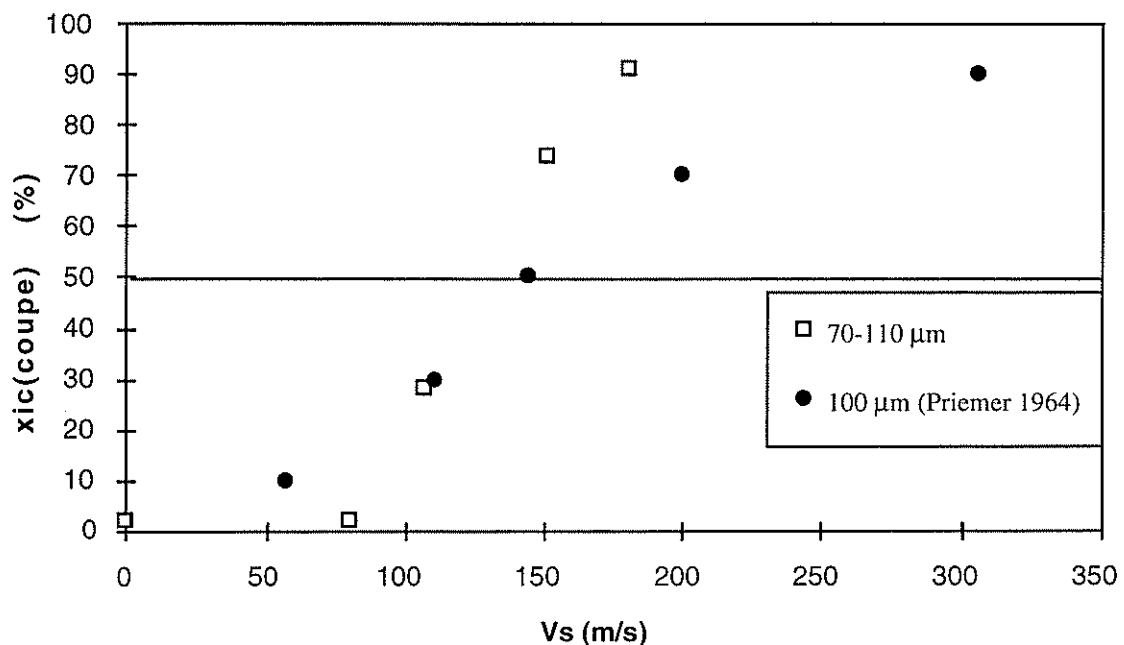


Figure 3.10. : Comparaison des probabilités de broyage d'une coupe de notre verre avec une coupe de Priemer et al. (1964)

Dans cet exemple, le verre de Priemer et al. (1964) se casse sur une plus grande gamme de vitesse que notre coupe 70-110  $\mu\text{m}$ . Il commence à se casser pour des vitesses plus faibles et n'est totalement fragmenté qu'à des vitesses plus grandes. On peut alors penser que leur coupe est plus large que la notre car la largeur de la fonction probabilité de broyage traduit en partie l'hétérogénéité de taille au sein de la coupe. En fait, elle traduit la largeur de la distribution de taille et de la distribution de résistance de l'échantillon. Dans le cas d'une coupe idéale de particules de mêmes tailles et de mêmes résistances, la fonction est un échelon qui vaut zéro en dessous de  $V_{so}$  et 100 au-delà. S'il y a distribution de taille et de résistance, il y a étalement de la fonction de probabilité de broyage. Le seuil de broyage correspond aux plus grosses particules les plus fragiles. Les 100% de fragmentation en dessous de la coupe ne sont atteints que lorsque les fines particules les plus résistantes sont brisées. Ainsi, plus la fonction probabilité de broyage est étroite, plus la coupe est "homogène".

La figure 3.11. compare les évolutions de E90, de E50 et de Esmo = E0 en fonction de la taille des coupes. Les allures sont identiques.

En ce qui concerne les extrémités des fonctions énergétiques, il semblerait qu'il y ait une asymptote verticale vers les petites tailles et une horizontale vers les grandes. La première est liée à l'existence d'une taille limite théorique (transition fragile-ductile : Kendal 1978, Hagan 1981). La littérature donne une estimation de cette taille de l'ordre de 0,5  $\mu\text{m}$  (Hagan 1981). L'asymptote horizontale tendrait vers une valeur d'énergie nulle pour une taille infinie de bille de verre.

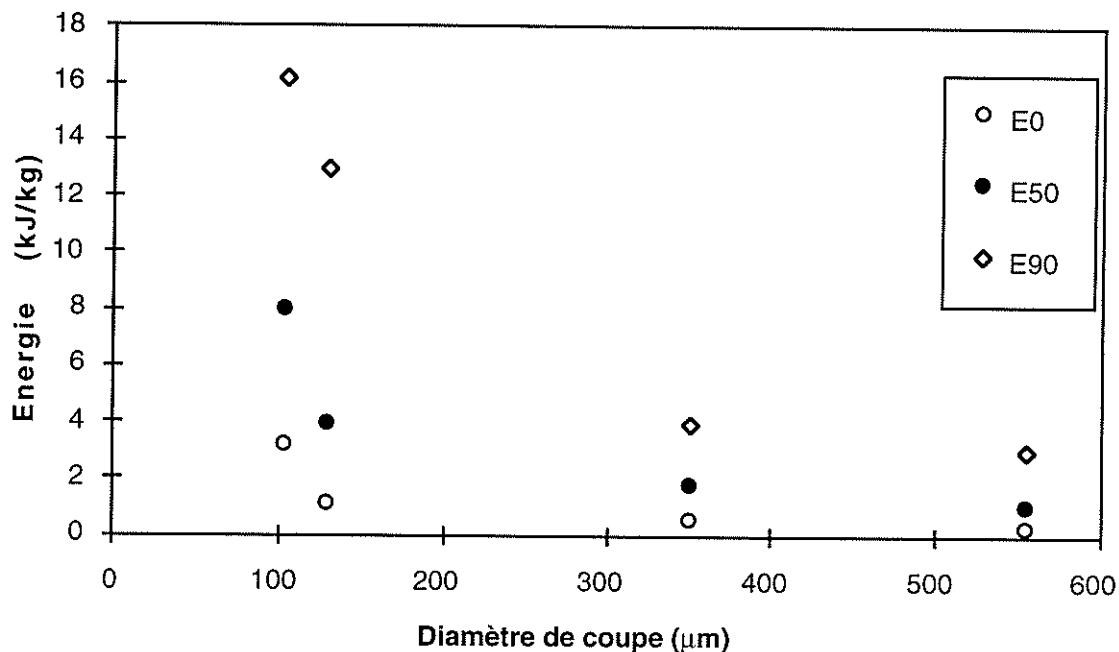


Figure 3.11. : Fonctions énergie de broyage

Les fonctions énergie de broyage mettent également en évidence des écarts ( $E_{90}-E_0$ ) variables avec la taille des coupes. La grandeur de cet écart est liée au degré "d'homogénéité" de la coupe (voir plus haut). En effet,  $E_0$  caractérise le seuil de rupture des particules les plus grosses et fragiles de la coupe.  $E_{90}$  donne surtout des indications sur le comportement des grains les plus petits et résistants de l'échantillon. La différence ( $E_{90}-E_0$ ) est représentée sur la figure 3.12. en fonction de la taille moyenne des coupes. Elle fournit la plage énergétique nécessaire pour fragmenter 90% des particules de la coupe, des plus grosses aux plus fines. On observe que plus la taille de la coupe augmente, plus cet écart diminue. On conclut donc que "l'homogénéité" de nos différentes coupes augmente avec la taille : leur distribution de taille et de résistance diminue lorsque les diamètres croissent.

Finalement, l'approche permet d'avoir deux paramètres énergétiques complémentaires de caractérisation. Le seuil d'attrition  $E_0$  fixe le niveau énergétique de fragilité. L'écart ( $E_{90}-E_0$ ) informe sur le degré d'homogénéité de la coupe étudiée.

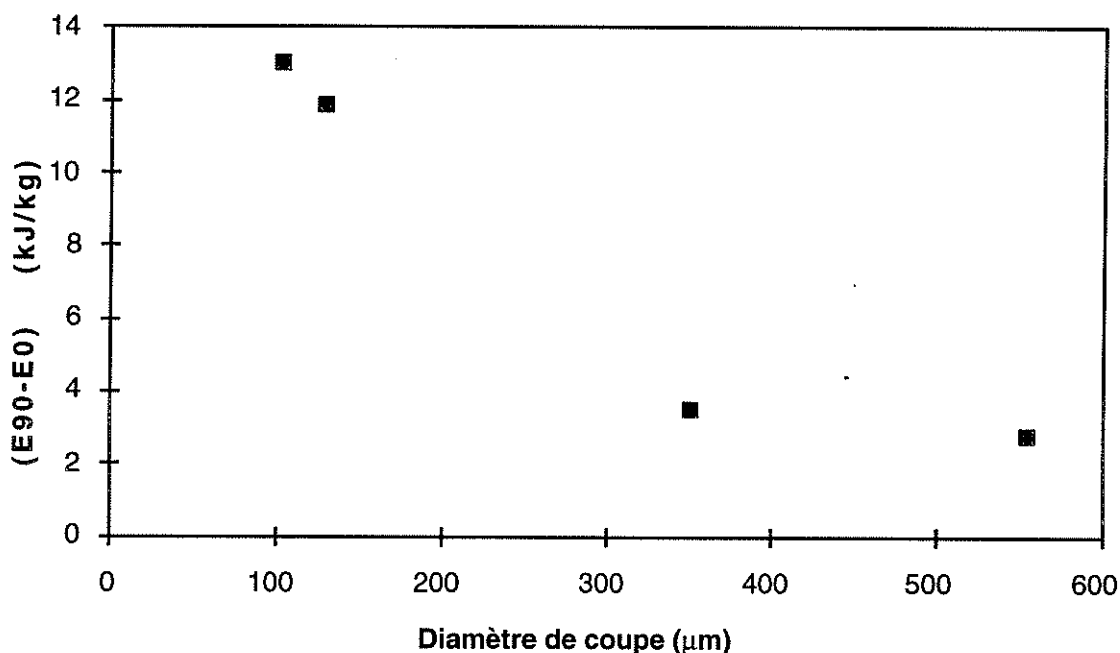


Figure 3.12. : Homogénéité des coupes de billes de verre

### II.7.3. Traitement Rosin-Rammler

Le traitement des distributions granulométriques avec l'approche de Rosin-Rammler est donné en annexe. Les figures 3.13.-1 et -2 représentent l'évolution des paramètres caractéristiques : l'étalement  $m$  et le diamètre à 63,2% de passant  $d_1$ .

Pour l'étalement  $m$ , on remarque qu'il y a une grande disparité pour les poudres initiales. Ensuite, les valeurs de  $m$  de toutes les coupes se regroupent dans l'intervalle 2-4, en ne



baissant avec la vitesse que très légèrement.

Pour l'évolution du diamètre caractéristique, les profils de rupture sont tout à fait identiques à ceux obtenus par la méthodologie classique. Ces résultats confirment que les deux approches sont cohérentes entre elles.

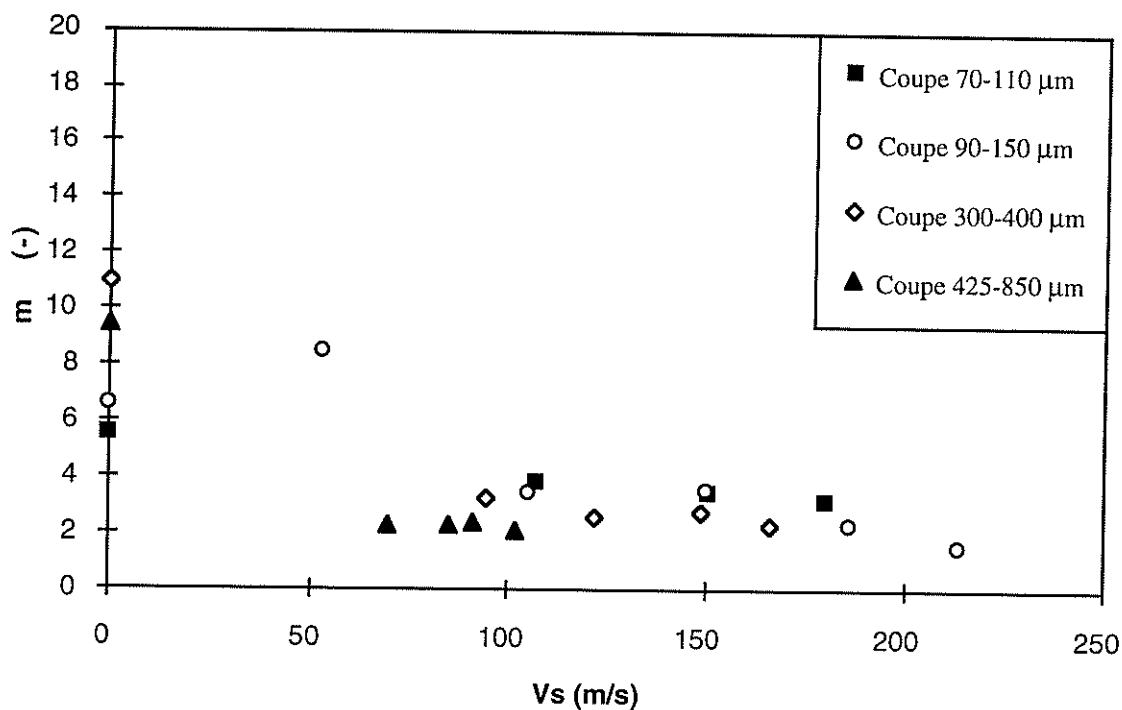


Figure 3.13-1 : Evolution de la dispersion  $m$  de Rosin-Rammler pour 4 coupes de verre

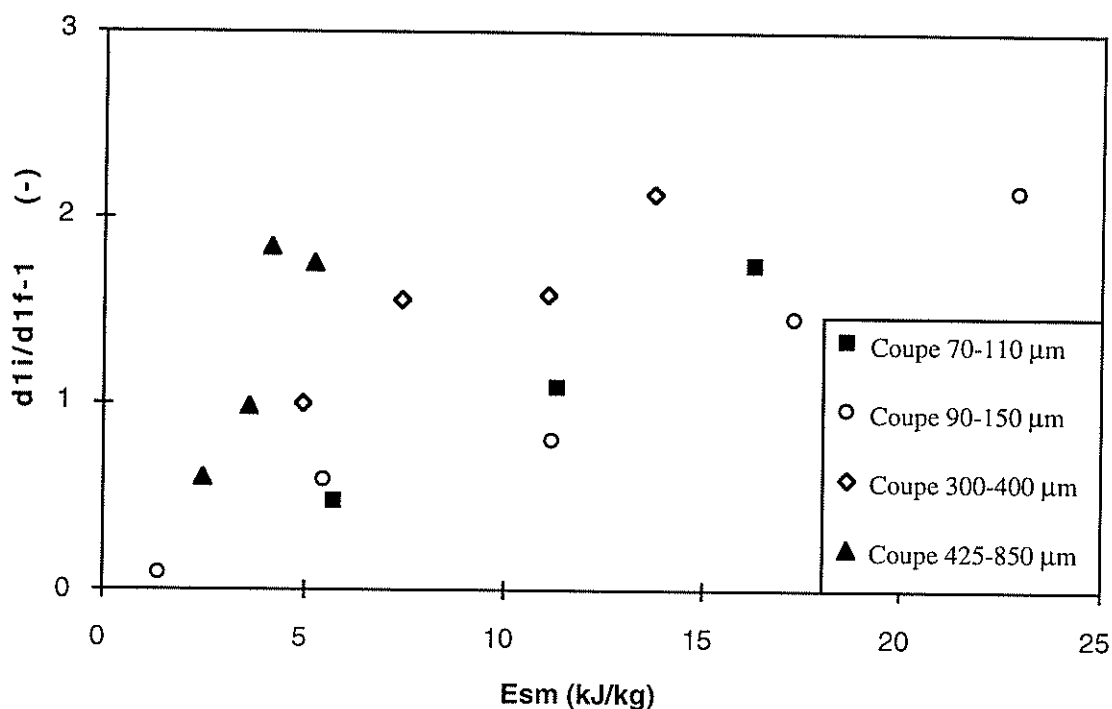


Figure 3.13-2 : Evolution du diamètre  $d_1$  de Rosin-Rammler pour 4 coupes de verre

#### II.7.4. Conclusion

L'installation expérimentale associée à une méthodologie précise permet de quantifier l'influence de la taille sur le comportement en impact d'un solide. On retombe sur le résultat intuitif que plus une particule est grosse, plus elle est fragile.

Les fonctions probabilité et énergie de broyage fournissent en plus des critères énergétiques caractérisant la fragilité et l'homogénéité d'un solide.

Les résultats obtenus par la méthodologie classique et avec le traitement de Rosin-Rammler sont encore une fois mutuellement confirmés.

En outre, nos résultats couplés avec la statistique de Weibull permettent d'accéder à une information fondamentale très utile : le paramètre constant  $m_w$  qui intervient dans la relation contrainte à la rupture-volume de la particule (Chapitre 1, relation 12).

#### II.8. Comparaison avec la littérature

Le comportement fragile correspond à l'initiation et à la propagation de fissures à partir de défauts existant dans tout solide. La concentration de défauts dépend de la nature du matériau et de son procédé de fabrication, elle fixe son degré de fragilité. Par ailleurs, plus on fournit de l'énergie au solide, plus le réseau de fissures se densifie (Shipway et al. (1993), voir annexe 2).

De nombreux auteurs ont étudié la relation entre l'énergie de fracture et les caractéristiques du solide : Austin et al. (1987), Yashima et al. (1987). Ils se basent sur l'équation de Hertz (Chapitre 1, relation (5)). Ils aboutissent à la relation (9) donnant la vitesse d'attrition en fonction des caractéristiques mécaniques du solide.

$$V_{so} = \left( \frac{9,98}{\pi \rho_s} \right)^{1/2} \left( \frac{1-\nu}{Y} \right)^{2/6} \left( \frac{\pi \sigma_c (28 + 20 \nu)}{84} \right)^{5/6} \quad (9)$$

Avec la masse volumique du solide  $\rho_s$  (kg/m<sup>3</sup>), le module d'Young  $Y$  (Pa), le coefficient de Poisson  $\nu$  (-) et la contrainte à la rupture  $\sigma_c$  (Pa).

Quelques résultats sont donnés dans le tableau 3.4. Il y a un grand écart pour le verre au plomb entre la valeur expérimentale et la valeur calculée. Ce décalage n'est pas étonnant, car la théorie de Hertz prévoit des particules idéales, alors que dans la réalité le solide est loin d'être parfait. Il contient des défauts susceptibles de l'affaiblir.

Par contre, avec le verre boro-silicaté, les valeurs sont très proches. On pourrait avancer

comme explication que, plus la taille diminue, plus la concentration de défauts est faible (Chapitre 1, I.4.1.a). Dans ce cas, la résistance augmente et le solide se rapprocherait alors du comportement idéal.

Il faut aussi se rendre compte que dans la relation (9), la sensibilité à  $\sigma_c$  est très importante. La contrainte à la rupture  $\sigma_c$  est de l'ordre du MPa, voire du GPa. Elle est déterminée souvent avec une imprécision assez grande sur des particules aussi petites. En conclusion, on ne doit prendre en compte que les ordres de grandeur de ces résultats.

Verre	Vso (m/s) Expérimental	$\sigma_c$ (Mpa) Littérature	Vso (m/s) Calculé	Références
Verre au plomb 650-750 $\mu\text{m}$	de 47 - 82	178 - 257	76 - 104	Shipway et al.(1993)
Verre boro- silicaté 90-150 $\mu\text{m}$	46	85	41	Lecoq et al.(1997)

Tableau 3.4. : Seuils d'attrition pour deux verres différents, avec  $\rho_s = 2460 \text{ kg/m}^3$ ,  $\nu = 0,25$  et  $Y = 70 \text{ GPa}$

### III. INFLUENCE DE LA NATURE DU MATÉRIAU

#### III.1. Introduction

Dans les paragraphes précédents, on a décrit les outils d'une méthodologie générale d'étude de l'impact sur cible. Une présentation détaillée de l'étude du comportement du verre a montré les différentes approches possibles permettant de décrire de façon précise les effets de l'énergie d'impact sur la distribution granulométrique du solide.

Ce paragraphe illustre de façon concrète ce qui peut être obtenu à partir de la méthodologie de base du test servant à l'étude comparative de différents solides face à l'impact sur cible. Les différents comportements sont mis en évidence et sont comparés qualitativement et quantitativement grâce à la définition de paramètres de fragmentation.

#### III.2. Etude comparative

##### III.2.1. Profils de rupture en vitesse

Les caractéristiques des principaux matériaux étudiés peuvent être recueillies dans le tableau 2.2. : des billes de verre, un sable, une hydrargillite, un sel et un polyamide.

La figure 3.14. donne leurs profils de rupture classique : l'évolution de la diminution de taille en fonction de la vitesse des particules incidentes pour les solides étudiés qui subissent une fragmentation. Deux types d'évolutions sont rencontrés.

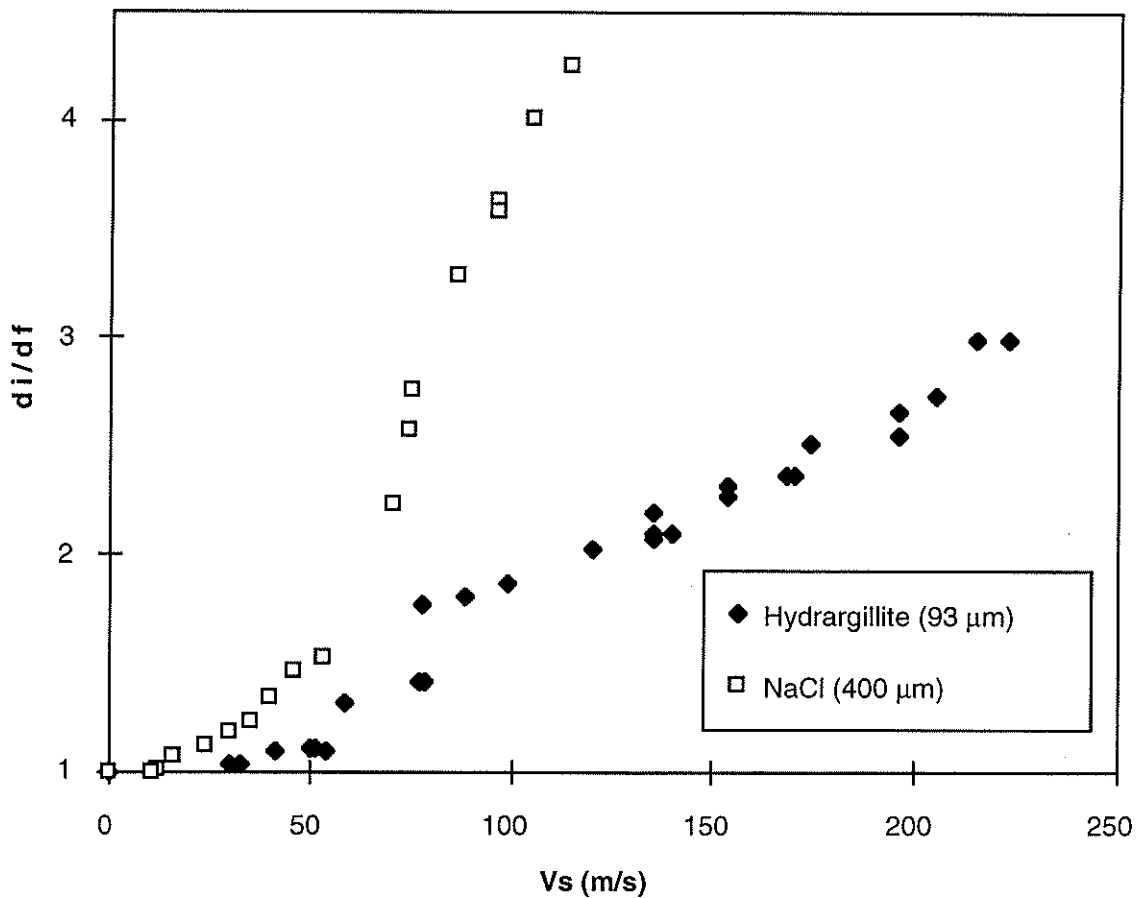
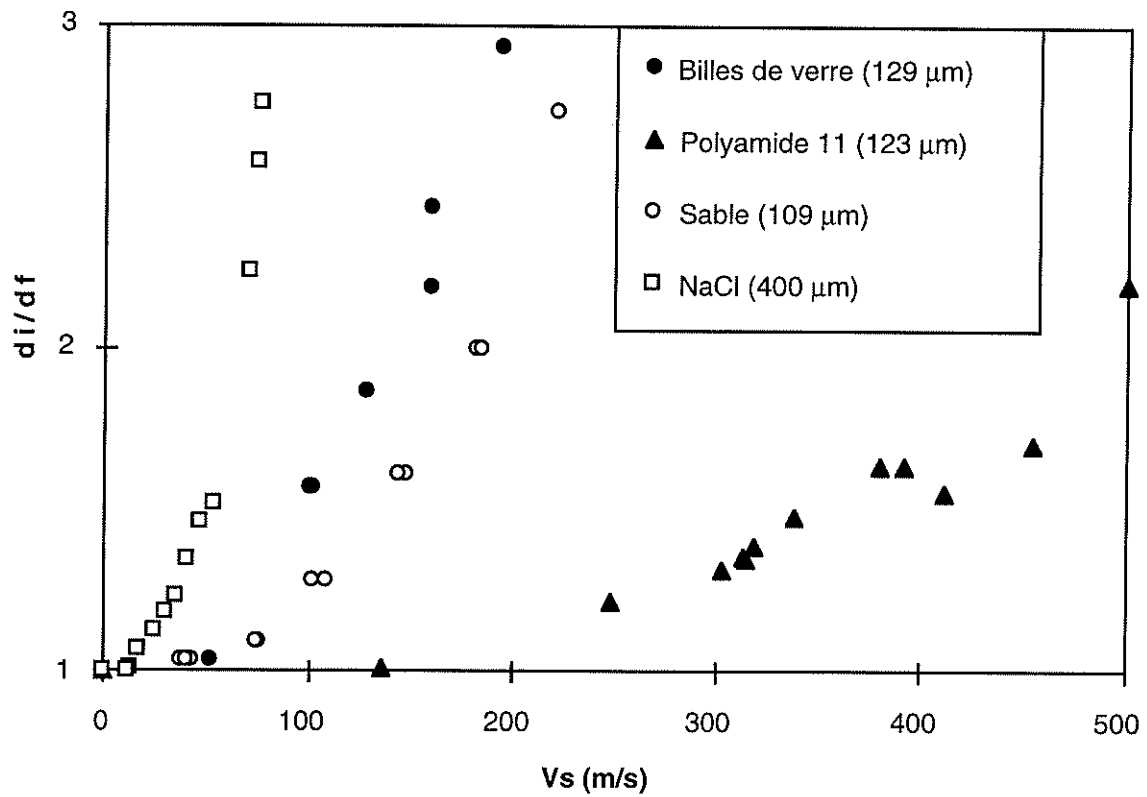


Figure 3.14.: Evolution du rapport de réduction de taille en fonction de la vitesse des particules  $V_s$

Dans tous les cas, deux zones sont mises en évidence, séparées par une énergie  $E_{so}$  de transition correspondant à une vitesse  $V_{so}$  (extrapolation de la courbe à réduction de taille égale à 1). Le tableau 3.5. donne les valeurs déterminées pour les solides étudiés.

Solides	$V_{so}$ (m/s)	$E_{so}$ (MJ/m <sup>3</sup> ) (kJ/kg)	$V_{sc}$ (m/s)	$E_{sc}$ (MJ/m <sup>3</sup> ) (kJ/kg)	$p$ (m <sup>2</sup> /kJ)
Verre	46	2,6 1,1	-	-	2,7
Sable	65	5,6 2,1	-	-	2,7
Al(OH) <sub>3</sub>	31	1,1 0,5	88	9,1 3,9	9,0 - 2,2
Polyamide	125	8,1 7,9	-	-	0,6
NaCl	11	0,1 0,06	80	6,9 3,2	6,2 - 3,8

Tableau 3.5. : Valeurs de transition et critiques (cible CSi)

A des vitesses inférieures à  $V_{so}$ , il n'y a pas de fragmentation : on se trouve dans les conditions d'impact élastique : il y a simple rebond de la particule. Au-delà de cette limite, l'énergie reçue par le solide conduit toujours à une réduction de taille. Deux cas sont rencontrés :

- pour le verre, le sable et le polymère, on observe une évolution strictement monotone de la diminution de taille dans la plage étudiée ;

- pour l'alumine Al(OH)<sub>3</sub> (Mebtoul 1994) et le NaCl (Chouteau 1997), nous mettons en évidence deux régimes de fragmentation qui seraient dus à la structure du solide. Les valeurs critiques de changement de régime sont rassemblées dans le tableau 3.5.

La figure 3.15. permet de se rendre compte que la présence de ces deux régimes n'est pas dû à un artefact de la méthodologie. En effet, quel que soit le critère de finesse choisi, il y a toujours deux ruptures de comportement, et qui apparaissent pour les mêmes vitesses.

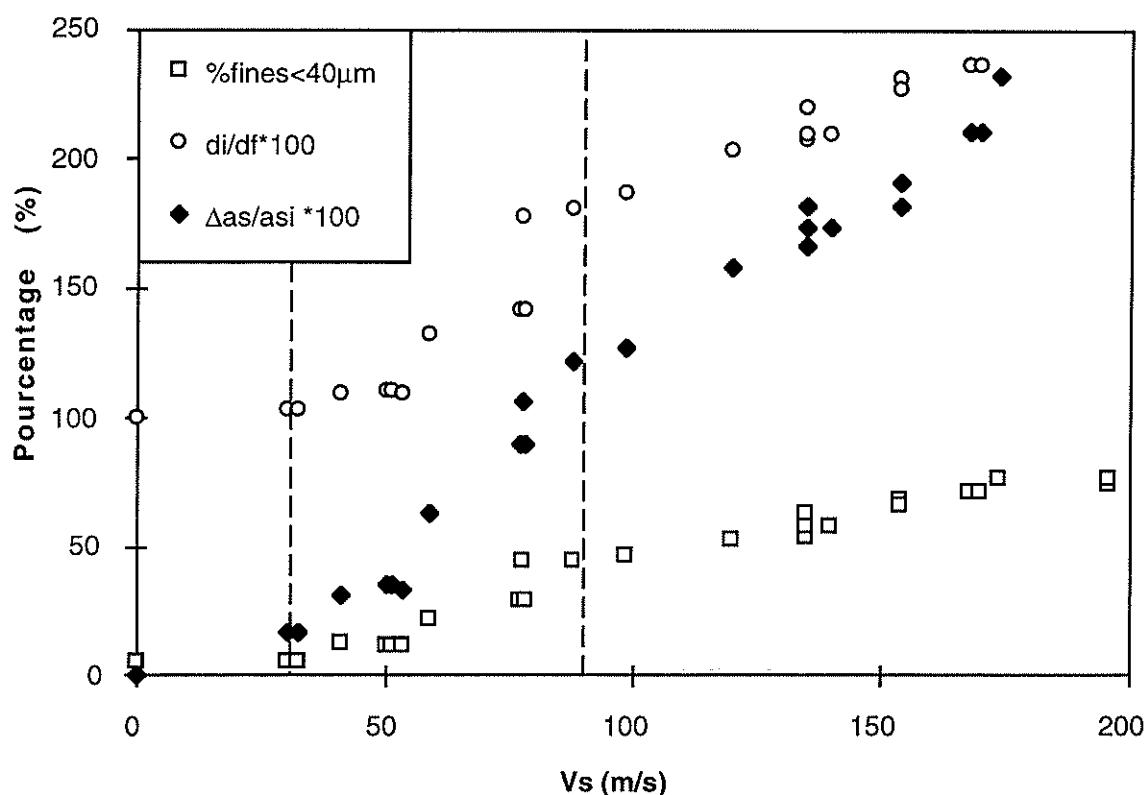


Figure 3.15.: Evolution des finesses de fragmentation pour l'hydrargillite

### III.2.2. Mécanisme de broyage

Dans le cas d'un matériau fragile comme le verre, la fracture survient à partir des défauts existant dans tout solide (théorie de Griffith, voir chapitre 1, I.4.1.). Le polyamide se rattache à cette famille. Sa structure cristalline favorise la rupture fragile. Le sable et le sel fournissent également une rupture de type fragile ("brittle" ou "semi-brittle" selon Ghadiri et al. (1994)).

Quant à l'alumine  $Al(OH)_3$ , l'interprétation de son comportement est à chercher dans la complexité de sa structure (Mehtoul 1996). Une particule d'alumine hydroxylée se présente sous la forme d'une association de tablettes qui sont formées d'un empilement de feuillets (voir figure 2.25.). Lorsqu'on fournit une faible énergie à une particule, entre le seuil d'attrition et le seuil critique, on observe tout d'abord une rupture des saillants du cristal par le mécanisme d'écaillage-fendage ("splitting-chipping"). On commence à détruire l'association en associations plus petites au niveau des joints entre les cristaux, les macles (Mehtoul (1996), Ghadiri (1994), Vervoorn (1990)). Ensuite, lorsqu'on augmente la vitesse d'impact, la taille des associations obtenues diminue constamment.

A partir de la transition critique, la morphologie des fragments change complètement. On obtient cette fois des éclats de tablettes et des tablettes plus fines par un nouveau mécanisme :

le clivage-broyage ("cleavage-breakage"). L'énergie cinétique fournie contribue non seulement à la fracture de l'association - complètement détruite - mais également à l'attaque des tablettes qui se brisent en fragments plus petits. Une cartographie du comportement de l'hydrargillite en fonction de sa taille est fournie en annexe. Elle délimite les 3 zones de mécanismes bien distincts.

En ce qui concerne le NaCl, une analyse des fragments au M.E.B. permet d'expliquer le changement de pente observé (Chouteau 1997). En dessous de  $V_{sc}$ , la cassure des particules que l'on peut assimiler à des cubes se fait principalement selon des plans parallèles aux faces. La variation du taux de réduction de taille est alors très grande. Par contre, dès que l'impact possède une énergie supérieure à  $E_{sc}$ , les fragments obtenus sont brusquement beaucoup plus petits. L'énergie fournie contribue à des fragmentations multiples : selon des plans parallèles et perpendiculaires aux faces. A ce moment, vers  $d_i/d_f \approx 3$ , l'accroissement de  $d_i/d_f$  chute. Finalement, le profil de rupture du NaCl met en évidence 2 types de fissuration survenant dans la rupture du NaCl cubique.

### III.2.3. Profils de rupture en énergie

La figure 3.16. introduit une représentation réduite en fonction du paramètre (Esm-Esmo). Avec cette approche, dans la plage étudiée, on peut assimiler les courbes à des droites passant par l'origine, ce qui est en accord avec la littérature: Cleaver (1993), Leschonski (1988), Okuda (1980).

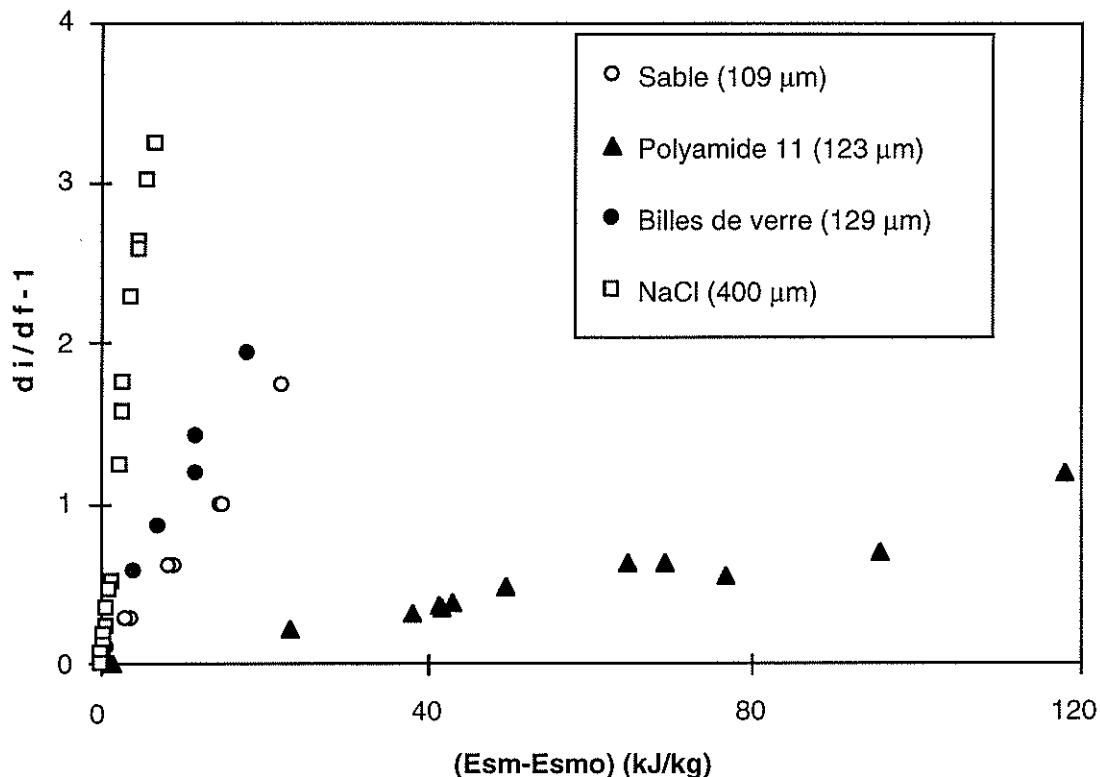


Figure 3.16. : Rapport de réduction de taille réduit en fonction de l'énergie réduite

La pente est caractéristique du solide impacté sur la cible en carbure de silicium. Les positions relatives des courbes montrent que le sable et les billes de verre ont un comportement proche.

Quant au polyamide, sa droite caractéristique est située à la droite de celles des autres solides et elle a une évolution beaucoup plus lente. D'une part, pour une énergie fournie, le matériau a le taux de réduction le plus petit. D'autre part, la pente de la droite est la plus faible de tous les solides traduisant le plus faible accroissement de finesse par incrément d'énergie.

On a également représenté sur ce graphe le profil de rupture du NaCl pour simple comparaison avec les autres solides : on visualise que ce solide est très fragile. Par contre l'échelle masque son changement de régime à  $(di/df - 1) \approx 2$ .

La figure 3.17. donne l'évolution de la surface spécifique en fonction du paramètre énergétique massique Esm pour le verre et l'hydrargillite G, représentants des deux catégories de solide mis en évidence. Les autres courbes sont données en annexe 9. Avec ce critère de finesse et l'énergie massique, on observe également une évolution proche de celle d'une droite. Mais dans le cas présent, la pente  $p$  a une signification particulière. Elle représente la quantité de surface créée par unité d'énergie fournie pour la fragmentation dans chaque régime. Elle caractérise donc une aptitude au broyage ou broyabilité. Les valeurs de  $p$  sont rassemblées dans le tableau 3.5.

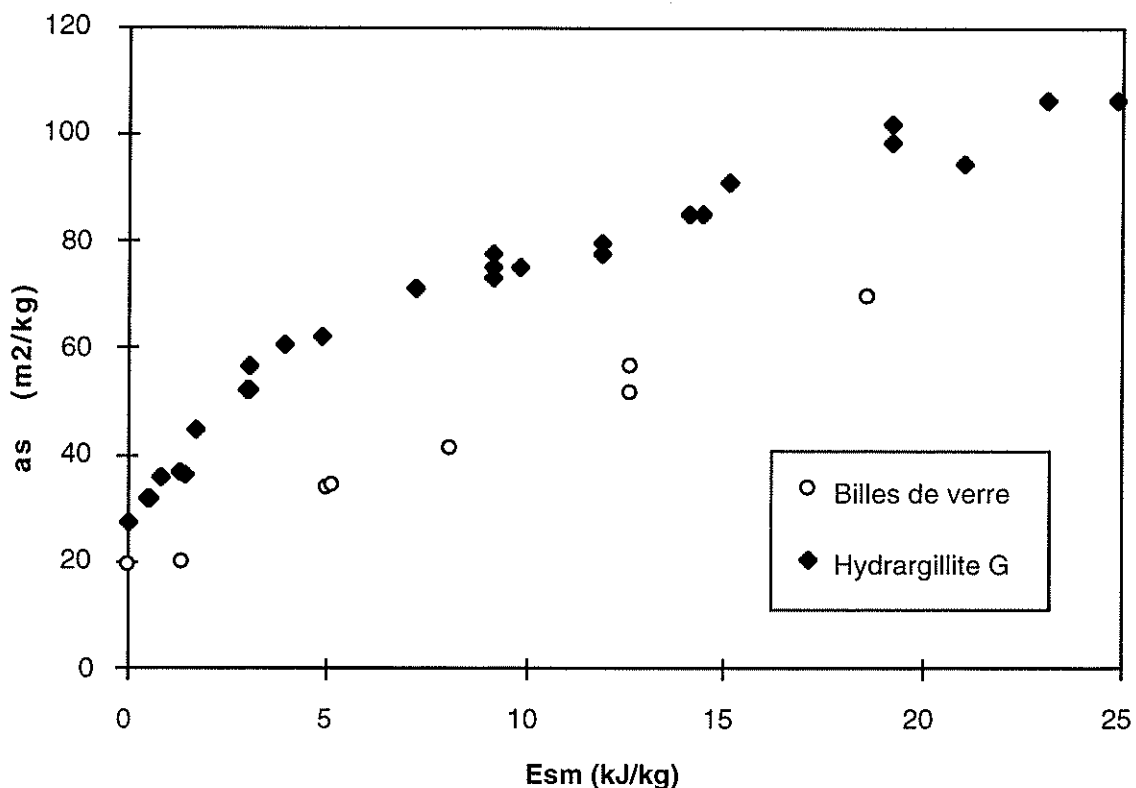


Figure 3.17.: Evolution de la surface spécifique en fonction de l'énergie des particules



Cette représentation permet de comparer facilement, rapidement et quantitativement les solides entre eux. Ainsi, l'alumine a dans son premier régime d'écaillage-fendage une broyabilité très importante par rapport aux autres solides :  $p(\text{Al}(\text{OH})_3) = 9,0$ . Le passage au second régime s'accompagne d'une baisse considérable de ce paramètre. Le mécanisme incriminé s'attaque, dans le domaine énergétique supérieur à Esc, à des structures non seulement plus résistantes que dans le premier régime, mais aussi à des structures qui produisent beaucoup moins de nouvelles surfaces par unité d'énergie fournie au solide.

### III.3. Etude spécifique de l'impact de polymères

#### III.3.1. Introduction

Dans le paragraphe précédent, les comportements en impact de nombreux matériaux sont mis en évidence. Maintenant, nous allons nous attacher à étudier plus particulièrement une classe de matériaux organiques qui possèdent des propriétés très particulières et très recherchées dans de nombreuses industries : grandes résistances mécaniques, grandes élasticités et grandes plasticités. L'annexe 2 donne quelques notions générales sur la rupture des polymères.

Deux grandes classes de polymères sont étudiées : ceux à structure semi-cristalline (PA11, PS, LDPE, PC, Nylon 6, Castor Wax) et ceux à "structure" amorphe (PMMA, Surlin).

Pour les matériaux les plus résistants, il faut fournir énormément d'énergie pour atteindre la fragmentation. Des techniques particulières d'accélération du solide sont alors indispensables.

#### III.3.2. Impact à très grandes vitesses du PA11

Cette campagne d'essais fait suite à une série d'impacts du polyamide effectués dans les conditions d'impacts classiques, comme tous les solides étudiés au III.2. Mais, les vitesses, obtenues au cours de la première campagne, bien que grandes ( $\approx 350$  m/s) ne donnaient que des taux de réduction assez faibles. Il fut alors décidé de dépasser cette vitesse pour mettre en évidence un éventuel changement de comportement ou une éventuelle taille limite de broyage liée à la transition fragile-ductile du matériau (Hagan 1981, Kendall 1978).

Les grandes valeurs de vitesse sont obtenues grâce à l'utilisation d'une buse particulière (buse 6, dimensions en annexe 4) et d'un gaz plus léger que l'air comme gaz porteur, l'hélium.

En effet, dans une buse convergente-divergente la vitesse maximale au col est celle du son et cette dernière est inversement proportionnelle à la masse moléculaire du gaz :  $c_s^2 = \gamma RT/Mm$ .

Le tableau 3.6. donne l'application numérique pour trois différents gaz.

Gaz	M (g/mol)	$\gamma$ (-)	$c_s$ (m/s)
Hélium	4	1,66	1013
Air	29	1,4	346
CO <sub>2</sub>	44	1,28	268

Tableau 3.6. : Vitesses du son dans différents gaz à 25°C

On voit que la vitesse du son dans l'hélium est près de 3 fois celle dans l'air. L'utilisation d'un gaz de faible densité, tel l'hélium, permet d'augmenter facilement (mais à grands coûts) les capacités d'accélération d'un solide dans la buse.

Le profil de rupture complet du polyamide est visible sur la figure 3.14. Dans toute la gamme de vitesse étudiée, il faut fournir énormément d'énergie au solide pour diminuer sa taille. On observe également une continuité entre les résultats à l'air et ceux à l'hélium (>350 m/s). Il n'y a donc apparemment pas de changement de comportement face à l'impact entre 125 et 500 m/s.

Une étude plus poussée au M.E.B. fournit des informations complémentaires très intéressantes. La figure 3.18. montre deux photos de grains de PA11 après impact à 500 m/s. On découvre que certaines particules ont un aspect filamenteux surprenant. Dans un premier temps on pourrait penser que certaines particules ont fondu.

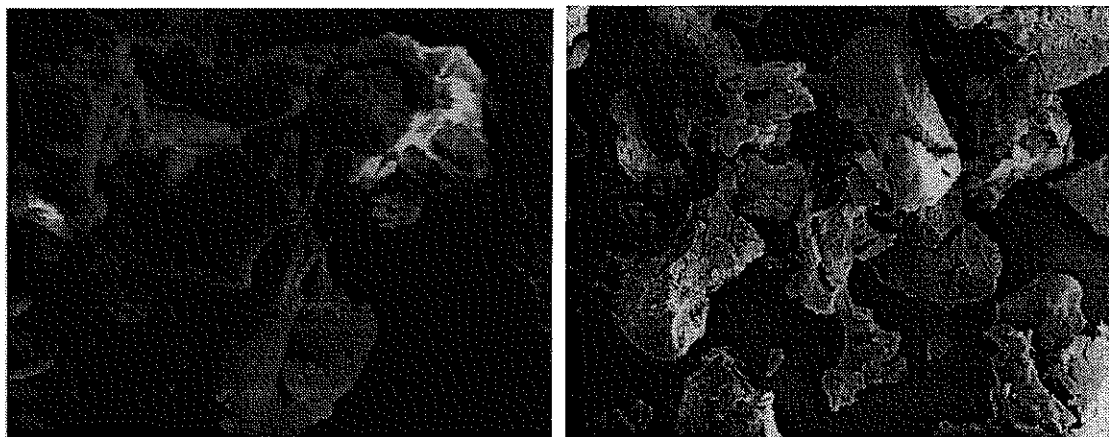


Figure 3.18. : Particules de PA11 impactées à 500 m/s

Un calcul approximatif de l'échauffement au cours de la phase d'accélération est effectué dans le Chapitre 1, I.4.4. Si on estime en exagérant que la vitesse relative hélium-solide est de 300 m/s, l'échauffement de l'hélium à la surface du solide n'est que de 6 °C. On n'atteint donc pas la température de transition vitreuse du solide, qui est de 38°C.

Par ailleurs, au cours de l'impact, une grande partie de l'énergie cinétique incidente est convertie en énergie de déformation élasto-plastique, en création de fissures et en dégagement de chaleur. Fuller et al. (1975) déterminent un échauffement de 500°C pour des essais de fragmentation de particules de PMMA. Une telle élévation de température permet au solide d'atteindre rapidement la température de fusion du polyamide, 180°C.

En conclusion, l'explication du problème se trouve peut-être dans un effet combiné inertie-échauffement. En effet, au cours de l'impact sur la cible, le solide commence d'abord à se déformer. Ensuite, si les contraintes atteignent une certaine valeur, il y a création et propagation de fissures et un échauffement local très important. Le solide qui devient mou peut alors subir des déformations plastiques très importantes par suite de son inertie.

Signalons enfin que le phénomène n'est pas observé pour toutes les particules impactées. Les hétérogénéités de taille, de vitesse et de contrainte compliquent l'interprétation de l'observation.

### III.3.3. Impact du Castor Wax et du LDPE

Parmi les polymères étudiés avec l'installation expérimentale, le Castor Wax et le LDPE ont subi un traitement particulier : une étude systématique comparative de l'influence du diamètre sur le comportement face à l'impact (van Rhee 1996). A cette fin, cinq coupes ont été préparées par tamisage pour le polyéthylène : [90-150 µm], [150-250 µm], [250-420 µm], [450-500 µm] et [500-600 µm]. Seules les quatre dernières classes ont été obtenues pour le Castor Wax.

Les résultats classiques, c'est-à-dire l'évolution du taux de réduction de taille en fonction de la vitesse incidente des particules, sont donnés en annexe 9.

La figure 3.19. permet de comparer les profils de rupture de la même coupe [500-600 µm] pour les deux polymères.

On observe des taux de réduction de taille plus importants à vitesse égale pour le Castor Wax. Ce dernier se fragmente donc plus facilement que le LDPE.

Par ailleurs, dans toute la gamme de taille, pour un diamètre donné, le seuil d'attrition est toujours plus faible pour le Castor Wax (figure 3.20.).

La comparaison qualitative des profils de rupture et la comparaison quantitative des seuils d'attrition aboutissent à une classification sans équivoque des deux polymères étudiés.

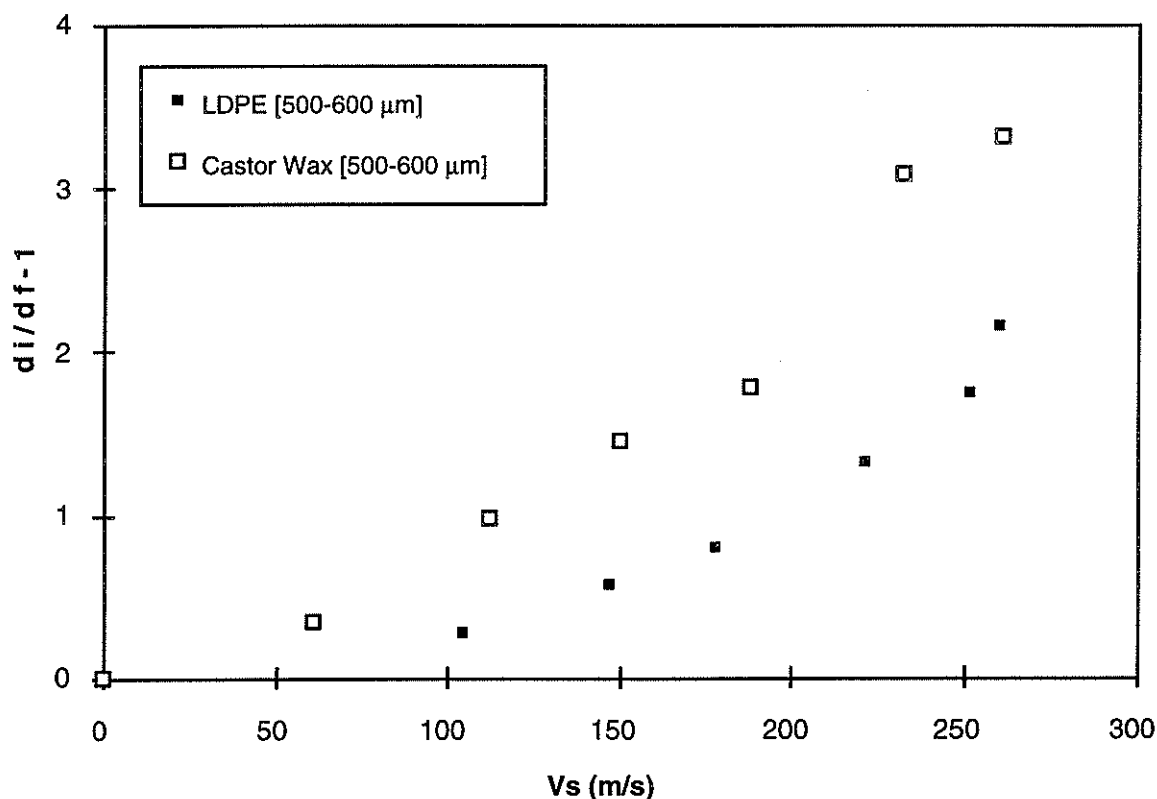


Figure 3.19. : Profils de rupture de la même coupe des 2 polymères

En outre, le tracé de la figure 3.20. en coordonnées logarithmiques permet d'obtenir des droites avec des coefficients de régression tout à fait satisfaisants (figure 3.21.). On en déduit les expressions suivantes :

$$\text{- LDPE : } \quad V_{so} = 10,23 \text{ dm}^{-0,30} \quad (10)$$

$$\text{- Castor Wax : } \quad V_{so} = 0,22 \text{ dm}^{-0,72} \quad (11)$$

Or, la théorie de Hertz (relation (7) du chapitre 1) prédit une puissance  $-5/3 \approx -1,67$ , valeur assez différente de 0,30 et de 0,72 des relations (10) et (11). Ce résultat traduit l'écart au comportement idéal élastique du modèle de Hertz. Les polymères étudiés affichent donc un comportement élastique et plastique marqué.

Le modèle de Hertz, modifié par la statistique de Weibull, fait intervenir un coefficient  $m_w$  qui permet de calculer l'évolution de la résistance à la limite d'élasticité en fonction du volume de la particule (chapitre 1, relation (12)). Pour chacun des solides on obtient alors :

$$\text{- LDPE : } \quad m_w = 8,33 \quad (12)$$

$$\text{- Castor Wax : } \quad m_w = 3,47 \quad (13)$$

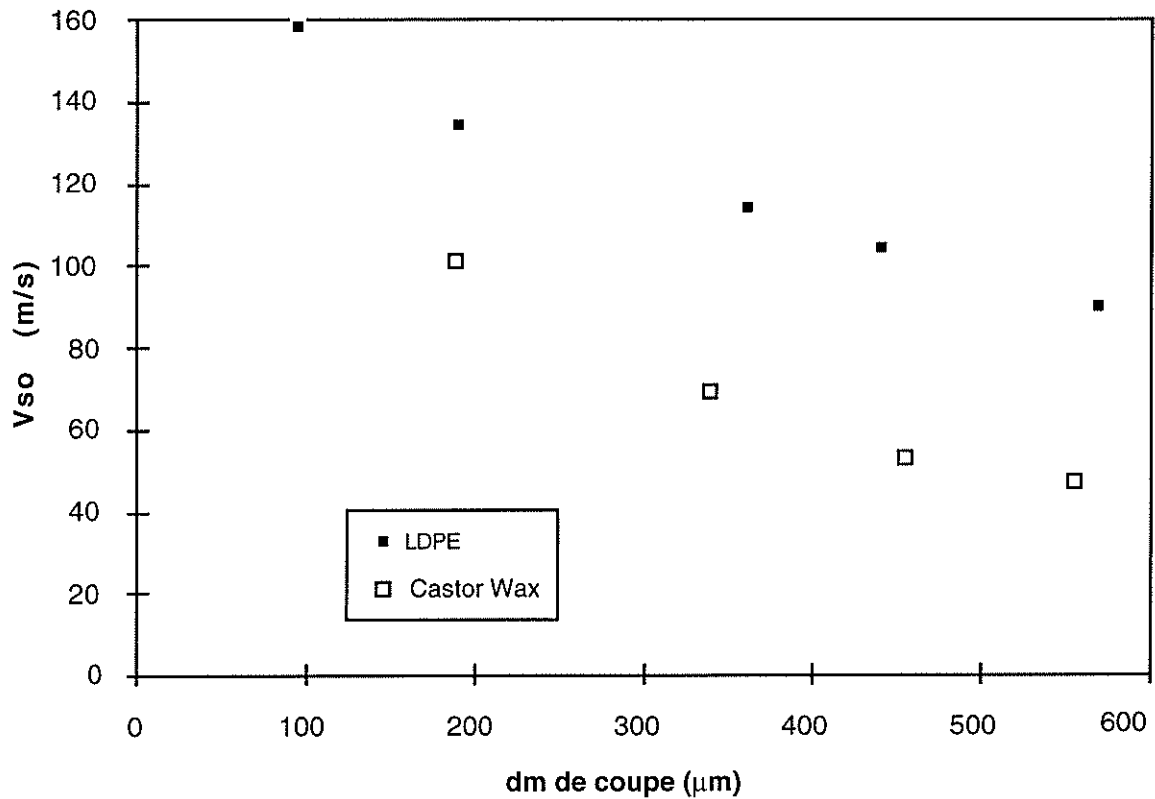


Figure 3.20. : Comparaison des seuils d'attrition pour les 2 polymères

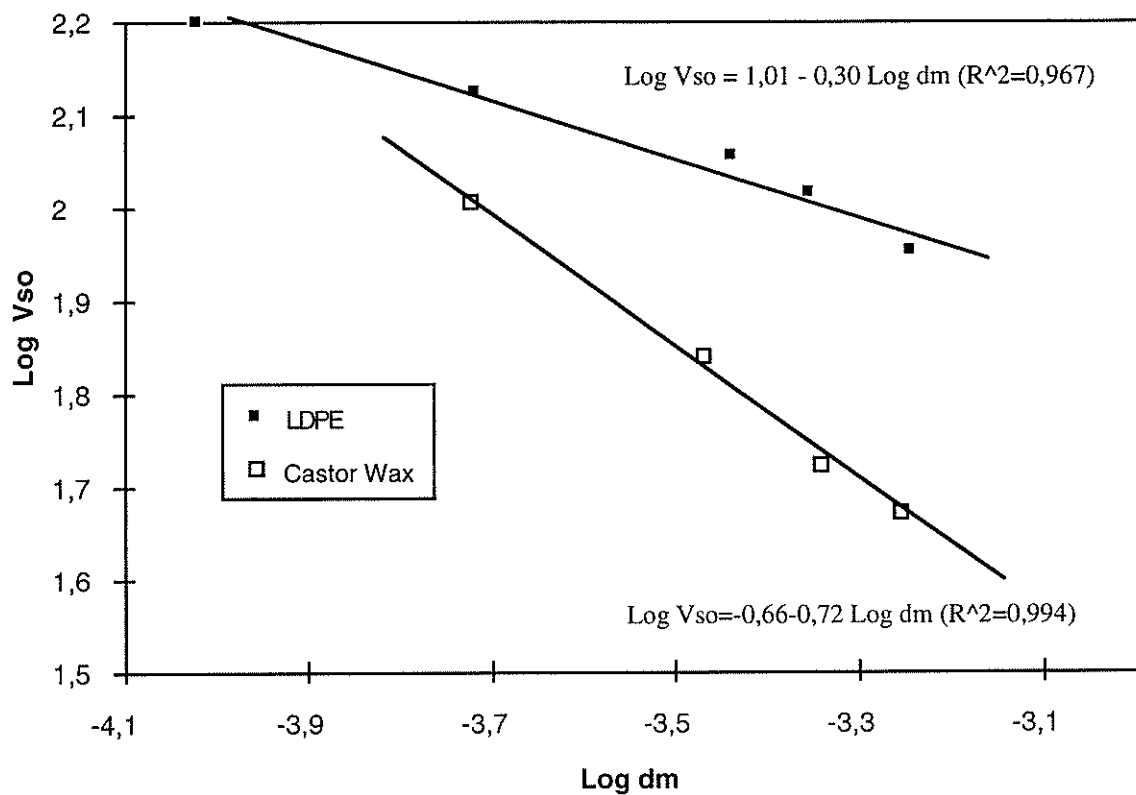


Figure 3.21. : Comparaison en coordonnées logarithmiques des seuils d'attrition pour les 2 polymères

Plus  $m_w$  est grand, plus la variation de résistance avec la taille est importante. Donc, dans le cas présent, le LDPE révèle une plus grande discontinuité de structure avec la taille que le Castor Wax : la concentration de fissures varie plus avec la taille dans le LDPE que dans le Castor Wax.

En résumé, l'exemple qui vient d'être présenté illustre le schéma classique de classification à l'aide des profils de rupture. L'étude de coupes granulométriques permet d'avoir une information supplémentaire à l'aide du coefficient de Weibull.

### III.3.4. Comportement ductile et transition fragile-ductile

De nombreuses campagnes d'essais ont été menées sur notre installation expérimentale avec des polymères qui ont révélé un comportement ductile (van den Bos 1994). On peut citer : des particules de polystyrène de 275  $\mu\text{m}$ , de Surlyn de 328  $\mu\text{m}$ , de Nylon 6 de 275  $\mu\text{m}$ , de polycarbonate de 303  $\mu\text{m}$ , dans l'intervalle de vitesses 0-250 m/s.

Pour ces polymères, aucune diminution de taille n'est observée dans le domaine de vitesses étudiées. Une étude approfondie au M.E.B. de sphères de PMMA de 173  $\mu\text{m}$  révèle que pour ce polymère amorphe, l'impact ne conduit qu'à un aplatissement au point d'impact, avec un réseau de fissures qui n'a pas conduit à la fracture (figure 3.22.). En fait ce résultat tendrait à prouver l'existence d'une transition fragile-ductile. En effet, Okuda et al. (1979) ont réussi à fragmenter des particules de PMMA de 9,8 mm de diamètre alors qu'il n'a pas été possible de fragmenter nos sphères de 173  $\mu\text{m}$ . Ces résultats sont en fait en accord avec la théorie de transition qui prévoit un diamètre de changement de comportement de 303  $\mu\text{m}$ .

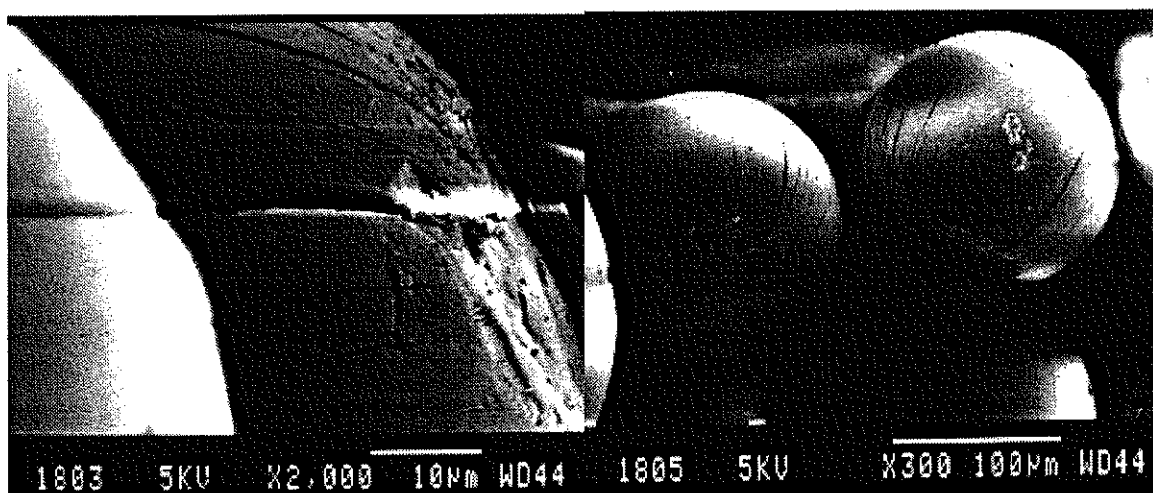


Figure 3.22. : Visualisation au M.E.B. d'un impact de billes de PMMA

En fait, la théorie calcule un diamètre en dessous duquel le solide ne peut plus se fracturer par la propagation de fissures du modèle fragile (Kendall 1978, Puttick 1980, Hagan 1981).

Cette limite est d'une grande importance dans le domaine de la comminution, car si l'on veut réduire la taille d'un solide plus petit que sa taille limite, cela ne pourra se faire que dans des conditions bien précises de cisaillement et de coupage.

Hagan (1981) montre que la taille critique en dessous de laquelle une particule ne peut qu'être déformée élastiquement et plastiquement sous contrainte est :

$$l_u \approx 30 (K_c / H)^2 \quad (14)$$

Cette relation est basée sur la théorie de l'initiation et de la propagation des fissures : pour une charge donnée, une fissure est créée et peut dans certains cas se propager. L'hypothèse de l'approche est que la taille du plus grand défaut détermine la taille critique de l'échantillon à la limite de transition fragile-ductile pour la fragmentation. A titre de comparaison, la taille critique prédite par cette relation pour le verre est de l'ordre de 0,5  $\mu\text{m}$ . Ce résultat est en parfait accord avec les résultats de la littérature (Hagan (1981), Kendall (1978)).

### III.3.5. Impact des toners

Les toners constituent une grande classe de polymère dont l'importance industrielle ne cesse de croître. Ils interviennent principalement dans les machines à photocopier où ils jouent le rôle d'encre. En fait, la poudre est chauffée jusqu'à son point de fusion et vient se déposer sur une feuille de papier. Le solide requiert une distribution de taille très resserrée. En effet, la fusion de la poudre doit donner une encre la plus homogène possible. La connaissance du comportement en impact se révèle alors fondamentale pour optimiser la chaîne de production afin d'obtenir un solide de granulométrie de plus en plus fine et de plus en plus resserrée.

Cette étude a été initiée à la suite d'un besoin industriel pour mettre en évidence deux points importants. Premièrement, quelle est l'influence de la charge de carbone dans la résine du toner ? Deuxièmement, quelle est l'influence du procédé de fabrication sur les propriétés mécaniques du toner ?

La figure 3.23. donne les profils de rupture d'une résine chargée (le toner) et non chargée. Pour ce couple de solides, on observe qu'il n'y a pas de différence significative de comportement en impact. Mais, il faut garder en mémoire que ce résultat ne concerne qu'un taux de charge en carbone donné. Finalement, il reste à voir si la conclusion est généralisable à d'autres couples, et surtout à d'autres taux de charge.

La figure 3.24. fournit la comparaison de deux résines d'origine différente. Avec des coupes granulométriques assez voisines et malgré les procédés différents, les profils sont sensiblement confondus. Ainsi, l'influences du procédé d'obtention des résines est minime dans cet exemple.

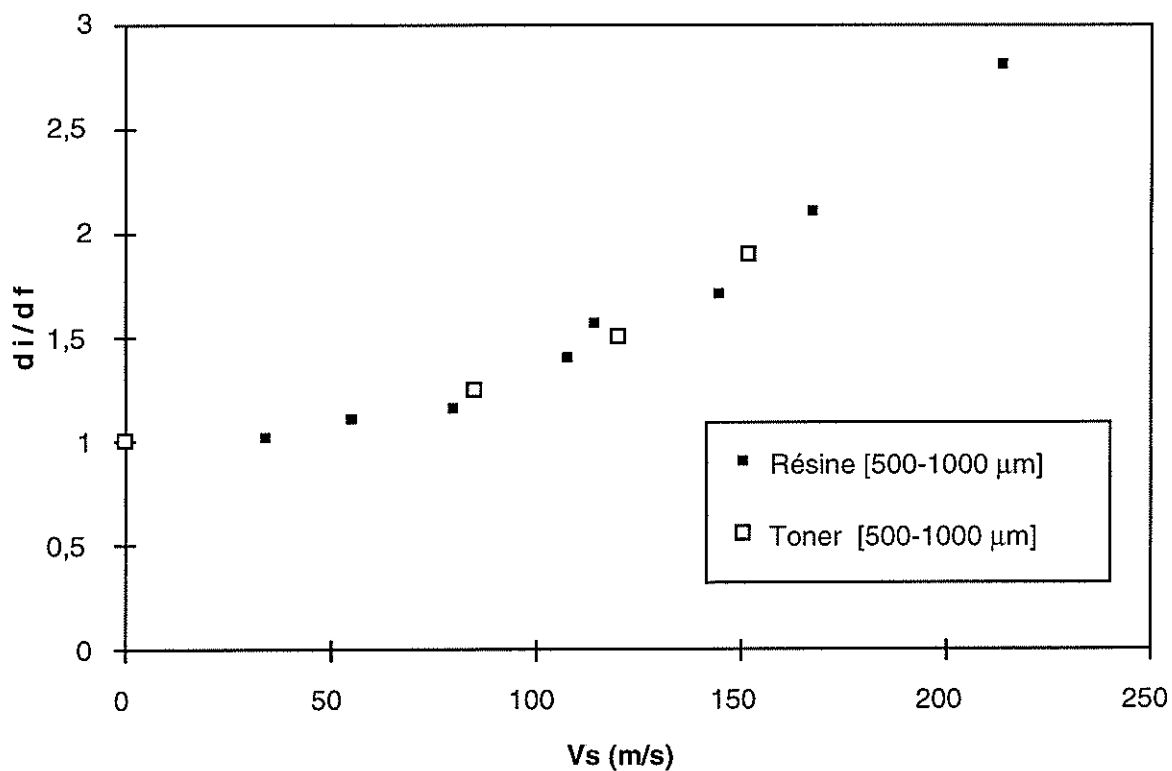


Figure 3.23. : Profils de rupture d'une résine et de la même résine chargée (toner)

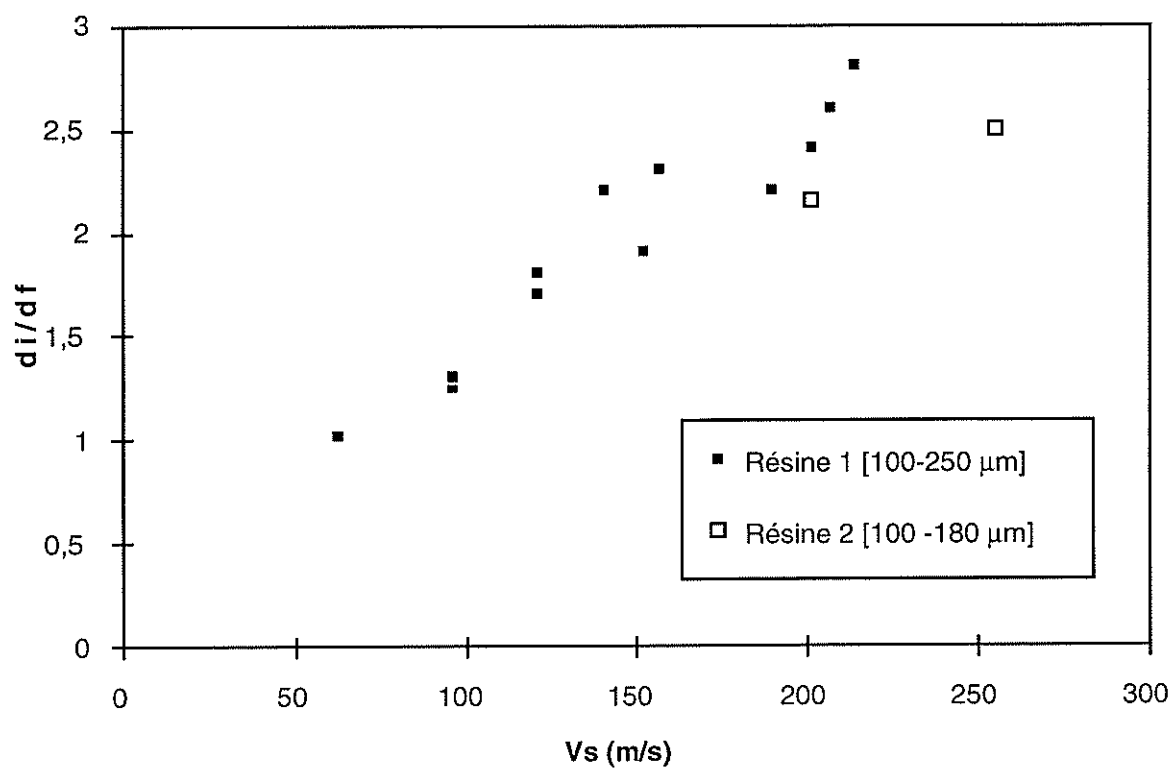


Figure 3.24. : Profils de rupture de deux résines différentes



### III.3.6. Conclusion

Les polymères se révèlent des solides très intéressants à plus d'un titre. Ils peuvent avoir un comportement fragile ou ductile ou même fondre en frappant une cible. Ils donnent alors une indication de la température d'impact. Ils possèdent en général des propriétés élastiques et plastiques très importantes qui les rendent généralement difficiles à fragmenter. La transition fragile-ductile est montrée pour le PMMA. Broyer à moindre coût serait en fait possible pour certains polymères ductiles en jouant sur les conditions opératoires (par exemple la température). Le choix des bons paramètres opératoires permettrait de passer "facilement" du type ductile au type fragile. Parfois, quelques degrés suffisent.

L'étude de différentes coupes d'un polymère permet d'obtenir facilement son coefficient de Weibull. Ce dernier permet de relier le volume de la particule à sa contrainte de rupture.

Finalement, la partie sur les toners illustre de façon concrète une application du test d'impact à une situation industrielle réelle.

### III.4. Etude spécifique de l'impact de la pyrophyllite

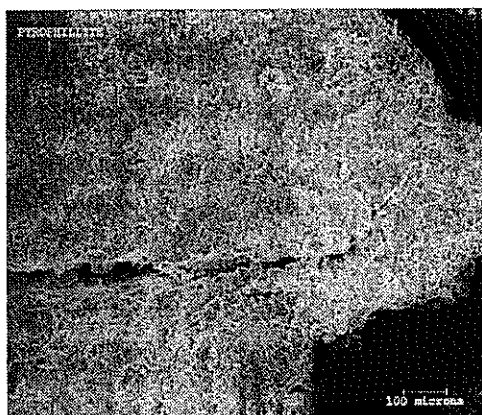
#### III.4.1. Objectifs

Dans ce paragraphe, un solide de structure bien particulière et connue est testé. Le but final de cette étude spécifique est de pouvoir relier nos paramètres de changement de régime et de création de surface à des énergies de liaison caractéristiques du solide. Dans un premier temps, on veut voir si l'on peut déceler d'éventuelles transitions de régime qui traduiraient des changements de mécanismes de rupture des différentes sous-structures en feuillets du solide.

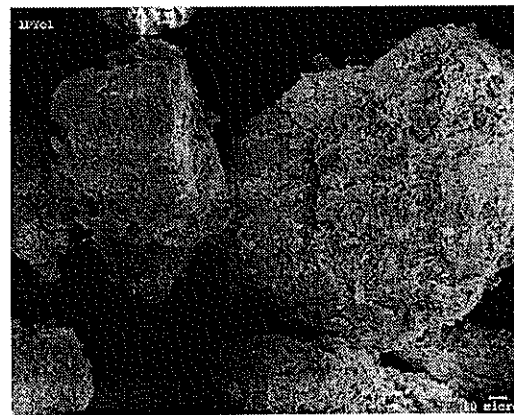
#### III.4.2. Solide étudié

La pyrophyllite appartient à la famille des phyllosilicates à trois couches. La formule chimique est  $[\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2]\text{Al}_2$ . La trame silicatée s'étend d'une façon infinie dans le plan (001), d'où un excellent clivage (001). Le solide est composé de feuillets dont le motif se compose de trois couches d'une épaisseur de  $10^{-10}$  m : une couche de structure octaédrique entre deux couches de structure tétraédrique.

La poudre provient des chutes d'usinage de différentes pièces sculptées. La distribution initiale est donc très large. C'est pourquoi, on a décidé de travailler avec une coupe (100-315  $\mu\text{m}$ ). La coupe ainsi obtenue a un diamètre  $d(4,3)$  obtenu par granulométrie laser Malvern d'environ 250  $\mu\text{m}$ . Les photographies M.E.B. montrent des particules avec une surface révélant des feuillets (figure 3.25.). On devine des crevasses de 10 à 20  $\mu\text{m}$ , ainsi qu'une grande proportion de fines (feuillets) collées aux grosses particules.



Pyrophyllite initiale (250  $\mu\text{m}$ )



Pyrophyllite broyée à 190 m/s

Figure 3.25. : Photographies M.E.B. de particules de pyrophyllite

#### III.4.3. Résultats

La variation du rapport du diamètre  $d(4,3)$  et du taux de fines ( $< 332 \mu\text{m}$ ) en fonction de la vitesse du gaz en sortie de la buse supersonique est donnée sur la figure 3.26. Dans cette campagne d'essais, il n'a pas été possible de déterminer la vitesse du solide. En effet, une

mince pellicule de fines se dépose sur les vitres et ne permet pas d'utiliser ni la caméra, ni les sondes Vector. Mais, s'il y a changement de régime, il est mis en évidence avec la vitesse du gaz.

Quel que soit le critère de finesse choisi, les résultats montrent qu'apparemment deux régimes se succèdent. La transition est très nette à  $U_g \approx 200$  m/s. Malheureusement, les photographies MEB ne nous renseignent pas sur un changement morphologique des fragments. La surface des fragments ressemble à celle de la poudre mère, mis à part un plus grand nombre de fines collées à la surface des particules.

Une analyse plus poussée a été alors entreprise afin d'affiner nos observations. Sur la figure 3.27., on voit qu'au début, les courbes granulométriques (Malvern) sont quasiment monomodales (pic à  $250 \mu\text{m}$ ). Ce n'est qu'après  $200$  m/s qu'un deuxième pic apparaît nettement aux alentours de  $7 \mu\text{m}$ . Pour des impacts plus énergétiques, on observe simultanément une augmentation du pic des fines et un déplacement notable vers les petits diamètres du pic de  $125$  à  $100 \mu\text{m}$ . Une dernière tendance est visible au delà de  $426$  m/s, où apparaît un troisième pic aux alentours de  $1-2 \mu\text{m}$ .

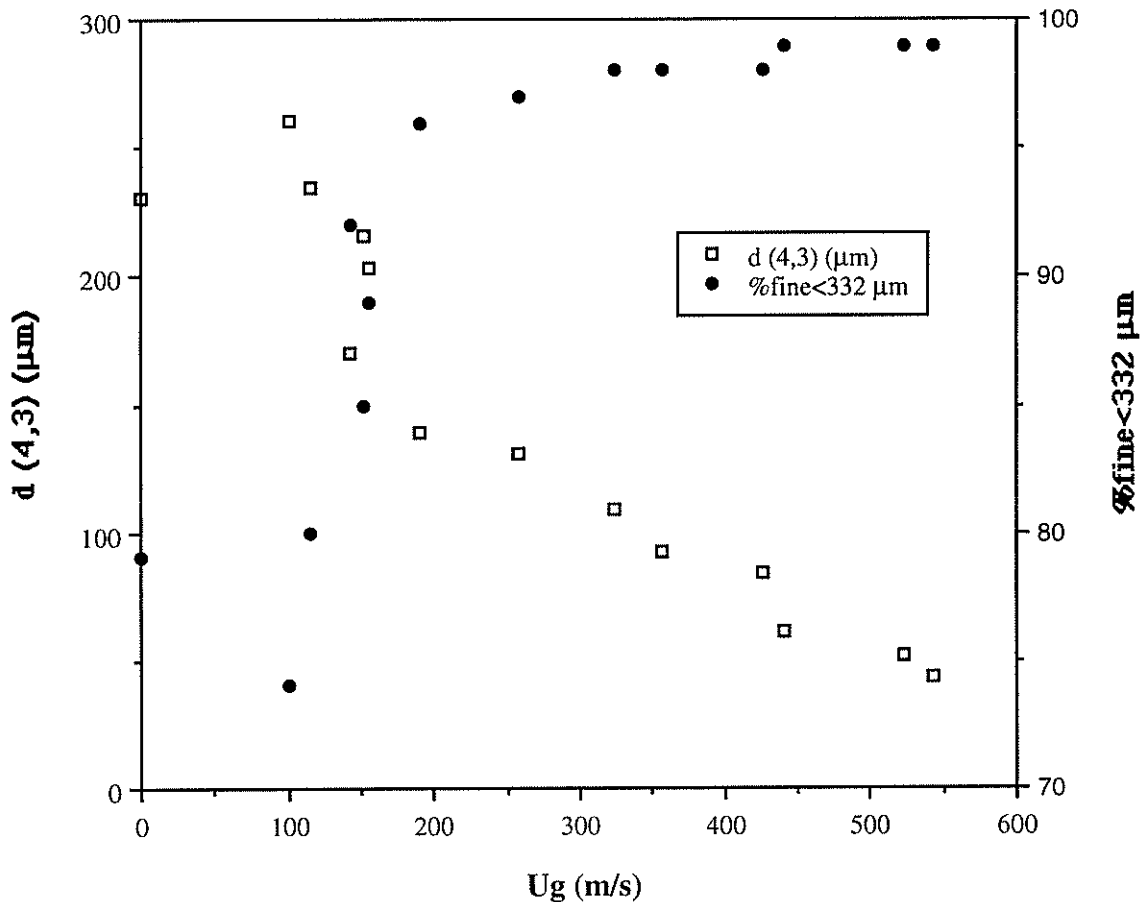


Figure 3.26. : Résultats d'impacts sur cible en CSi de la pyrophyllite

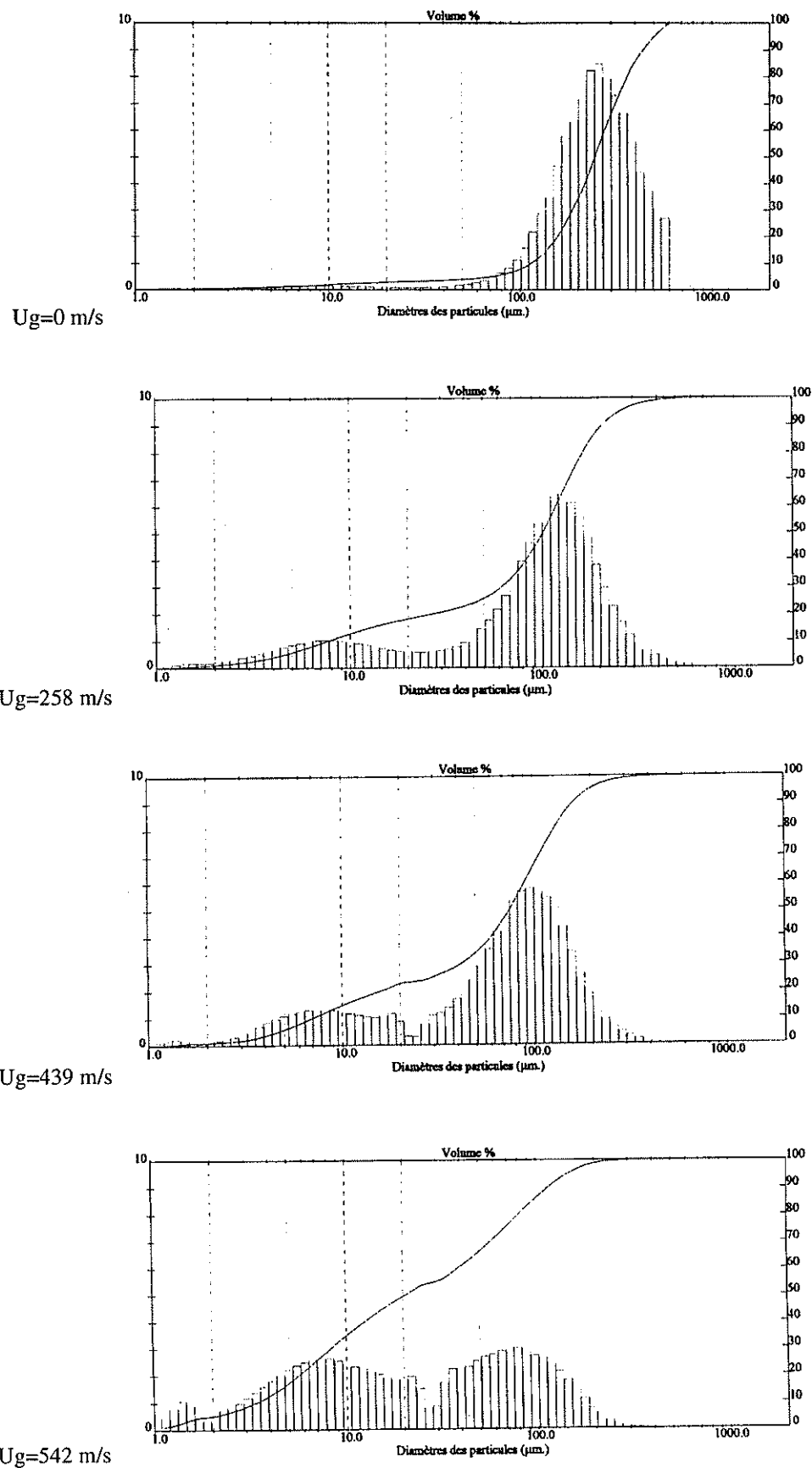


Figure 3.27. : Histogrammes granulométriques Malvern pour les impacts de la pyrophyllite

#### III.4.4. Discussion

Les résultats montrent clairement, pour des impacts faiblement énergétiques, un mécanisme d'écaillage-fendage.

Les particules se brisent avec une nette diminution de taille et une forte production de fines. La fragmentation aisée provient sans doute de la présence de "macro-défauts", visibles sur les particules initiales. L'émiettement important au cours de l'impact traduit une grande friabilité des particules.

Pour les impacts entre 200 et 426 m/s, la tendance se poursuit avec la destruction progressive des grosses particules en des plus petites qui s'accompagne toujours de la même production de fines (feuilletts d'environ 7-10  $\mu\text{m}$ ). Le mécanisme semble être le même dans toute cette gamme de vitesses.

Ce n'est qu'au delà de 426 m/s, qu'un troisième pic apparaît à 1-2  $\mu\text{m}$ . Un nouveau type de structure pourrait être impliquée ici, conduisant à des fragments inférieurs à 7  $\mu\text{m}$ . Une analyse à fort grossissement au M.E.B. doit être poursuivie dans ce domaine. Il n'est pas impossible que les liaisons de faible énergie interfoliaires (type Van der Waals) soient brisées à de telles vitesses.

#### III.4.5. Conclusion

Cette étude montre la démarche suivie pour expliquer le comportement face à l'impact de la pyrophyllite en lien avec sa structure. Pour le moment, deux transitions sont mises en évidence. Grâce à l'observation minutieuse des distributions de taille, on remarque l'émergence de deux populations granulométriques. Elles sont caractéristiques des mécanismes de rupture des sous-structure du solide. Si le premier mécanisme est certainement de l'écaillage-fendage, il reste encore à bien cerner le second.

L'étude doit se poursuivre à plus grandes vitesses afin de confirmer le second mécanisme. L'utilisation du Microscope Electronique à Balayage à fort grossissement (contrôle des fragments) et de la diffraction X orientée (détermination de dimensions cristallographiques) pourraient être les outils de caractérisation de la prochaine étape.

## IV. CLASSIFICATION DES COMPORTEMENTS

### IV.1. Introduction

Un grand nombre de solides ont été testés sur notre installation d'impact sur cible. Une synthèse des différents comportements observés permet d'établir une classification (figures 3.28. et 3.29.). Trois grands groupes de comportements face à la fragmentation sont mis en évidence : les comportements fragiles, complexes et non linéaires. Une autre catégorie de solides est également rencontrée, à comportement élastique-plastique ou ductile.

### IV.2. Comportement fragile

Pour les solides appartenant à ce groupe, le critère de finesse  $\zeta$  (critère quelconque parmi ceux défini avant) varie linéairement et d'une façon continue avec le critère énergétique (énergie cinétique) au-delà du seuil d'attrition (figure 3.28-a.). Deux paramètres peuvent être déterminés à partir des profils de rupture :

- le seuil d'attrition exprimé en énergie  $E_{so}$  ou en vitesse  $V_{so}$ ;
- la broyabilité  $p$  définie par la pente de la droite du profil de rupture.

Le seuil d'attrition donne une information sur la résistance à l'attrition par impact du matériau. Parfois, lorsque le solide est trop sensible à l'attrition, il n'est plus possible de déterminer  $E_{so}$  par extrapolation : figure 3.28-a.3. Dans ce cas, il faudra s'assurer que la fragmentation observée est bien celle survenant au moment de l'impact sur la cible et non sur les parois de la chambre d'impact par exemple.

La broyabilité  $p$  caractérise une aptitude au broyage. Les figures 3.28-b. ou c. montrent comment la déterminer. Plus  $p$  est grand, plus le matériau se brise à une quantité d'énergie fournie constante. Si  $\zeta$  est la surface spécifique,  $p$  a les dimensions de surface créée par joule.

Le seuil d'attrition et la broyabilité procurent deux façons indépendantes et complémentaires de comparer les comportements des solides entre eux. En effet, un solide peut avoir un seuil d'attrition faible et avoir un taux d'accroissement de surface par énergie fournie très faible ou très fort.

### IV.3. Comportement complexe

Dans cette catégorie, le profil de rupture se compose d'une succession de deux (ou plus) comportements fragiles différents séparés par une (ou des) énergie(s) critique(s) de transition de régime  $E_{sc}$  (figure 3.28-b.3.). En dessous de la première  $E_{sc}$ , l'évolution est identique à celle d'un solide fragile classique. Au-delà de la valeur critique, l'efficacité diminue ou augmente. Tout se passe comme si un solide plus "résistant" ou plus "fragile" se brise. Avec l'exemple de l'hydrargillite, la transition s'explique par un changement de fracture de sous-structure du solide.

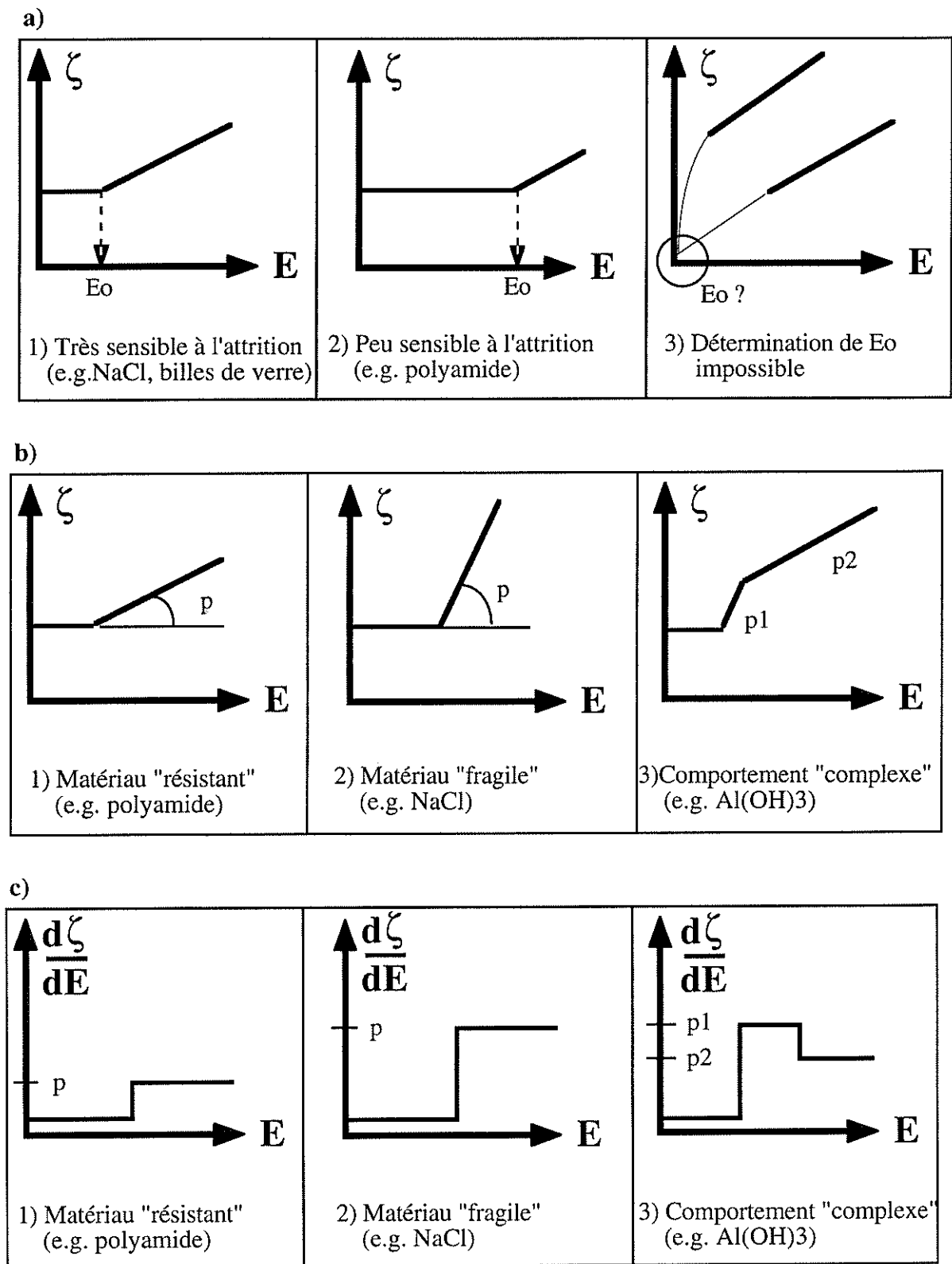


Figure 3. 28. : Classification des comportements en impact

#### IV.4. Comportement non linéaire

La littérature donne de nombreux exemples de matériaux qui n'ont pas un comportement linéaire (Prasher 1987). En fonction des gammes énergétiques et de tailles, un solide pourra avoir ou ne pas avoir un comportement linéaire. Ainsi, du charbon (Kerlin 1979, d'après Prasher 1987) a un comportement sensiblement linéaire pour des tailles de 4,4 à 24,1 mm au delà de 50 m/s. Schönert (1972) utilise quant à lui des particules de calcaire pour des impacts entre 1 et 20 J/g. Le comportement est sensiblement linéaire si la taille du solide est supérieure à 1,2 mm. Ce n'est plus le cas pour des grains plus petits.

Pour les solides non linéaires (figure 3.29.), il est impossible de déterminer une broyabilité  $p$  constante dans un intervalle énergétique. Mais on peut néanmoins obtenir une broyabilité "instantanée" fonction de  $E$  donnée par la valeur de la pente de la tangente à la courbe.

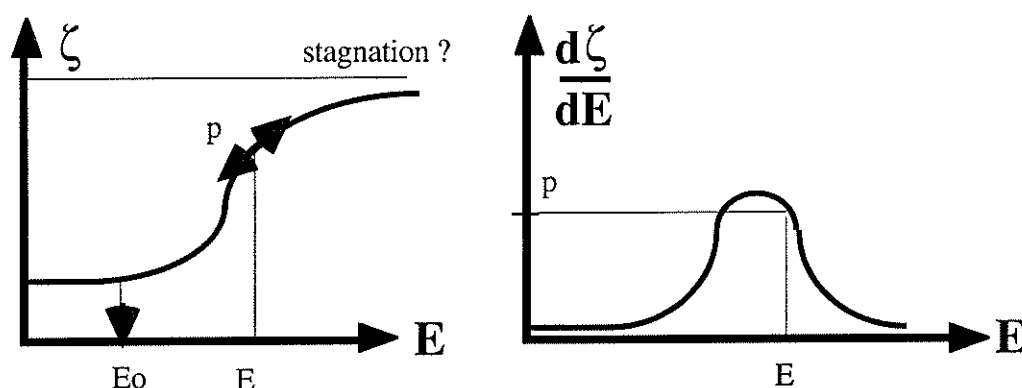


Figure 3. 29. : Comportements non linéaires

La figure 3.29. montre un exemple de comportement non linéaire avec une autre particularité : une stagnation du critère de finesse au-delà d'une énergie limite. On observe ce phénomène dans la littérature à de nombreuses reprises (Zhao et al. 1996, Schurr et al. 1994) et même pour les matériaux linéaires . Mais, il faut faire la part des choses dans ce qui est avancé : la stagnation peut provenir soit du matériau soit bien souvent de l'installation elle-même... Dans le premier choix de l'alternative, le phénomène est lié à l'existence d'une taille limite expliquée par la théorie de la transition fragile-ductile (Hagan 1981, Kendal 1978, Ghadiri et al. 1995).



## **V. ETUDE DU MULTI-IMPACT**

### **V.1. Introduction**

Les impacts répétés ou le multi-impact nous permet de nous rapprocher un peu plus des conditions d'impact qui existent dans des situations industrielles (dans un broyeur batch ou continu, dans une conduite pneumatique...).

Classiquement, des impacts multiples sont envisagés soit pour atteindre des petites tailles inaccessibles en un seul choc, soit pour observer le comportement en fatigue. Deux hypothèses sont envisageables : le solide est soumis au même mécanisme de fragmentation quel que soit l'impact, ou bien le solide a un comportement qui dépend de son histoire (impacts précédents). Dans l'étude d'impacts multiples, on peut envisager quatre types de comportement. Un solide peut se comporter de façon totalement élastique, plastique ou fragile à chaque impact. L'énergie est alors totalement transformée, respectivement en déformation élastique, plastique ou en énergie d'initiation et de propagation des fissures jusqu'à la rupture. Un solide peut aussi avoir un comportement intermédiaire : un impact conduit à la création de fissures et/ou à la propagation de fissures préexistantes qui ne conduisent pas forcément à la rupture. Une partie de l'énergie est emmagasinée sous forme de déformation plastique locale créant des zones de faiblesse au niveau des crevasses ou fissures. Dans ce dernier cas, contrairement aux précédents, le résultat de chaque impact dépend de l'histoire du solide.

Le but de la démarche est d'observer comment sont modifiés les résultats de l'impact unique, si une énergie cinétique est fournie non plus en un impact, mais en plusieurs. Les résultats qui vont être présentés concernent des solides qui subissent une rupture fragile et des poudres qui ont un comportement ductile en mono-impact.

Deux façons de procéder sont également comparées : soit on travaille sur une coupe et on ré-impacte la totalité du solide, soit on travaille sur une coupe et on ré-impacte seulement la coupe (on élimine les fines). Dans le premier cas, on considère la poudre globalement. On suit l'évolution de l'ensemble des particules brisées et des particules intactes après  $n$  impacts. Dans le deuxième cas on est assuré que les particules restantes dans la coupe après  $n$  impacts, ont subi  $n$  impacts sans se fracturer. On suit l'évolution des particules impactées intactes.

### **V.2. Multi-impact "fragile"**

#### **V.2.1. Profils de rupture**

Les résultats bruts obtenus sur notre installation expérimentale avec des particules

d'hydrargillite de diamètre moyen 93  $\mu\text{m}$  (Mebtoul 1996) et de NaCl de coupe [315-500]  $\mu\text{m}$  (Chouteau 1997) sont présentés sur les figures 3.30. et 3.31. Signalons que pour l'hydrargillite, la totalité de l'échantillon est ré-impacté. Par contre, pour le NaCl, seule la fraction 315-500  $\mu\text{m}$  est ré-impactée.

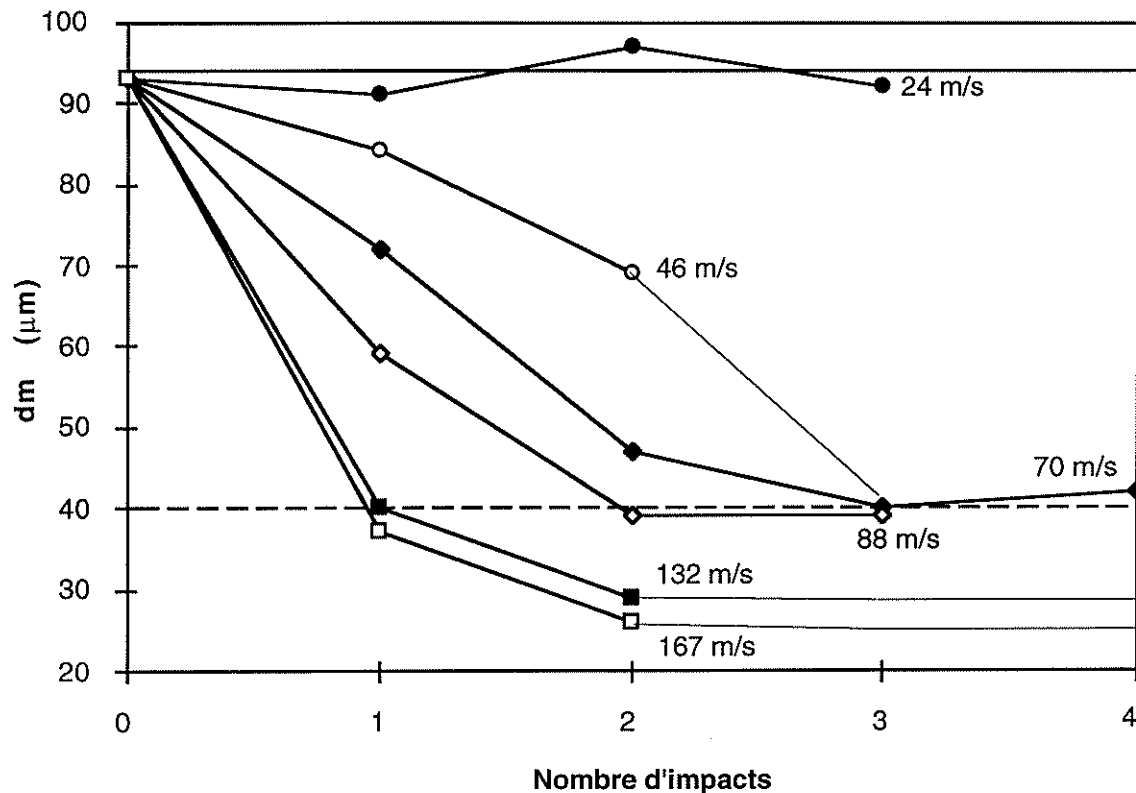


Figure 3. 30. : Profils de multi-impact pour  $\text{Al}(\text{OH})_3$   $V_{so} \approx 31 \text{ m/s}$ .  $V_{sc} \approx 88 \text{ m/s}$ . (Mebtoul 1996)

Les résultats sont similaires pour les deux solides, bien que les conditions du multi-impact soient différentes.

Pour des impacts inférieurs à la vitesse d'attrition  $V_{so}$ , il n'y a pas de diminution de taille. Bien entendu, cette conclusion se base seulement sur 4 ou 6 impacts. Mais une campagne d'essais spécifiques sur des particules de silice conforte la conclusion sur un plus grand nombre. Dix impacts répétés à 8 m/s pour des particules de coupe [315-400  $\mu\text{m}$ ] de seuil d'attrition de 20 m/s n'ont pas été suffisants pour endommager les particules. Non seulement la taille a été contrôlée, mais aussi une étude au M.E.B. a permis de montrer qu'aucune fissure n'est visible à la surface des particules. Ainsi, on peut penser qu'il n'y a pas de phénomène de fatigue qui risquerait à long terme de provoquer la rupture de la particule.

Pour l'hydrargillite, on met en évidence une spécificité due à la complexité de sa structure (Mebtoul 1996). Entre son seuil d'attrition  $V_{so} \approx 31$  m/s et son seuil critique  $V_{sc} \approx 88$  m/s, une asymptote est mise en évidence à  $40 \mu\text{m}$ , la taille du plus grand mono-cristal de la sous-structure en feuillets. Dans ce domaine d'énergie, cette structure non brisée en un impact, n'est pas non plus touchée par plusieurs impacts. Pour pouvoir briser cette entité, il faut fournir une énergie supérieure à la barrière de potentiel  $E_{sc}$ , l'énergie critique.

Pour l'hydrargillite, au delà de son seuil critique, et pour le NaCl au-delà de son seuil d'attrition, un phénomène commun survient : à partir de 2 à 4 impacts, le diamètre semble stagner à une valeur d'autant plus faible que la vitesse est grande.

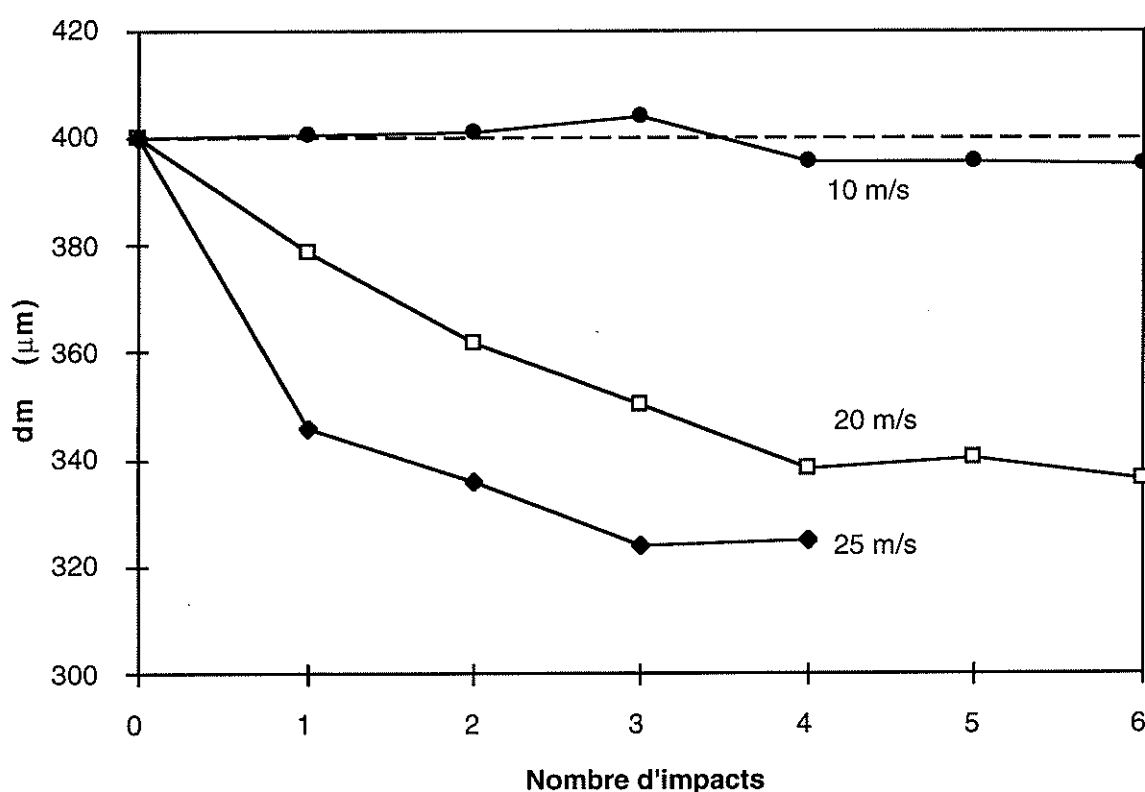


Figure 3. 31. : Profils de multi-impact pour NaCl  $V_{so} \approx 11$  m/s. (Chouteau 1997)

### V.2.2. Stagnation de la fragmentation

Ce genre de résultats se trouve fréquemment dans la littérature. Cleaver et al. (1993) observent une stagnation du diamètre pour des particules de carbonate de sodium à partir du troisième impact. Okuda et al. (1980) l'observent avec du polystyrène pour 7 impacts, Leschonski et al. (1988) avec du carbonate de calcium pour 5 impacts. Une explication plausible du phénomène fait intervenir les concepts de barrière énergétique et d'efficacité d'impact.

D'une part, on considère que dans un solide, il existe différents types de liaisons : des liaisons très fragiles jusqu'à des liaisons très résistantes. Ainsi, à une énergie fournie par

impact, on ne peut briser qu'un certain nombre de liaisons.

D'autre part, lorsqu'on veut impacter un grand nombre de particules, on n'arrive jamais à accélérer et à orienter toutes les particules de la même façon au point de choc. En conséquence, différentes typologies d'impact vont créer différents réseaux de contraintes qui ne vont pas permettre de rompre toutes les "liaisons" qui devraient se briser à ce niveau énergétique. Au premier impact, la totalité des "liaisons possibles" de l'ensemble des particules n'est pas activée, l'efficacité n'est pas totale. Il faut attendre un certain nombre d'impacts avant que toutes les "liaisons possibles" soient finalement brisées. Dès qu'elles le sont toutes, la stagnation est observée. Pour briser d'avantage, il faut dépasser un certain seuil énergétique pour avoir la possibilité de briser des liaisons plus énergétiques. Dans le cas contraire, les impacts sont élastiques.

Une conclusion majeure à cette étude est que le résultat du transfert d'énergie par impact dépend du couple (nombre d'impacts, énergie d'un impact). Un solide ne se brisera pas identiquement si on lui fournit une certaine énergie en un seul impact ou en plusieurs.

### V.2.3. Comparaison des procédures d'impact

Un autre résultat de cette étude concerne la procédure utilisée pour le multi-impact. Que l'on ré-impacte la totalité du solide ou seulement la coupe du solide, une stagnation est toujours observée à une taille d'autant plus petite que la vitesse de l'impact est grande.

L'explication suivante propose des éléments de réponse. Elle repose sur le fait que la coupe du sel serait "trop large" et qu'un raisonnement en diamètre moyen ne serait pas le plus approprié pour discuter de seuil d'attrition. Le seuil d'attrition de 11 m/s ne caractériserait pas rigoureusement le seuil de rupture d'une particule de diamètre moyen de la coupe [315-500  $\mu\text{m}$ ]. Il concernerait plutôt la fraction des particules la plus fragile de la coupe, proche de 500  $\mu\text{m}$ , la borne supérieure de la coupe :  $d_{\text{borne sup}}$ , c'est-à-dire la taille maximale des particules présentes dans l'intervalle 315-500  $\mu\text{m}$ . Ainsi, on devrait déterminer le même seuil d'attrition pour la coupe [315-500  $\mu\text{m}$ ] et la coupe [200-500  $\mu\text{m}$ ].

Pour des impacts supérieurs à  $V_{\text{so}}$ , soit par exemple 20 m/s,  $d_{\text{borne sup}}$  diminue au fur et à mesure des impacts, il y a destruction des particules les plus fragiles (dont la vitesse d'attrition est inférieure à 20 m/s) jusqu'à une valeur qui correspond à la taille dont 20 m/s est le seuil d'attrition. A la fin des six impacts, la "coupe [315-500  $\mu\text{m}$ ]" a un diamètre moyen de 340  $\mu\text{m}$ .

Pour l'hydrargillite, c'est le même phénomène. Pour chaque vitesse d'impact  $V_s > V_{\text{sc}}$ , on observe une stagnation du diamètre moyen de la population totale. Mais en fait, quand on

atteint le palier de stagnation, toutes les particules dont le seuil d'attrition est inférieur à  $V_s$  sont fracturées.  $V_s$  représente alors le seuil d'attrition de la fraction intacte la plus grande, c'est-à-dire la borne supérieure de la population résiduelle.

En conclusion, la procédure du multi-impact ne modifie pas le phénomène de stagnation, car ce sont les particules les plus grandes de la population qui régissent le comportement global.

### V.3. Multi-impact "ductile"

La théorie de la transition fragile-ductile ne prévoit pas qu'une particule de moins de 303  $\mu\text{m}$  puisse se briser en un seul impact (Hagan 1981). Le but de cette campagne d'essais est de voir s'il est possible de fragmenter les sphères de 173  $\mu\text{m}$  de PMMA par des impacts répétés que des impacts uniques n'avaient pas réussi à fracturer (III.3.4.). La totalité de l'échantillon est utilisée à chaque étape.

La figure 3.32. donne l'évolution du diamètre moyen en fonction du nombre d'impacts à la vitesse de 283 m/s.

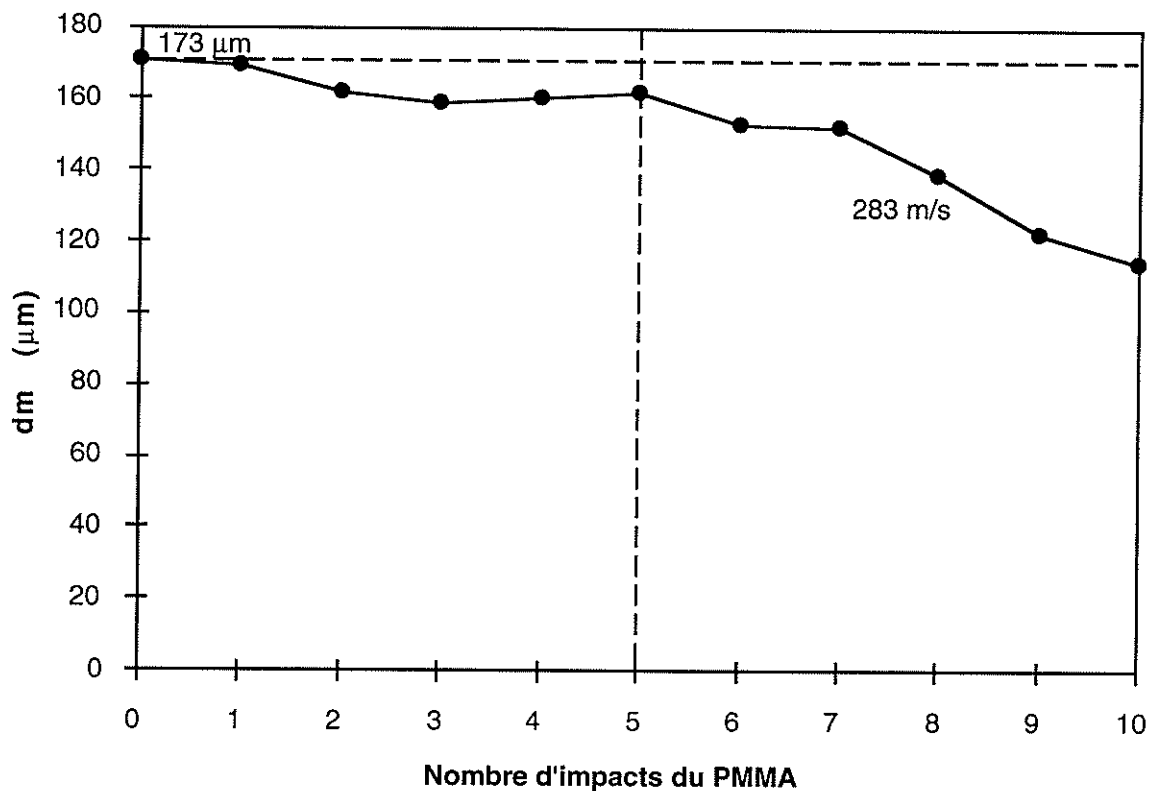
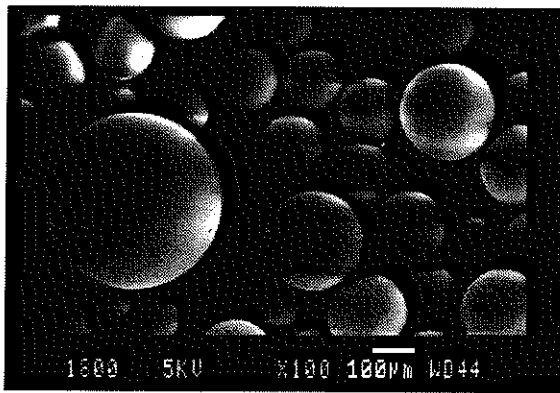


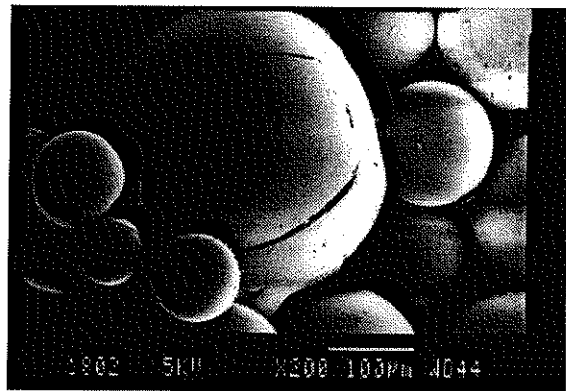
Figure 3.32. : Profil de multi-impact pour le PMMA obtenu par tamisage

La fracture ne survient qu'après le cinquième impact. Une visualisation en parallèle au M.E.B. révèle que le premier impact n'a occasionné qu'un aplatissement au niveau du point d'impact (figure 3.33.). En outre, on observe un réseau de fissurations important qui prend naissance dans la zone de déformation plastique, mais qui ne conduit pas à la rupture de la sphère. Aux cours des impacts suivants, jusqu'au cinquième, le solide continue à emmagasiner d'énormes quantités d'énergie : le nombre d'aplatissements augmente et le réseau de fissures se densifie. La déformation des sphères entraîne une légère diminution de taille dès le deuxième impact. Au sixième impact, des éclats de faible dimension sont produits. Ensuite, le nombre de fragments augmente et leur taille diminue.

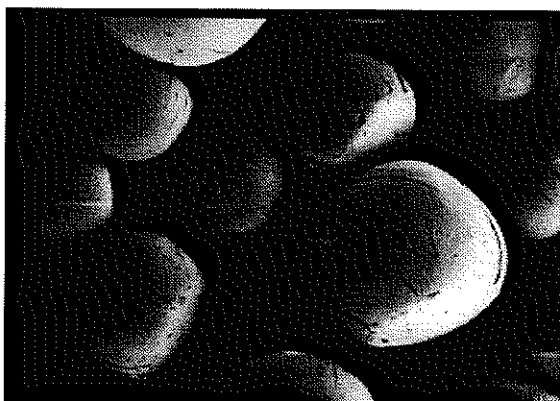
Finalement, bien que le PMMA ait un comportement ductile très marqué, on aboutit néanmoins à la fragmentation par un phénomène de fatigue. Pour ce type de fragmentation, la théorie du diamètre limite n'est plus applicable.



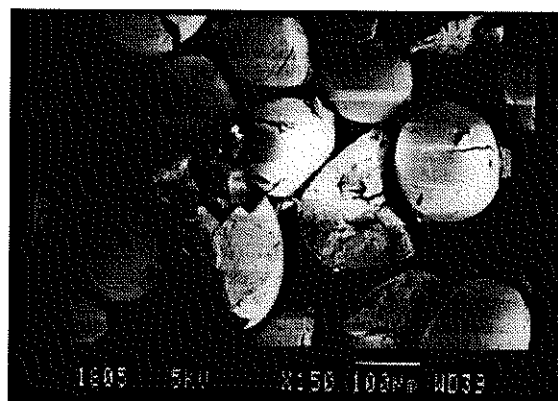
PMMA initial (173µm)



Après 1 impact à  $\approx 283$  m/s



Après 3 impacts à  $\approx 283$  m/s



Après 6 impacts à  $\approx 283$  m/s

Figure 3.33. : Photographies M.E.B. du multi-impact de billes de PMMA de 173 µm

La rupture par fatigue des polymères fait généralement intervenir le phénomène de formation et de propagation des craquelures (Kinloch 1983). Une craquelure est une zone fragilisée où le taux de matière est de l'ordre de 40 à 60%. Elle se forme à la suite d'une déformation plastique et est possible grâce à une réorganisation des chaînes macromoléculaires. Ces craquelures donnent lieu à la formation, puis à la propagation des fissures qui entraîne la fracture. On peut conclure que pour le PMMA, la rupture par impacts successifs (fatigue) s'accomplit en deux temps. Tout d'abord, le solide se déforme plastiquement et des fissures se forment, le fragilisant localement. Ensuite, les impacts ultérieurs augmentent le nombre de fragilisations et propagent les fissures jusqu'à la rupture. D'autres impacts conduisent finalement à la formation de fragments plus petits.

L'utilisation de l'outil morphologique est fournie en annexe 7, où l'on peut suivre l'évolution de la forme de la particule au fur et à mesure des impacts.

## V.4. Comparaison multi-impact et impact unique

### V.4.1. Comparaison des efficacités

L'efficacité de transmission de l'énergie d'impact peut être évaluée grâce aux figures 3.34. et 3.35. qui comparent les rapports de réduction de taille pour l'impact unique (diamètres après l'impact) et les impacts répétés (diamètres de stagnation). La vitesse  $V_s$  en abscisse représente la vitesse par impact ou à chaque impact.

On remarque qu'à une vitesse d'impact fixée, le taux de réduction de taille atteint en régime de stagnation du multi-impact est supérieur à celui atteint en mono-impact. Ainsi, par exemple pour l'hydrargillite à 145 m/s (figure 3.34.), on obtient  $di/df \approx 3$  en multi-impact et environ 2 en impact unique. Donc la transmission de l'énergie au cours du premier impact ne se fait qu'à approximativement  $2/3 \approx 66\%$  d'efficacité. Pour transmettre la totalité de l'énergie cinétique de 145 m/s à toute la population, il faut encore deux impacts supplémentaires.

On observe également que l'écart entre les profils s'accroît lorsque la vitesse d'impact augmente. Plus la vitesse d'impact est grande, plus il est difficile en un impact de transmettre l'énergie correspondante à toutes les particules de la population accélérée.

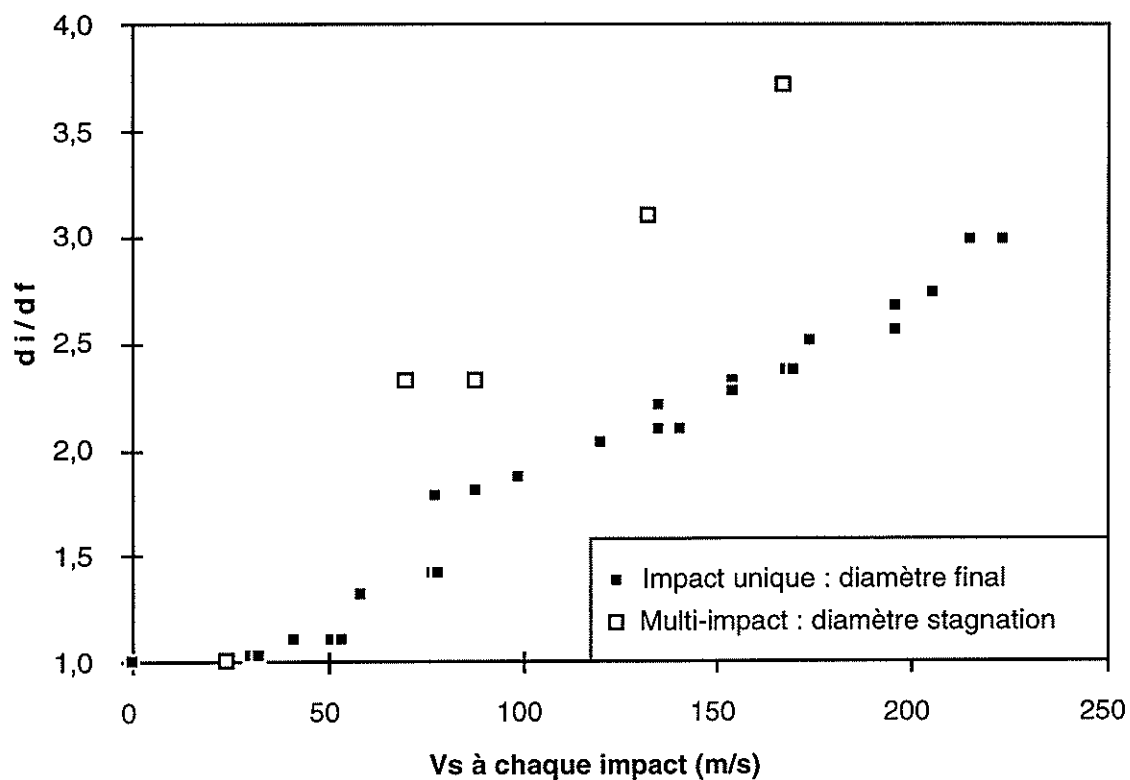


Figure 3. 34. : Comparaison des efficacités du mono- et multi-impact de Al(OH)<sub>3</sub>

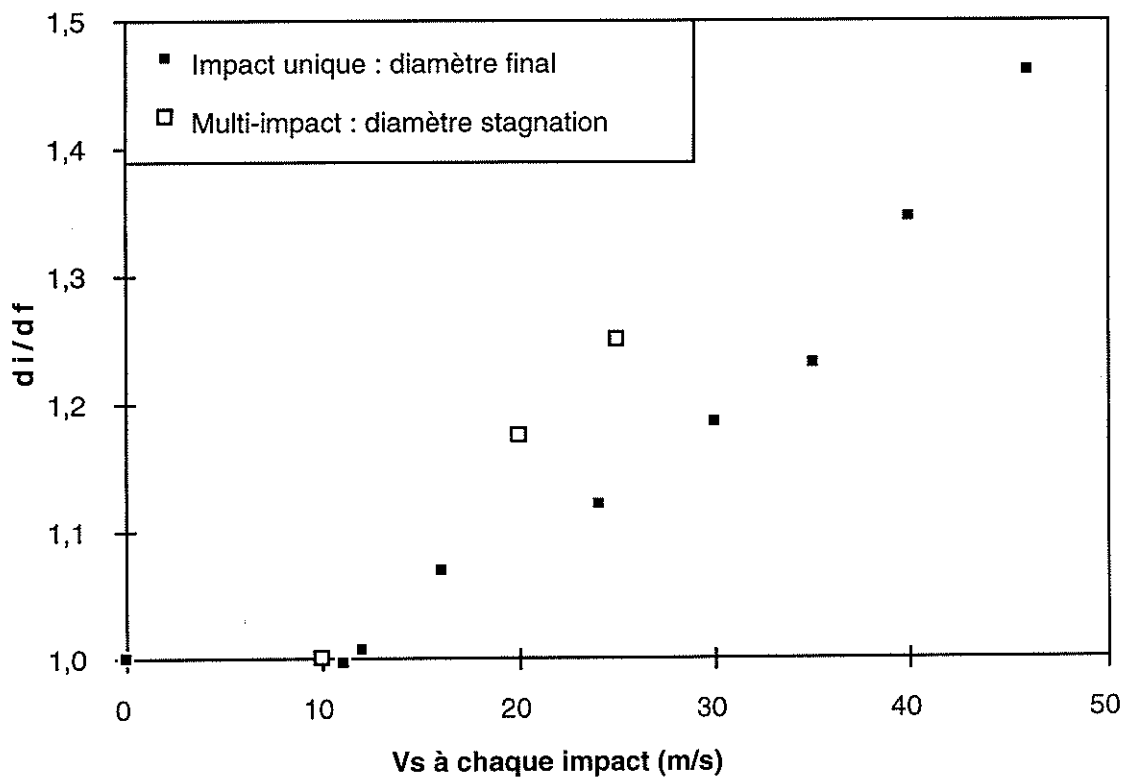


Figure 3. 35. : Comparaison des efficacités du mono- et multi-impact de NaCl



Finalement, la figure 3.34. révèle trois points alignés sur l'horizontale à  $di/df \approx 2,3$ . Pour l'hydrargillite, entre le seuil d'attrition et le seuil critique, le diamètre final atteint est toujours celui correspondant à la taille maximale des monocristaux de la sous-structure en feuillet. On ne pourra pas descendre en dessous de  $40 \mu\text{m}$ , si on ne dépasse pas la barrière énergétique de Esmc.

#### V.4.2. Comparaison en énergie

On peut aussi interpréter les résultats en raisonnant en énergie globale et en diamètre de stagnation. Les figures 3.36. et 3.37. reprennent l'évolution du taux de réduction de taille mais cette fois-ci en fonction de l'énergie cinétique globale totale. C'est cette énergie qui est fournie au système même si toute cette énergie n'est pas utilisée intégralement pour créer des fissures.

Pour l'hydrargillite, mis à part le palier à  $di/df \approx 2,3$ , dès que l'on dépasse le seuil critique Esmc, les courbes du multi-impact et de l'impact unique se superposent. Il n'en est pas de même pour le sel où le multi-impact se montre beaucoup plus consommateur d'énergie que l'impact unique. Ainsi, si on prend l'exemple du sel (figure 3.37.), on atteint le taux de réduction de taille de 1,25 en un seul impact avec une énergie de  $\approx 0,75 \text{ kJ/kg}$ . Le même résultat est obtenu en trois impacts avec une énergie globale de  $1,25 \text{ kJ/kg}$ . Le multi-impact peut dans ce cas fournir la même diminution de taille mais il consomme près de 67% d'énergie en plus. Cet écart va en grandissant vers le domaine des grandes énergies.

Une autre information peut être obtenue si on raisonne en énergie globale pour chaque impact (figures 3.38. et 3.39.). Pour l'hydrargillite, tout se passe au deuxième impact comme si le premier avait fragilisé la particule (sauf pour  $46 \text{ m/s}$ ). On n'impacterait pas le "même type de particule" qu'au premier impact : des défauts n'ayant pas conduit à la fracture au premier impact seraient activés pour le deuxième. Ainsi au cours d'un impact, une partie de l'énergie servirait à casser les liaisons "possibles" et le reste de l'énergie fragiliserait la structure du solide. Au troisième impact (avec l'hypothèse qu'on atteint la stagnation), on se rapprocherait de la courbe d'impact unique. Si on impactait une fois encore, on passerait en dessous de la courbe mono-impact : il n'y a plus de liaisons à casser pour ce seuil énergétique.

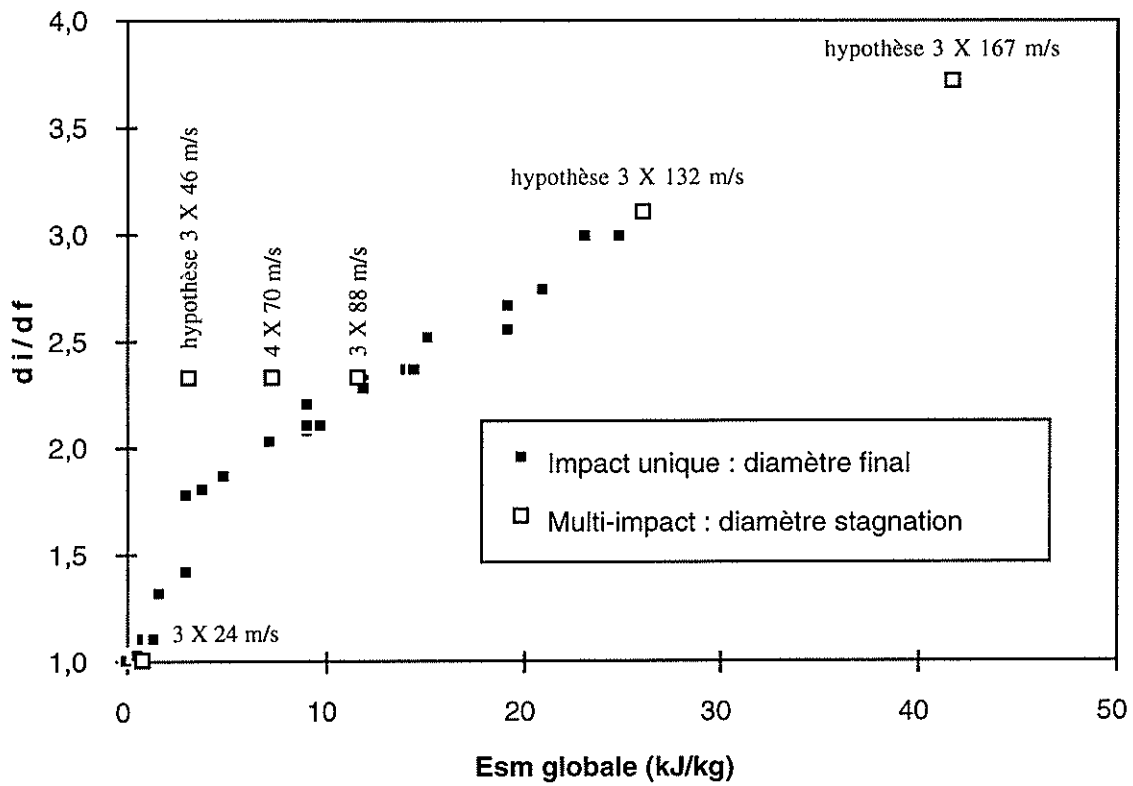


Figure 3.36 : Comparaison mono- et multi-impact de  $Al(OH)_3$

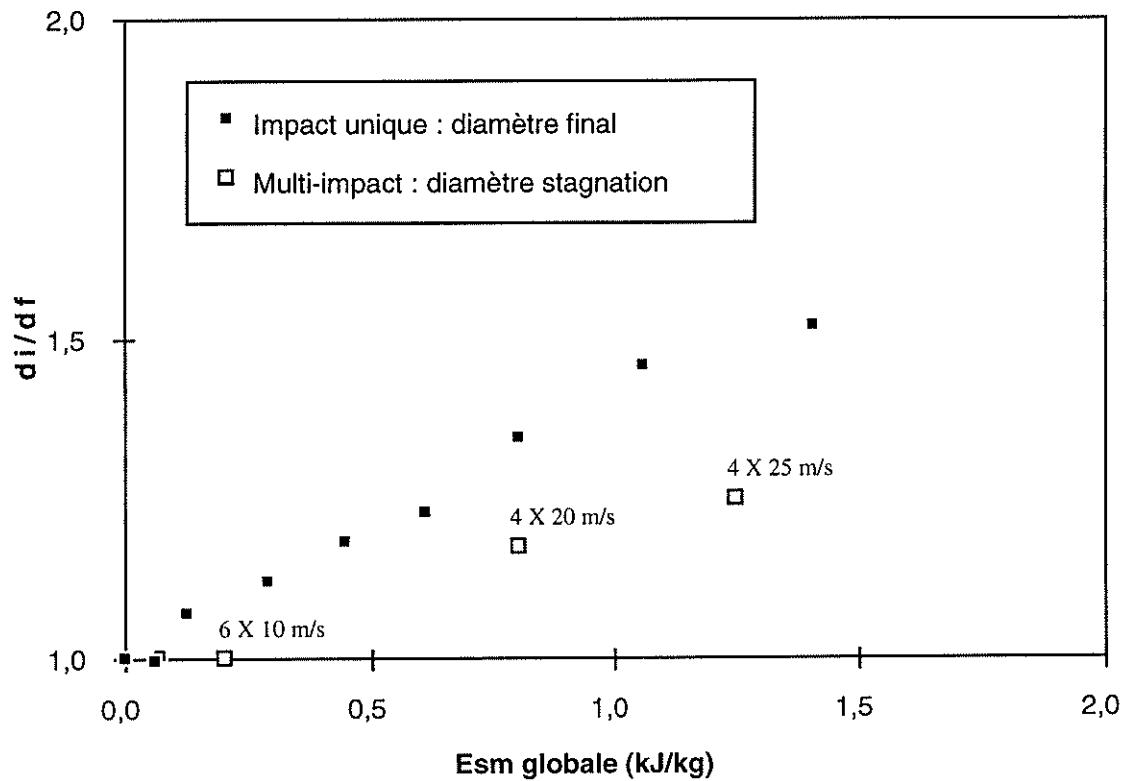


Figure 3.37 : Comparaison mono- et multi-impact de  $NaCl$

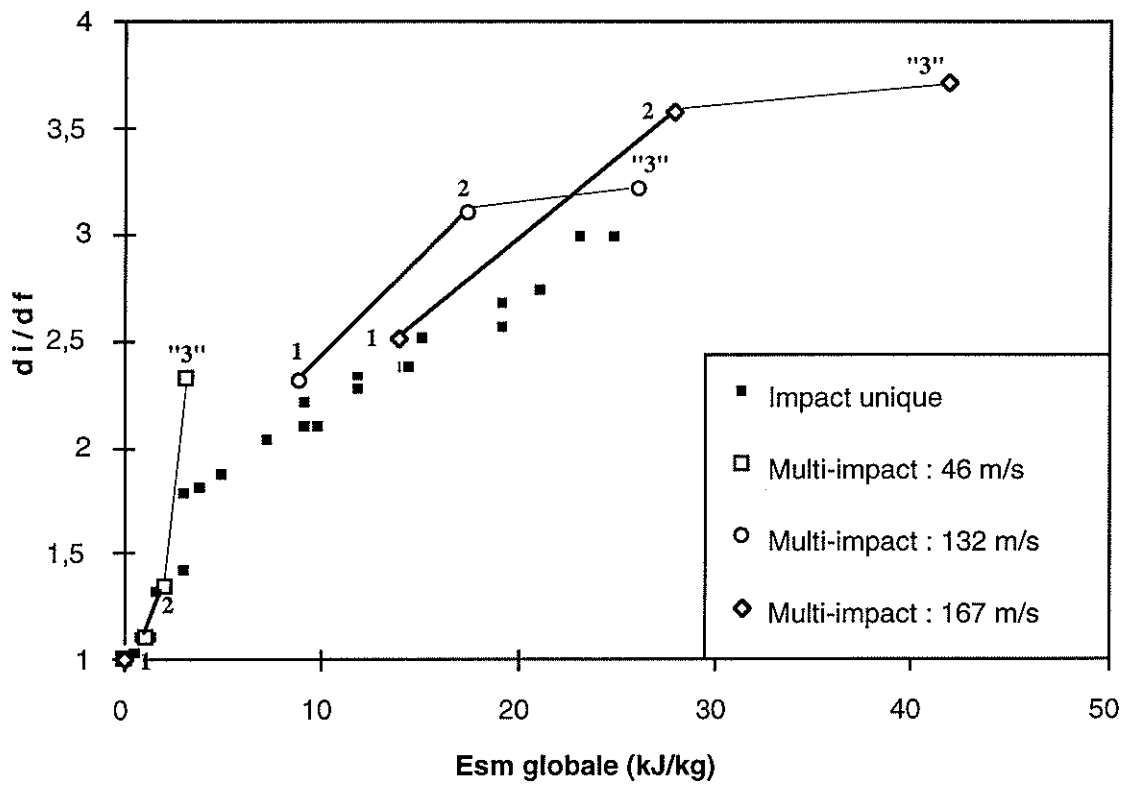


Figure 3. 38. : Comparaison mono- et multi-impact de  $Al(OH)_3$  (le chiffre indique le nombre d'impacts)

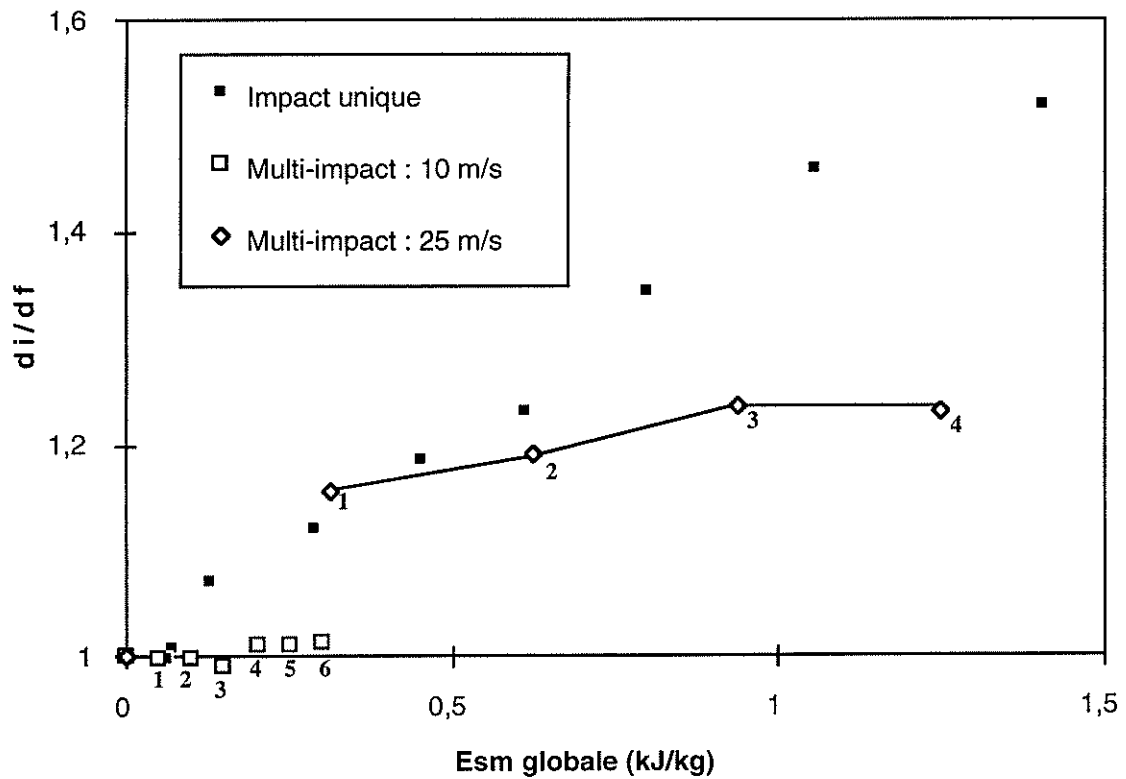


Figure 3. 39. : Comparaison mono- et multi-impact de  $NaCl$  (le chiffre indique le nombre d'impacts)

Pour le sel, le comportement est un peu différent. Au deuxième impact, on s'aperçoit que l'efficacité est inférieure à ce que peut fournir la même énergie globale en un seul impact. Avec ce solide, il n'y aurait apparemment pas de fragilisation au cours des impacts. Le faible accroissement de finesse après le premier impact pour de grandes quantités d'énergie indiquerait qu'atteindre 100% des liaisons possibles se fait très difficilement avec peu d'efficacité. Ainsi à 25 m/s, le premier impact est efficace à 93 %. La même énergie est utilisée au deuxième impact pour ne gagner que 3% de finesse. Ce qu'il reste de liaisons possibles est de plus en plus difficile à atteindre. Au troisième et quatrième on est proche de l'asymptote. On retombe sur la conclusion de la figure 3.37. : le multi-impact pour le sel est nettement moins efficace que l'impact unique, il nécessite beaucoup plus d'énergie pour obtenir la même finesse.

Un dernier résultat est présenté sur la figure 3.40. concernant la comparaison de l'impact unique et de deux impacts pour le polyamide PA11. La totalité de l'échantillon est réutilisée pour le second impact. En abscisse, on a représenté la vitesse  $V_{s\_équivalente} = 2 * \sqrt{E_{sm\_globale}}$ . On observe pour ce matériau une parfaite superposition dans l'allure des courbes. Il reste à voir si cela est encore vrai pour plus de deux impacts. Avec le polyamide, on se trouve confronté à un nouveau type de comportement en multi-impact.

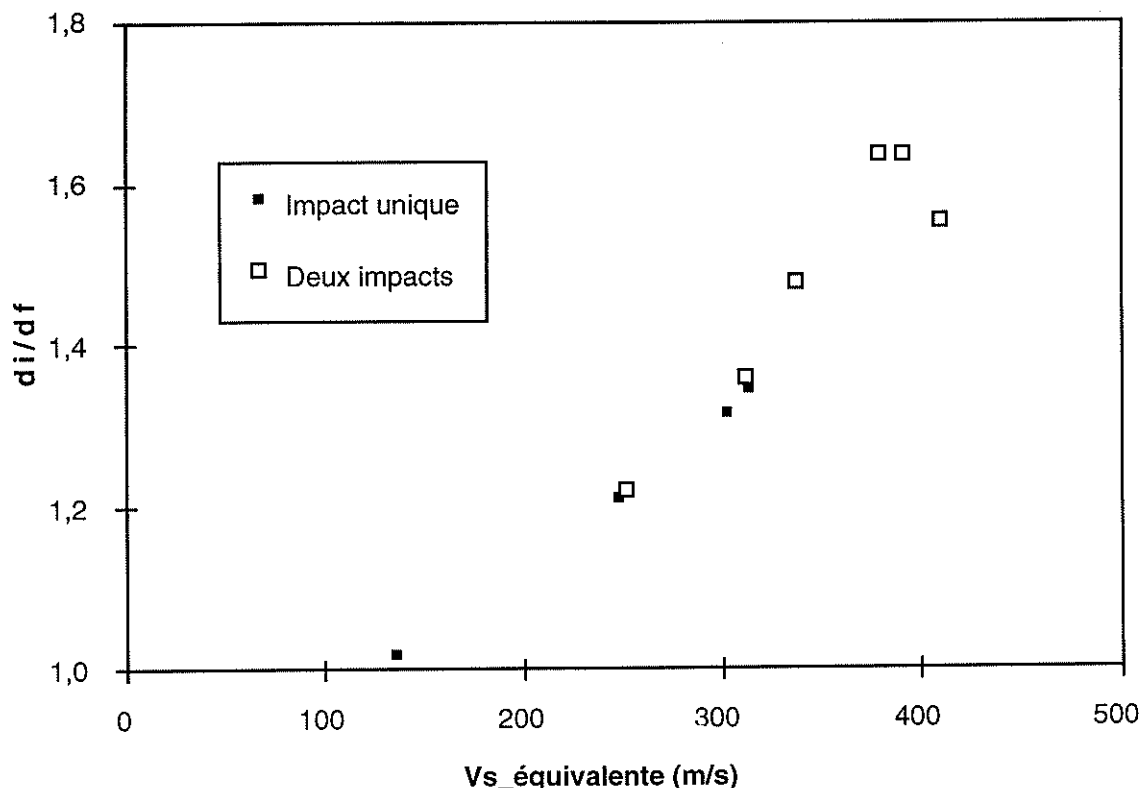


Figure 3. 40. : Comparaison mono- et multi-impact du PA11

## V.5. Conclusions

La première conclusion de l'étude du multi-impact est qu'en général un solide ne se brise pas de la même façon s'il reçoit une certaine quantité d'énergie en un seul impact ou en plusieurs. Il reste à voir s'il existe un couple optimum vitesse-nombre d'impacts pour fracturer un matériau donné.

Quant aux comportements rencontrés, l'étude en révèle 4, c'est-à-dire un pour chaque solide. Pour l'alumine, en fonction du couple (vitesse d'impact, nombre d'impacts), le multi-impact peut se révéler plus intéressant que le mono-impact en terme d'énergie dépensée. Ceci s'expliquerait par un mécanisme d'activation de défauts et de fragilisation.. Pour le NaCl, le multi-impact est toujours moins efficace que le mono-impact. Pour le polyamide, il n'y a pas de différence entre l'impact unique et le multi-impact jusqu'à deux impacts. La rupture d'un solide à comportement ductile est possible en multi-impact grâce à un mécanisme de fatigue. Ainsi, pour le PMMA, la fracture survient par déformation plastique accompagnée de création d'un réseau de fissures qui se propage lentement impact après impact.

L'étude d'impacts répétés d'un solide à rupture fragile met en évidence une conséquence industrielle importante. Dans un broyeur batch, il ne sert à rien de continuer le broyage au-delà du temps correspondant au nombre d'impacts limite de stagnation. Ce temps limite est relié au nombre d'impacts efficaces par unité de temps dans le broyeur. Donc, il ne dépend pas seulement du matériau, mais aussi du broyeur et des conditions opératoires (taux de charge, vitesse de rotation...). Mais mis à part ce phénomène de stagnation commun, les trois solides fragiles étudiés ont chacun un comportement spécifique.

## VI. INFLUENCE DU PROCEDE DE FABRICATION

### VI.1. Introduction

Le comportement face à l'impact d'une poudre dépend de sa taille, de sa distribution granulométrique, des propriétés mécaniques du matériau et de l'installation industrielle. Mais ce comportement est aussi et surtout largement prédéterminé lors de la préparation du solide. Une illustration est fournie par l'étude de huit alumines : trois hydrargillites et cinq hydrargillites calcinées qui sont obtenues par des procédés différents. Notre test d'impact permet de classer ces solides en terme d'aptitude au broyage et à l'attrition.

La méthodologie d'étude tente également de relier ce comportement à la morphologie externe, tout en sachant qu'elle n'est pas suffisante pour décrire complètement le solide. En effet, nos solides sont d'origine et de procédé de fabrication tellement différents que la structure interne joue un rôle prépondérant sur le comportement. La morphologie externe n'en rend pas forcément compte.

## VI.2. Les solides

Les hydrargillites  $\text{Al}(\text{OH})_3$  et les alumines  $\text{Al}_2\text{O}_3$  avant calcination sont produites par le procédé Bayer (Castel 1990), mais avec des conditions opératoires distinctes, ce qui leur confèrent une structure externe différente : une structure "radiale" est obtenue avec le procédé dit européen ; une structure "mosaïque" est obtenue avec le procédé dit américain (tableau 3.7.).

Le procédé européen utilise de grandes quantités d'amorces ayant de larges distributions de taille. La cristallisation est contrôlée par les nucléations secondaires et les mécanismes de croissance. Dans le procédé américain, la taille des amorces est contrôlée et elles sont introduites à plusieurs niveaux du procédé. Les plus fines subissent une agglomération avant leur introduction dans l'étape de cristallisation. C'est pourquoi les agrégats sont formés de cristallites élémentaires qui leur donnent cette structure particulière dite "mosaïque". Mais différents degrés de morphologie sont possibles en fonction des conditions opératoires. Les photos en annexe 5 donnent un aperçu de la diversité des structures externes de ces solides. L'annexe 8 fournit la synthèse de leur caractérisation morphologique.

Solides	Diamètre d[4,3] ( $\mu\text{m}$ )	Densité
<i>Alumines</i>		
A ( mosaïque ++ )	99	3,27
B ( radiale "arrondie")	114	3,44
C ( mosaïque + )	95	3,47
D ( mosaïque )	102	3,50
H (radiale)	94	3,40
<i>Hydrargillites</i>		
E (mosaïque)	115	2,38
F (mosaïque ++ )	145	2,35
G (radiale)	100	2,35

Tableau 3.7. : Caractéristiques des différents solides étudiés

L'alumine D (respectivement H) est obtenue à partir de la calcination de l'hydrargillite E (respectivement G). Ces deux solides sont obtenus par calcination flash dans un four tubulaire à 900°C pendant 1 heure. Après le temps de calcination, le chauffage est coupé et l'échantillon refroidit en même temps que le four.

On remarque une tendance pour le solide déshydraté à présenter un diamètre légèrement inférieur à celui de la poudre mère.

Les conditions opératoires de la calcination des autres aluminés A, B et C ne sont pas connues, car elles ont été fournies telles quelles.

L'observation au Microscope Electronique à Balayage révèle une autre particularité des aluminés ou hydrargillites calcinées. En effet, il existe à la surface des grains des fissures caractéristiques, apparues à la suite de la calcination. Il ne faut pas non plus exclure l'éventuelle existence de défauts de volume à l'intérieur des particules.

### VI.3. Etude des hydrargillites

#### VI.3.1. Utilisation du diamètre

L'évolution du rapport de réduction de taille  $di/df$  en fonction de la vitesse d'impact est donnée sur la figure 3.41. On observe une similitude de comportement pour toutes les hydrargillites étudiées. Le profil de rupture d'une hydrargillite se compose de trois zones séparées par une vitesse  $V_{so}$ , le seuil d'attrition et une vitesse critique de changement de régime  $V_{sc}$  (voir paragraphe II.5.2.).

Ces paramètres caractéristiques déterminés pour les trois hydrargillites sont rassemblés dans le tableau 3.8. Les seuils d'attrition sont plus élevés pour les solides à structure mosaïque. Ainsi, ces derniers sont plus résistants à l'attrition, ce qui est confirmé dans la littérature (Veesler et al. 1993). En outre, le profil de rupture de l'hydrargillite radiale G se trouve au dessus de ceux des hydrargillites mosaïques. Pour une même énergie fournie l'hydrargillite radiale sera plus finement broyée.

Solides	$V_{so}$ (m/s)	$E_{so}$ (MJ/m <sup>3</sup> )	$V_{sc}$ (m/s)	$E_{sc}$ (MJ/m <sup>3</sup> )
		$E_{smo}$ (kJ/kg)		$E_{smc}$ (kJ/kg)
E (mosaïque)	58	4,0	240	68,5
		1,7		28,8
F (mosaïque++)	60	4,2	236	65,4
		1,8		27,8
G (radiale)	31	1,1	88	9,1
		0,5		3,9

Tableau 3.8. : Comparaison des paramètres d'impact sur cible en CSi

La figure 3.42. permet de mieux discriminer les comportements grâce à l'utilisation du paramètre réduit adimensionnel  $(V_s - V_{so}) / (V_{sc} - V_{so})$  qui fait intervenir les vitesses caractéristiques de chaque solide. Cette vitesse adimensionnelle est le rapport de la vitesse efficace sur l'étendue en vitesse du domaine d'écaillage-fendage. Au seuil d'attrition, le paramètre vaut zéro. Au seuil critique, il prend la valeur 1. Avec cette représentation tous les solides ont leurs deux seuils caractéristiques aux deux mêmes endroits.

### VI.3.2. Utilisation de la surface spécifique

La figure 3.43. donne l'évolution de la surface spécifique en fonction du paramètre énergétique massique et le tableau 3.9. les valeurs des pentes déterminées sur ces courbes : p1 et p2 pour les deux régimes mis en évidence. Rappelons qu'elles représentent la quantité de surface créée par unité d'énergie fournie pour la fragmentation dans chaque régime.

Solides	p1 (m <sup>2</sup> /kJ)	p2 (m <sup>2</sup> /kJ)
E (mosaïque)	3,6	5,8
F (mosaïque ++)	6,4	2,3
G (radiale)	25,5	3,5

Tableau 3.9. : Paramètres de broyabilité pour les deux régimes de fragmentation

Si l'on compare les broyabilités dans chaque régime, les hydrargillites mosaïques sont plus résistantes que la radiale, mis à part la tendance détectée pour E, dans le second régime. Parmi les mosaïques, E est la plus résistante dans le premier régime d'écaillage-fendage. Mais, c'est F qui est la plus résistante dans le second régime de clivage-broyage, bien que cette dernière ait la structure la plus complexe ! Par ailleurs, E a la particularité de posséder une plus grande broyabilité dans le second régime. Ainsi, on observe pour toutes les hydrargillites sauf E, que le deuxième régime s'attaque à des liaisons plus fortes à un "rythme plus faible" qu'au cours du premier régime.

**Une conclusion s'impose : il n'y a pas de relation directe entre le degré de mosaïcité et la broyabilité. En fait, cela est a priori évident, car le comportement en impact n'est pas uniquement déterminé par la structure externe. Il est certain que la structure interne joue un rôle très important que l'approche morphologique ne permet pas d'apprécier.**

Une démarche identique à ce qui a déjà été vu précédemment permet de mieux visualiser les différences de comportement grâce à l'utilisation de coordonnées réduites : le profil classique  $a_s = f(E_{sm})$  est substitué par un profil réduit adimensionnel :  $\frac{(a_s - a_{si})}{a_{si}} = f\left[\frac{(E_{sm} - E_{smo})}{(E_{smc} - E_{smo})}\right]$  (figure 3.44. ). Tous les profils de rupture réduits ont alors leurs changements de régime en 0 (seuil d'attrition  $E_{sm} = E_{smo}$ ) et en 1 (seuil critique  $E_{sm} = E_{smc}$ ).



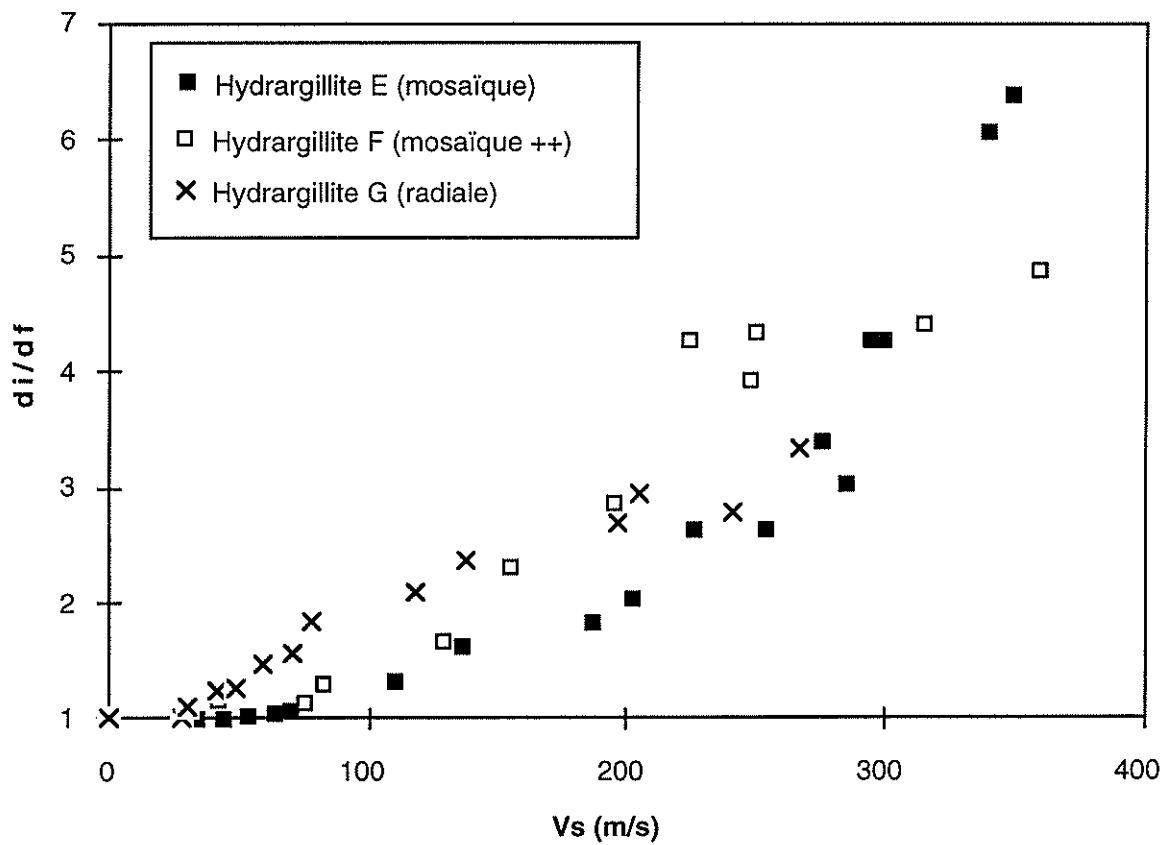


Figure 3.53. : Profils de rupture des hydrargillites :  $d_i/d_f$  vs.  $V_s$

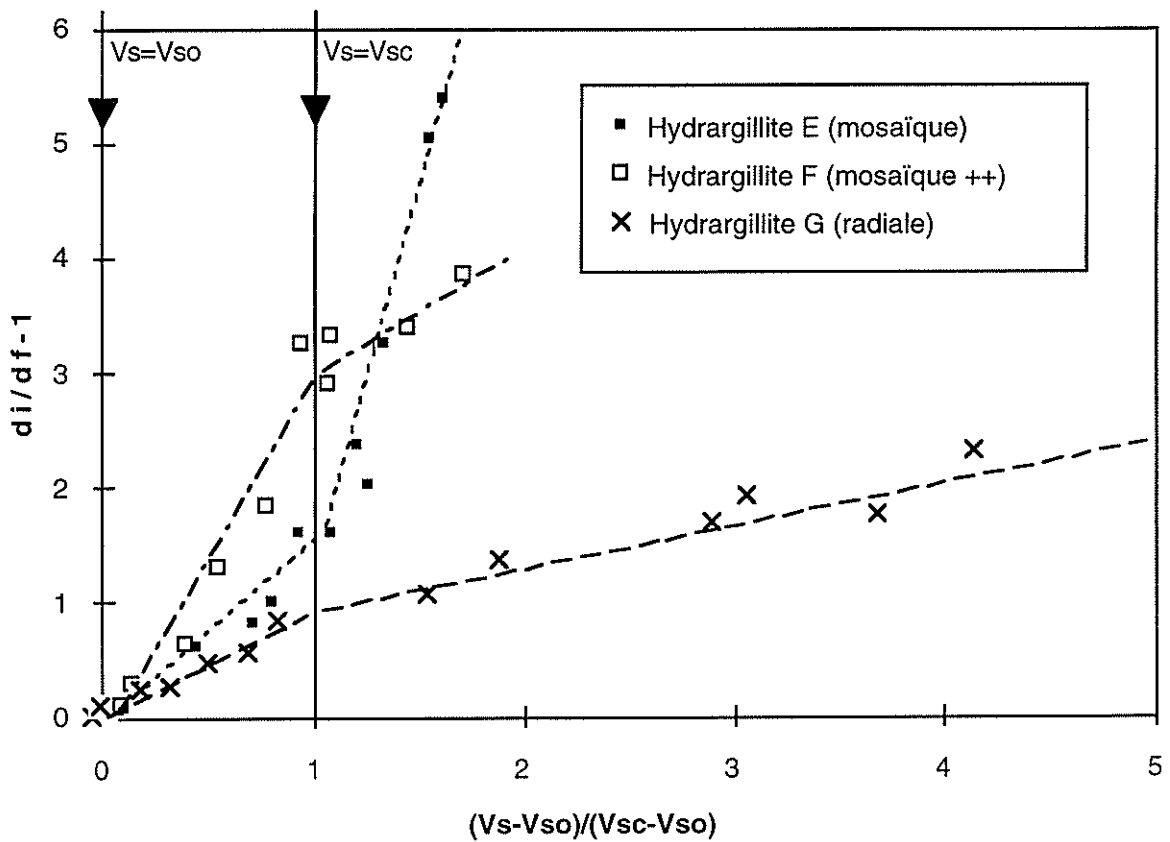


Figure 3.54. : Profils de rupture réduit des hydrargillites :  $d_i/d_f - 1$  vs.  $(V_s - V_{s0}) / (V_{sc} - V_{s0})$

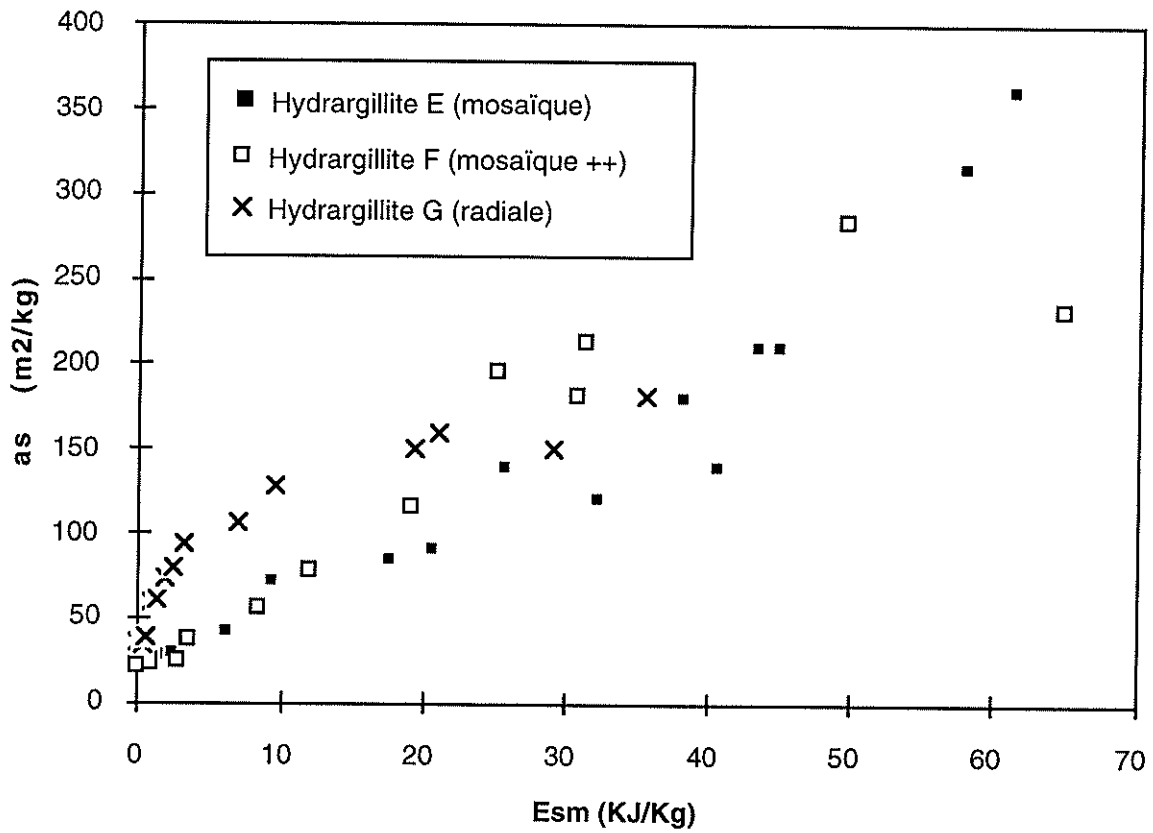


Figure 3.55. : Profils de rupture des hydrargillites : as vs. Esm

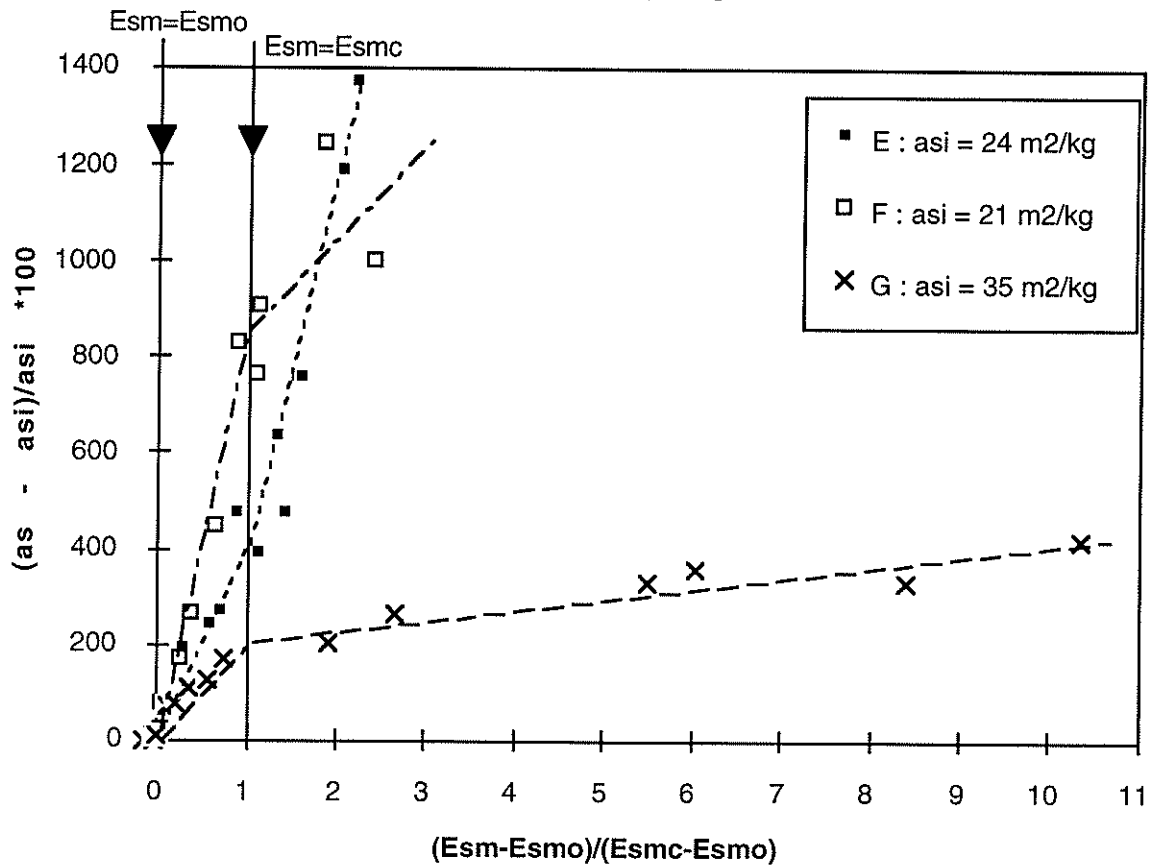


Figure 3.56. : Profils de rupture réduit des hydrargillites :  $(as - a_{si})/a_{si}$  vs.  $(E_{sm} - E_{smo})/(E_{smc} - E_{smo})$

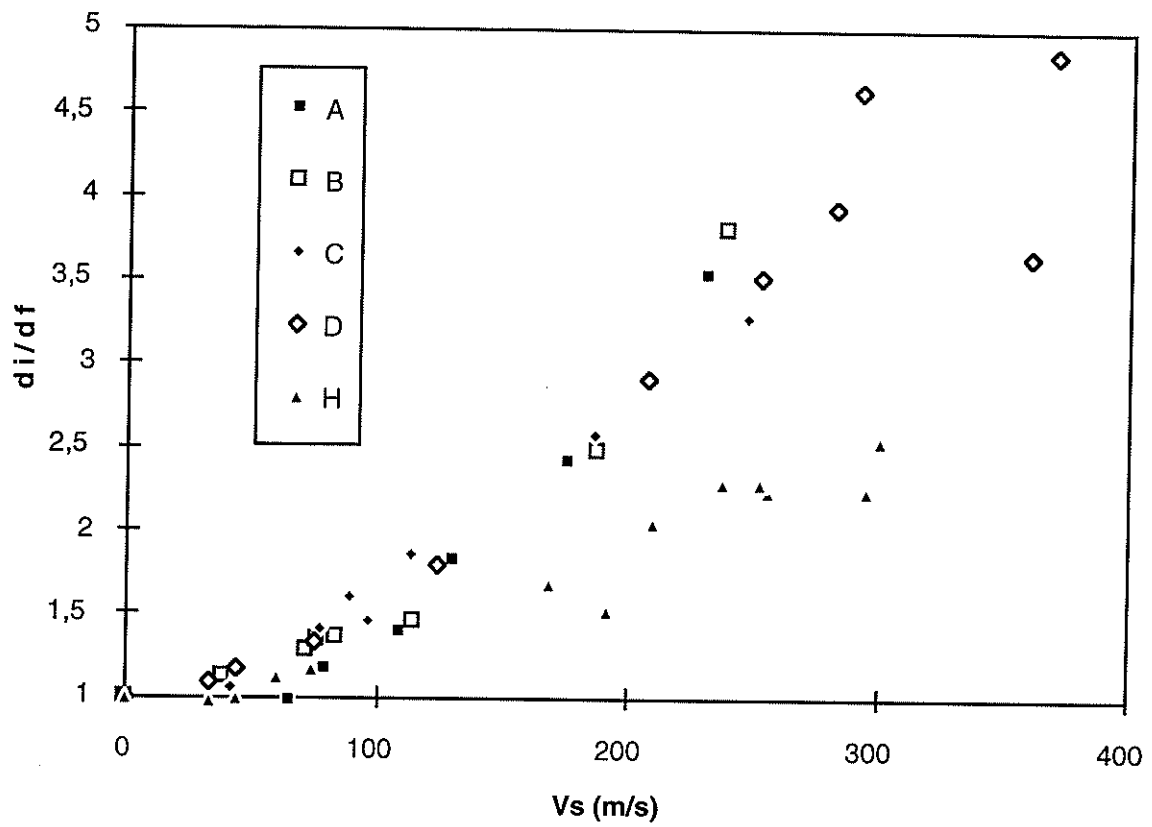


Figure 3.57. : Profils de rupture des alumines :  $di/df$  vs.  $V_s$

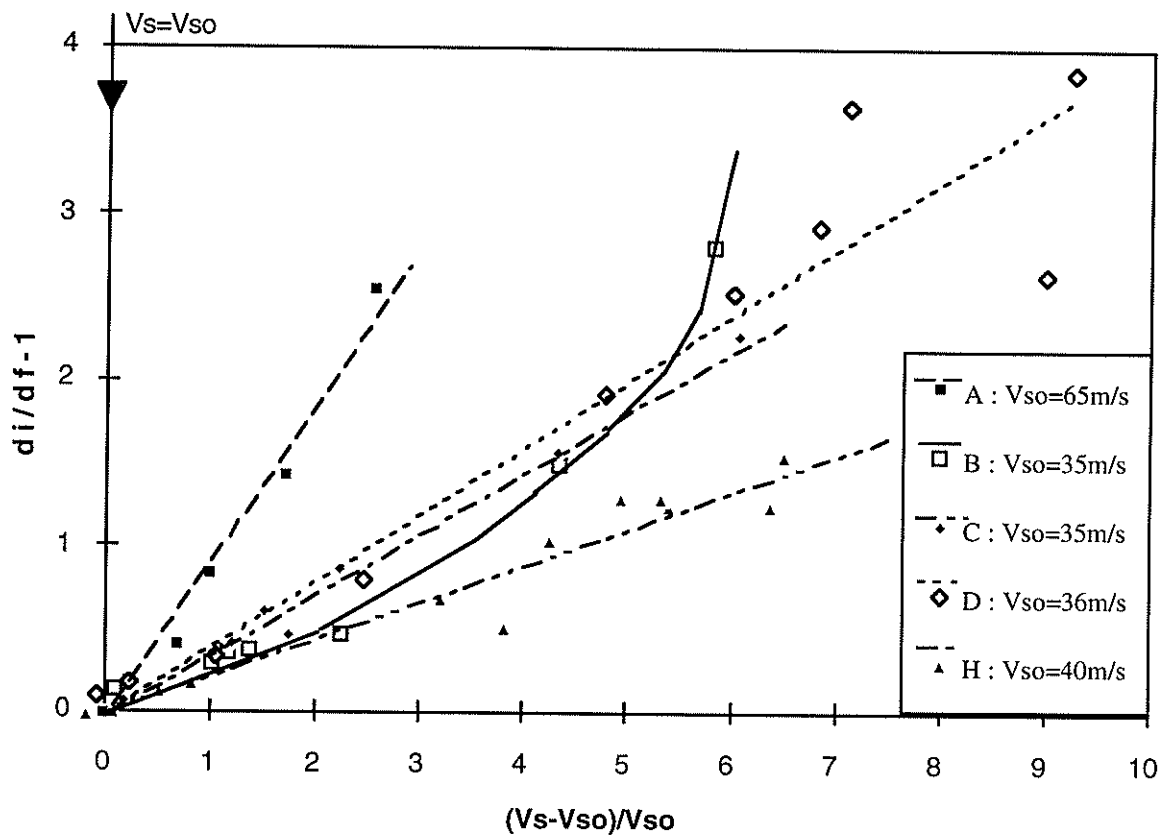


Figure 3.58. : Profils de rupture réduit des alumines :  $di/df-1$  vs.  $(V_s - V_{so})/V_{so}$

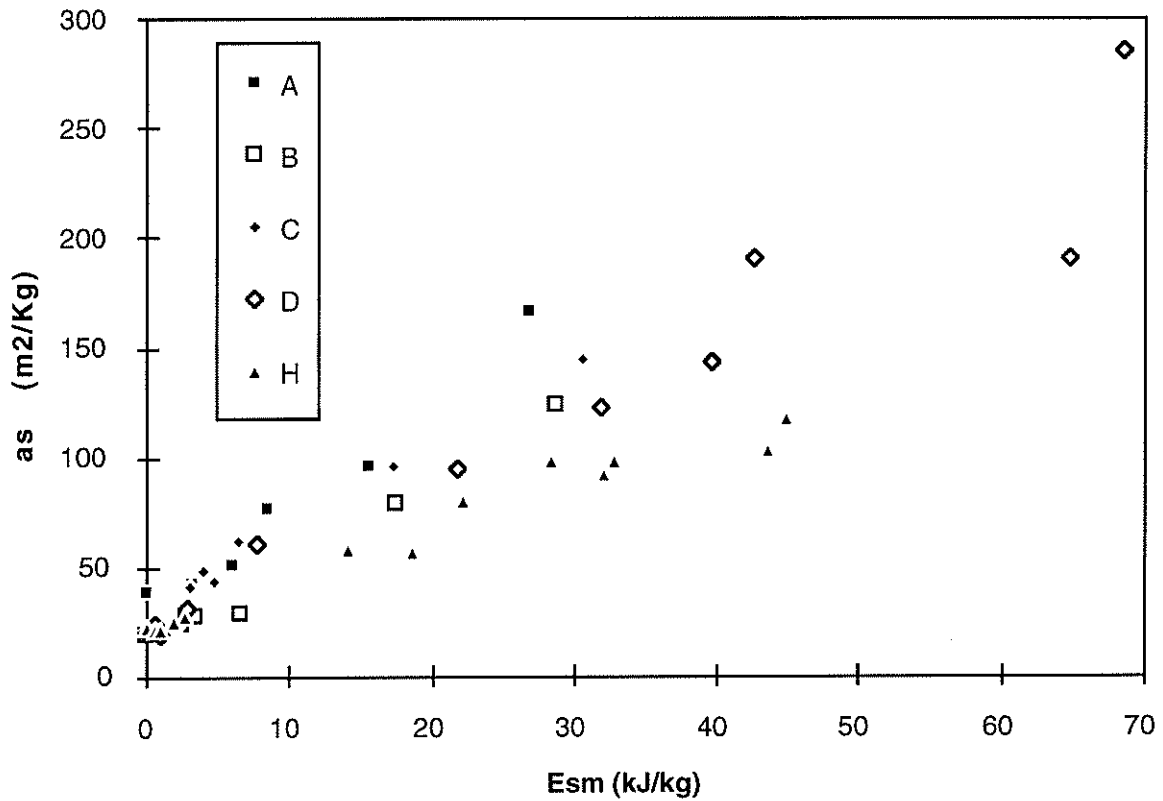


Figure 3.59. : Profils de rupture des alumines : as vs. Esm

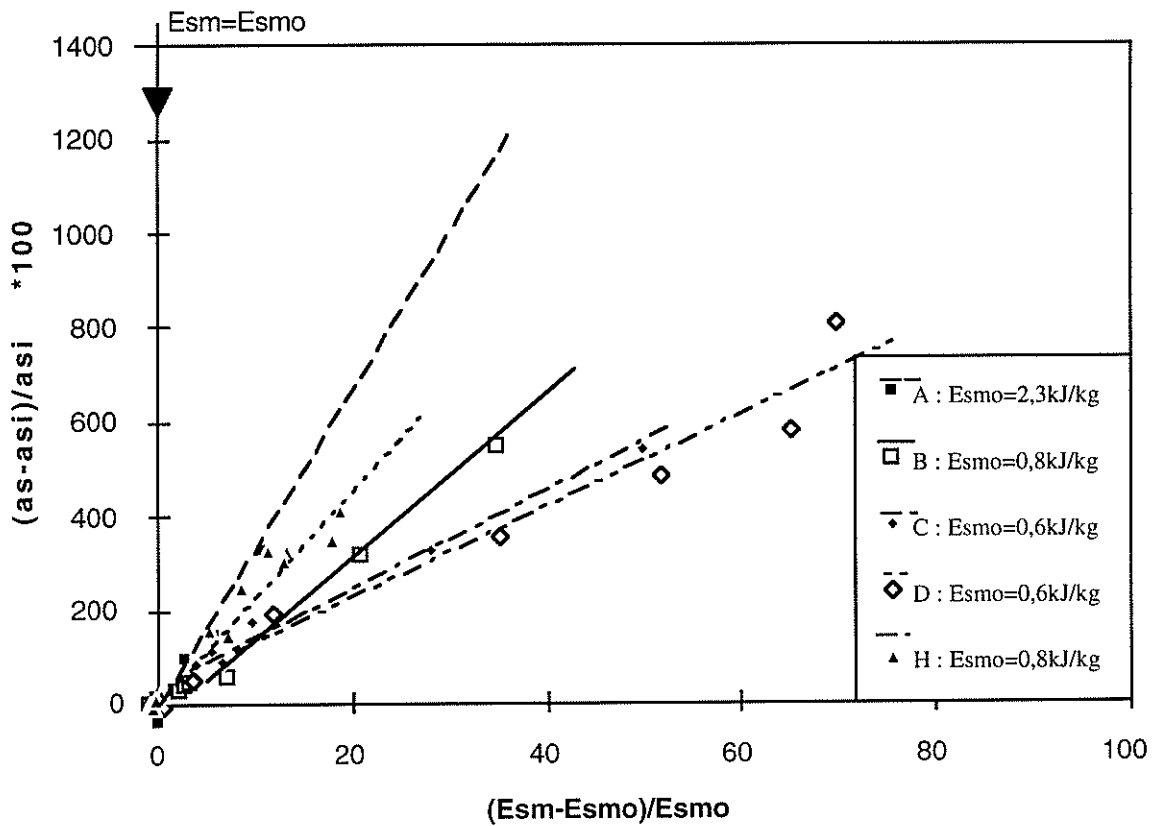


Figure 3.60. : Profils de rupture réduit des alumines : (as-asi)/asi vs. (Esm-Esmo)/Esmo

## VI.4. Etude des hydrargillites calcinées

Les figures 3.45., 46., 47. et 48. comparent les cinq alumines calcinées grâce aux profils de rupture classiques et réduits. Le fait marquant est que l'on observe un seul régime de fragmentation pour toutes les alumines dans la gamme de vitesse 20-350 m/s. Il y a toujours un seuil d'attrition, mais il n'y a plus de changement dans l'évolution des courbes. On est alors amené à penser qu'un seul régime de fragmentation existerait dans la gamme de vitesses étudiées. Ceci est confirmé par les photos M.E.B. : contrairement au comportement des hydrargillites, dès les impacts à faible énergie, les associations de tablettes sont brisées non seulement en tablettes, mais aussi en fragments de tablettes.

Les paramètres caractéristiques du tableau 3.10. montrent que toutes les alumines sauf A possèdent sensiblement les mêmes seuil d'attrition  $V_{so}$ . D'autre part, A est la plus résistante en terme d'attrition, mais également la plus fragile en terme de création de surface par unité d'énergie fournie, bien qu'elle présente la structure la plus mosaïque !

Solides	$V_{so}$ (m/s)	Eso (MJ/m <sup>3</sup> ) Esmo (kJ/kg)	p (m <sup>2</sup> /kJ)
A(mosaïque ++)	65	7,6 2,3	4,9
B(radiale "arrondie")	35	2,6 0,8	3,8
C(mosaïque +)	35	2,1 0,6	3,7
D(mosaïque +)	36	2,7 0,6	3,4
H (radiale)	40	2,7 0,8	2,2

Tableau 3.10. : Paramètres de broyabilité pour les alumines

## VI.5. Influence de la calcination

### VI.5.1. Hydrargillite à structure radiale

La figure 3.49. compare l'hydrargillite G avant et après calcination (alumine H). Comme cela peut être vérifié sur les tableaux précédemment présentés, le solide calciné possède un seuil d'attrition plus élevé que la poudre mère :  $V_{so} \approx 40$  m/s contre 31 m/s.

Dans l'intervalle du domaine d'écaillage-fendage de l'hydrargillite G : [ 0 - 4 kJ/kg ] ou

[ 0 - 88 m/s ], les broyabilités  $p_1$  de G et  $p$  de H sont dans un rapport  $26/2 \approx 13$ . Le solide calciné est donc plus résistant non seulement vis-à-vis du seuil d'attrition mais aussi en accroissement de surface par énergie d'impact fournie. Par contre, au delà du seuil critique de G, sa broyabilité chute à  $p_2 \approx 3,5 \text{ m}^2/\text{kJ}$ . Cette valeur se rapproche de celle de l'alumine H de broyabilité  $p \approx 2,2 \text{ m}^2/\text{kJ}$ .

Cet exemple montre de façon claire que la calcination affecte profondément la structure interne. Bien que les poudres G et H possèdent la même morphologie externe, leur comportement en impact diffère en mécanismes incriminés, en seuil d'attrition et en broyabilité. Dans ce cas précis, la calcination renforce le solide. Une explication proviendrait de la densification de la structure sans création de nouvelles fragilités.

### VI.5.2. Hydrargillite à structure mosaïque

Sur la figure 3.50. sont comparés les profils de rupture de l'hydrargillite E et de sa version calcinée D. Avec ce couple de structure mosaïque, c'est le solide calciné qui a la vitesse d'attrition la plus faible :  $V_{so} \approx 36 \text{ m/s}$  contre  $58 \text{ m/s}$  pour l'hydrargillite.

Quant aux broyabilités, on remarque que  $p_1$  de E et  $p$  de D sont sensiblement du même ordre de grandeur dans l'intervalle 3,4 - 3,6. Ainsi, dans le premier régime d'écaillage-fendage de E (intervalle 0 - 240 m/s), les mécanismes de rupture des deux solides occasionnent la même création de surface, pour une quantité donnée d'énergie. Cette fois-ci, le solide calciné est plus fragile que l'hydrargillite vis-à-vis de l'attrition, mais est du même ordre de grandeur de résistance en raisonnant en accroissement de surface par énergie.

Au-delà de  $V_{sc}(E)=240 \text{ m/s}$ , l'hydrargillite se fracture sous l'action d'un autre mécanisme avec un plus grand "rythme" que dans le premier régime. Ainsi, si la vitesse est supérieure à 240 m/s, l'hydrargillite se révèle beaucoup plus fragile que l'alumine :  $p_2 \approx 5,8 \text{ m}^2/\text{kJ}$  contre  $p \approx 3,4 \text{ m}^2/\text{kJ}$ .

Finalement cet exemple illustre un autre cas de figure possible de l'influence de la calcination pour un couple (hydrargillite - même hydrargillite calcinée). Une explication du phénomène serait que la calcination fragilise les liaisons impliquées dans la zone de clivage-broyage (entre les feuillets des plaquettes) au niveau énergétique de rupture de celles de la zone d'écaillage-fendage (niveau des grains de joints). Cette explication est plausible et est confortée par l'observation au M.E.B. qui révèle des fragments de plaquettes dès que la vitesse d'impact dépasse  $V_{so}$ .

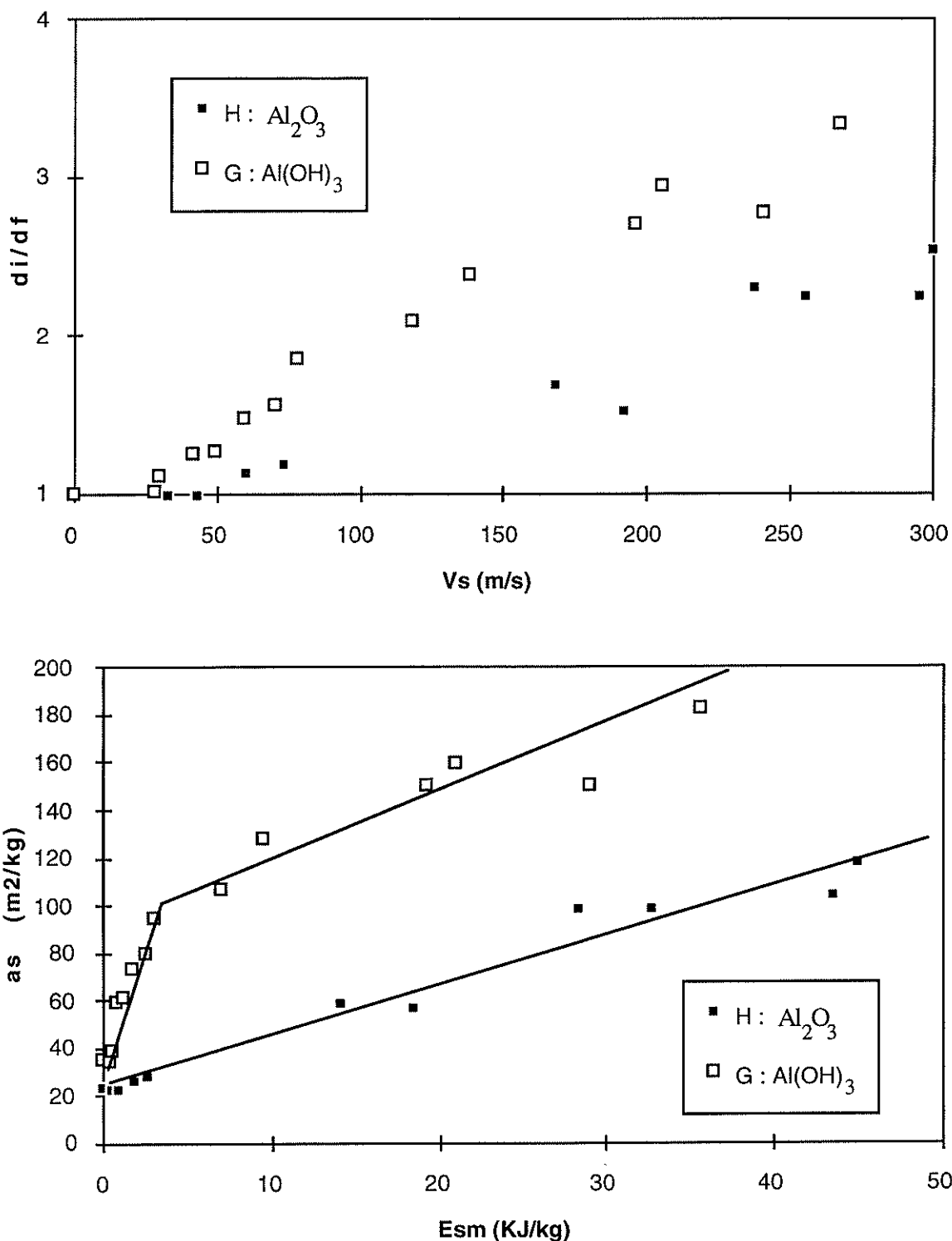


Figure 3.49. : Profils de rupture pour l'hydrargillite G et l'hydrargillite calcinée H (= G calcinée)

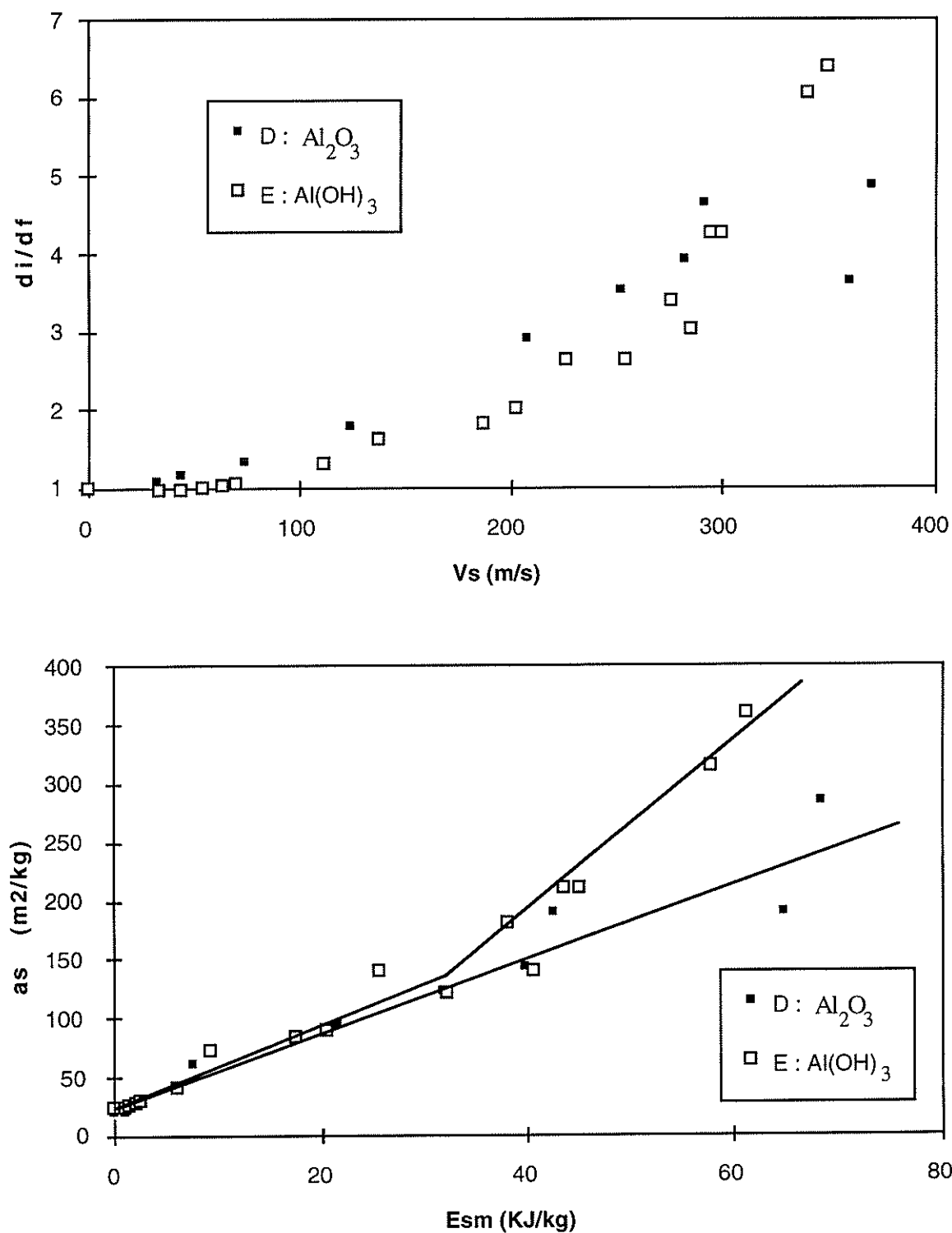


Figure 3.50. : Profils de rupture pour l'hydrargillite E et l'hydrargillite calcinée D (= E calcinée)



## VI.6. Représentation de Rosin-Rammler

### VI.6.1. Introduction

Le but de cette partie est de montrer si l'approche de Rosin-Rammler peut s'appliquer à notre étude comparative des alumines et alumines calcinées. Toutes les distributions granulométriques en coordonnées réduites de Rosin-Rammler sont données en annexe 9. L'existence de la propriété d'auto-similitude est également recherchée.

### VI.6.2. Evolution des histogrammes granulométriques

L'analyse des courbes granulométriques révèle que sur les huit poudres étudiées, seules deux suivent la loi de Rosin-Rammler. Le tracé en coordonnées de Rosin-Rammler des courbes cumulées ne met en évidence des droites que pour les poudres A (hydrargillite calcinée mosaïque ++ ) et G (hydrargillite radiale). En coordonnées réduites, les droites s'alignent sur une courbe maîtresse au delà du seuil d'attrition (figures 3.51.).

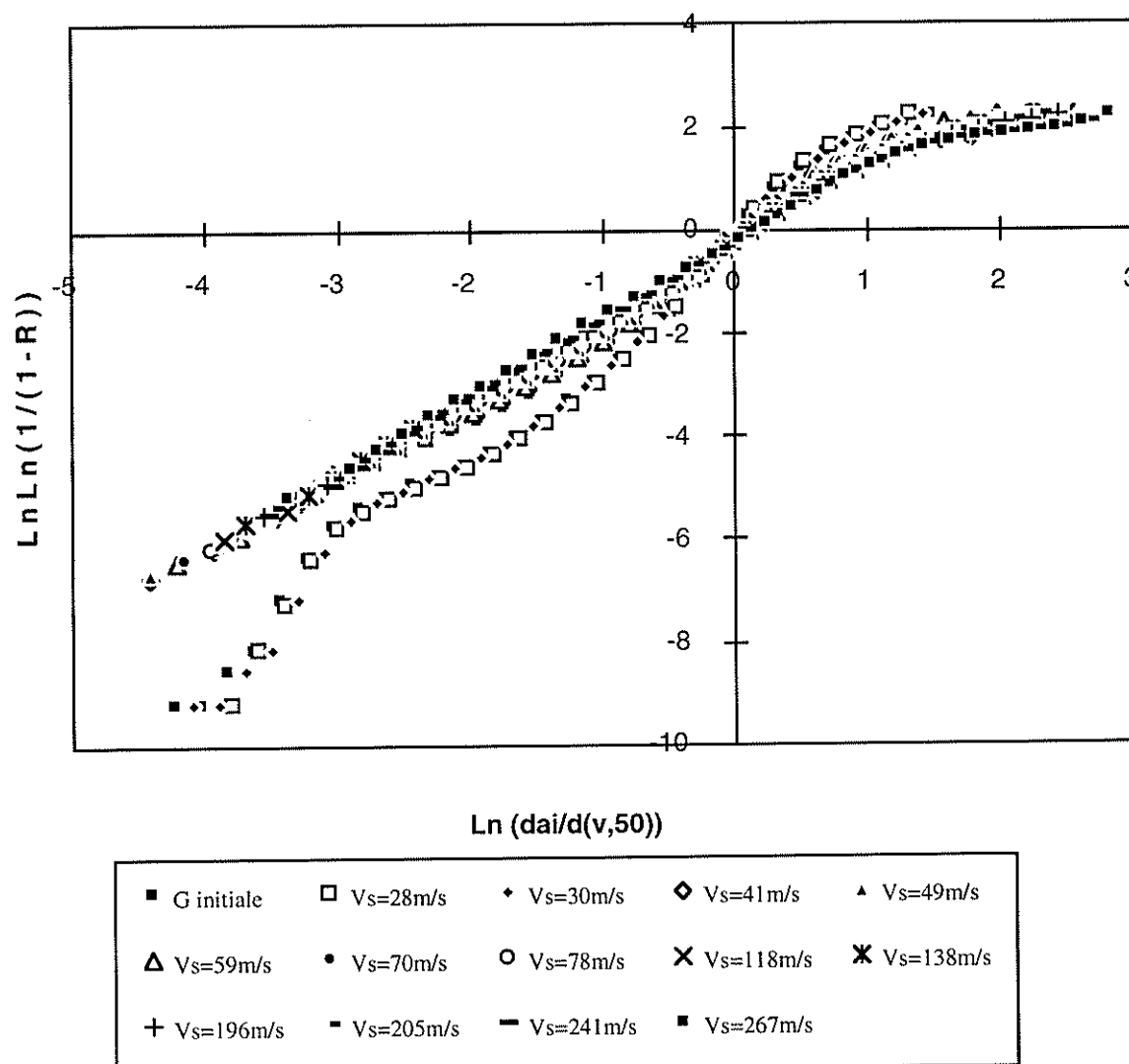


Figure 3.51-1. : Autosimilitude pour l'échantillon G

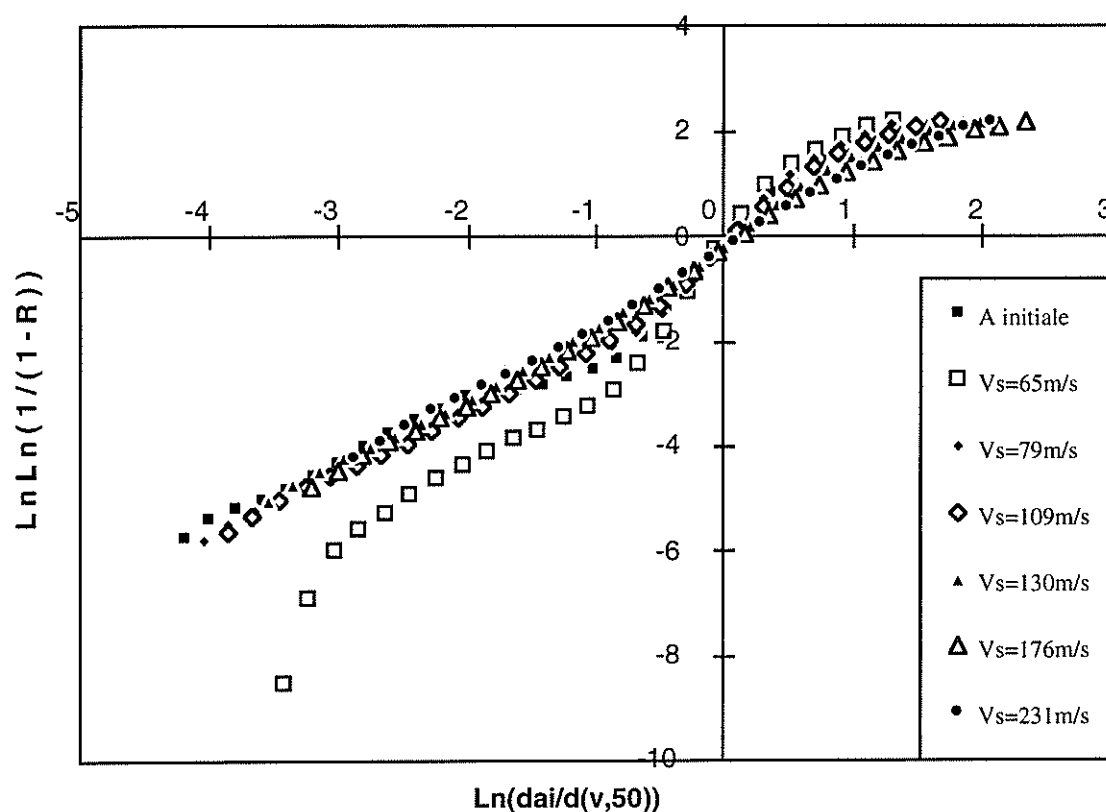


Figure 3.51-2. : Autosimilitude pour l'échantillon A

### VI.6.3. Autosimilitude des hydrargillites

L'hydrargillite G suit parfaitement la loi de Rosin-Rammler et est autosimilaire. Mis à part les impacts à faibles énergies, les distributions se réduisent à une seule courbe maîtresse. Les tracés de la dispersion  $m$  et du diamètre à 63,2% de passant  $d1$  mettent en évidence les transitions au même endroit que les critères classiques : diamètre, rapport de réduction de taille, surface spécifique, création de fines (figure 3.52.). La précision sur la détection de  $V_{so}$  avec  $m$  est très grande, car la dispersion varie de façon très importante au passage du seuil d'attrition.

Le seuil d'attrition  $V_{so}$  est visible avec  $m$  et  $d1$  à  $V_s \approx 35$  m/s. Le seuil critique  $V_{sc}$  est surtout repérable avec  $d1$  à  $V_s \approx 85$  m/s. En effet, l'évolution de  $m$  après  $V_{so}$  est très faible. C'est en fait une condition requise pour satisfaire à l'auto-similitude.

Les autres hydrargillites, qui sont mosaïques, ne répondent pas au critère d'auto-similitude. Ainsi, pour la poudre F, les distributions ne sont pas linéarisables dans tout le domaine étudié. On observe bien une tendance à un alignement sur une courbe maîtresse, mais seulement pour des impacts à des vitesses supérieures à 150 m/s. On n'a donc pas la possibilité de déterminer les seuils d'attrition ou critique.

Les mêmes conclusions peuvent s'appliquer au solide E. Ce n'est qu'au-delà de 111 m/s que les distributions se confondent en une droite maîtresse.

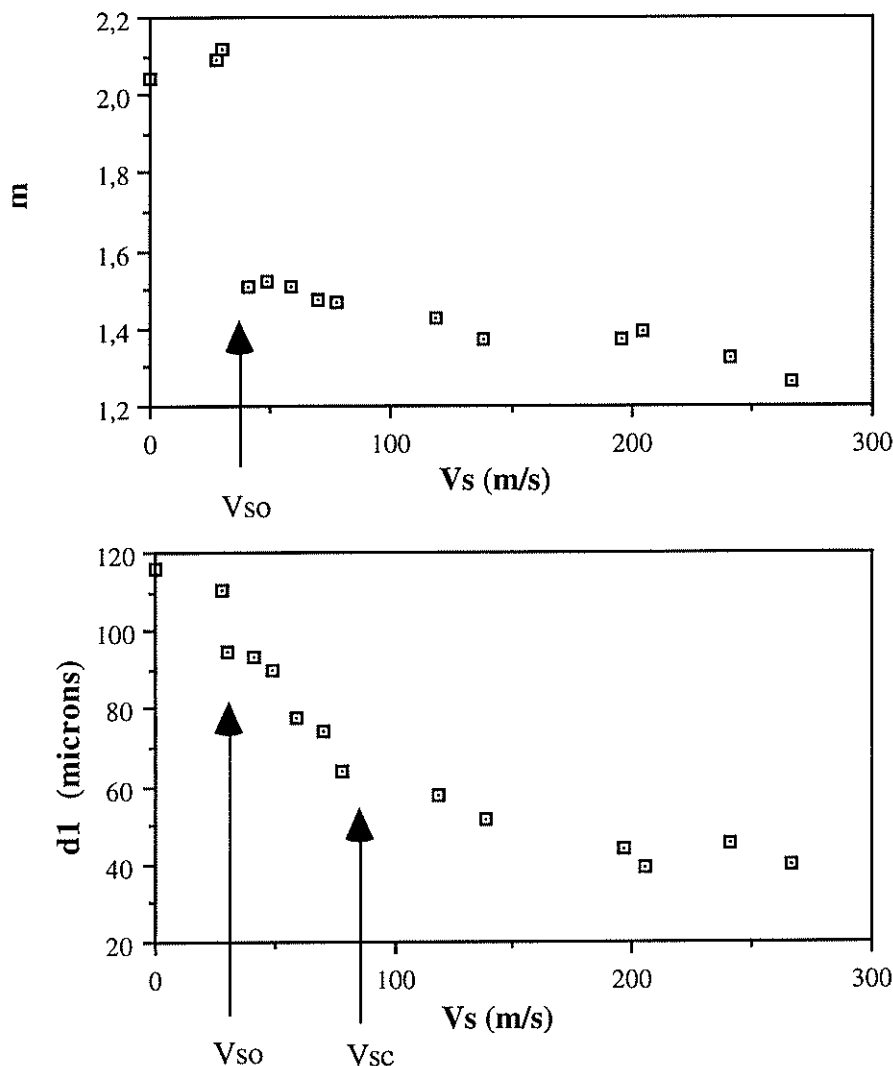


Figure 3.52.: Evolution de la dispersion  $m$  et du diamètre  $d_1$  pour G

#### VI.6.4. Autosimilarité des hydrargillites calcinées

L'hydrargillite calcinée A mosaïque ++ est la seule alumine à suivre la loi de Rosin-Rammler et à posséder la propriété d'auto-similarité. L'évolution de  $m$  et  $d_1$  sont visibles sur la figure 3.53.

On repère facilement le seuil d'attrition qui se trouve au même endroit que sur les profils de rupture classiques :  $V_{so} \approx 65$  m/s. Par ailleurs, il semble que dans le domaine étudié, il n'y ait qu'un seul régime de fragmentation. Encore une fois, on confirme ce qui avait déjà été conclu avec l'approche classique.

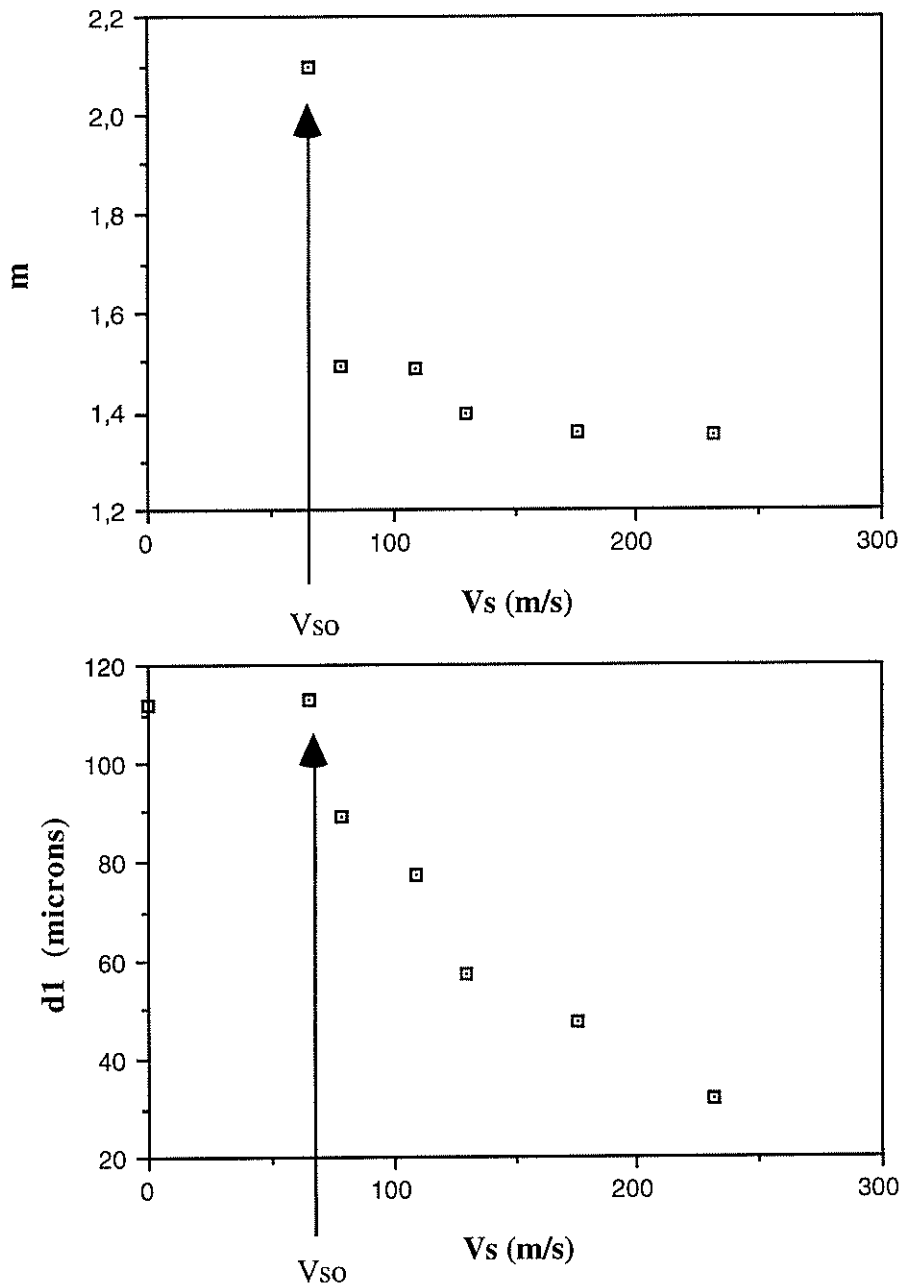


Figure 3.53.: Evolution de la dispersion  $m$  et du diamètre  $d_1$  pour A

Pour la propriété d'autosimilarité, il n'existe une courbe maîtresse qu'au-delà du seuil d'attrition. En effet, la distribution initiale est décalée par rapport à la courbe maîtresse. On vérifie également que la dispersion  $m$  varie peu après le seuil d'attrition.

Quant aux autres alumines, de structure mosaïque ou radiale, l'approche n'est pas applicable. Leurs distributions ne sont ni Gaussiennes, ni symétriques.

#### IV.6.5. Conclusion

Les résultats montrent que les deux poudres concernées, A et G, se comportent d'une façon particulière au cours de l'impact sur cible. En effet, l'existence d'une courbe maîtresse régissant la fragmentation implique qu'en fait toutes les classes granulométriques se comportent d'une manière homogène. Chaque classe se casse dans les mêmes proportions. La conclusion de cette propriété est que lorsque cette courbe maîtresse est connue ainsi que le  $d_{50}$ , alors il est possible de remonter à toute la distribution granulométrique.

En outre, une observation générale est faite : pour tous les solides, les distributions tendent vers une courbe limite, qui n'est pas toujours une droite. Mais dans le cas de A et de G, la limite est atteinte dès le seuil d'attrition. Par contre, pour les autres solides, la limite est atteinte plus ou moins tôt. Cela constitue apparemment une propriété caractéristique du matériau et de sa distribution granulométrique. Mais, on ne peut pas conclure sur le lien (auto-similarité) - (morphologie externe) ou le lien (auto-similarité) - (hydraté-calciné). En effet, les solides étudiés auto-similaires sont soit hydratés et de structure radiale (G), soit calcinés et de structure mosaïque (A). Par contre, on peut conclure sur le fait que la propriété d'auto-similarité peut se perdre après calcination. La poudre G calcinée ne présente plus la propriété. Finalement, l'auto-similarité est une propriété intimement liée au procédé de fabrication. Ni la nature, ni la morphologie ne suffisent à caractériser le solide. La détermination de la distribution poreuse et la surface spécifique constituerait le début d'une caractérisation plus complète.

Finalement, bien que ce ne soit pas systématiquement possible, l'approche de Rosin-Rammler fournit une méthode efficace pour l'étude du broyage par impact. L'information complexe des distributions granulométriques est réduite à deux paramètres plus facilement manipulables et compréhensibles. L'utilisation de deux paramètres  $m$  et  $d_1$  permet d'obtenir une information généralement plus complète qu'avec l'approche classique du rapport de réduction de taille. Malheureusement, l'approche est limitée aux solides qui possèdent la propriété de linéarité de leur distribution de taille en coordonnées de Rosin-Rammler. En outre, une information supplémentaire peut être obtenue à l'aide de la propriété d'auto-similarité. Mais, elle n'est pas présente pour tous les solides.

## VI.7. Conclusion

Les huit échantillons étudiés dans ce travail montrent que les hydrargillites et alumines produites par des procédés différents possèdent des comportements spécifiques face à l'impact. L'influence de la structure est claire pour les hydrargillites : plus la structure est mosaïque, plus le matériau est résistant. La conclusion n'est pas aussi évidente pour les alumines calcinées. Ceci n'est pas étonnant, car la morphologie externe ne rend pas compte de la structure interne qui joue un rôle prépondérant dans le comportement en impact.

Quant à l'influence de la calcination, l'étude montre qu'elle affecte la structure, d'où un changement des mécanismes de fragmentation. Ainsi, si le comportement des hydrargillites révèle la succession des deux mécanismes d'écaillage-fendage et de clivage-broyage, les alumines calcinées n'en ont plus qu'un. La méthodologie utilisée permet de mettre en évidence ces différences et permet de classer les solides qualitativement et quantitativement. La calcination fragiliserait une structure mosaïque, mais raffermirait une structure radiale en terme de seuil d'attrition. Par ailleurs, la calcination ramènerait le taux de création de surface d'une structure mosaïque calcinée (respectivement radiale calcinée) au niveau de la broyabilité du régime d'écaillage-fendage (respectivement du régime de clivage-broyage) de la structure non calcinée.

Finalement, à long terme, on peut aisément envisager une étude paramétrée qui permettrait de relier les paramètres opératoires du procédé de fabrication au comportement du solide en impact. Dans ce cas, on supprimerait une étape complexe de caractérisation de la structure du solide en sortie de procédé.

## VII. ANALYSE MORPHOLOGIQUE

### VII.1. Introduction

Ce paragraphe constitue une extension logique du paragraphe précédent dans le cadre de l'étude des hydrargillites et alumines. En effet, on a vu qu'à un type de procédé de fabrication, il correspondait une structure particulière : mosaïque ou radiale. L'outil morphologique développé par le LSGC-ENSIC de Nancy (Pons et al. 1998, Rolland et al. 1996) va permettre de quantifier les différences d'aspect. Le but est de rechercher une éventuelle correspondance morphologie - comportement en impact.

### VII.2. Mesures bi et tri-dimensionnelles

La figure 3.54. donne les résultats des mesures bi-dimensionnelles effectuées sur les alumines et hydrargillites : le diamètre équivalent  $Deq$ , l'allongement  $F_{max}/F_{min}$ , la

circularité  $C_i$ , et la concavité  $IC$ .

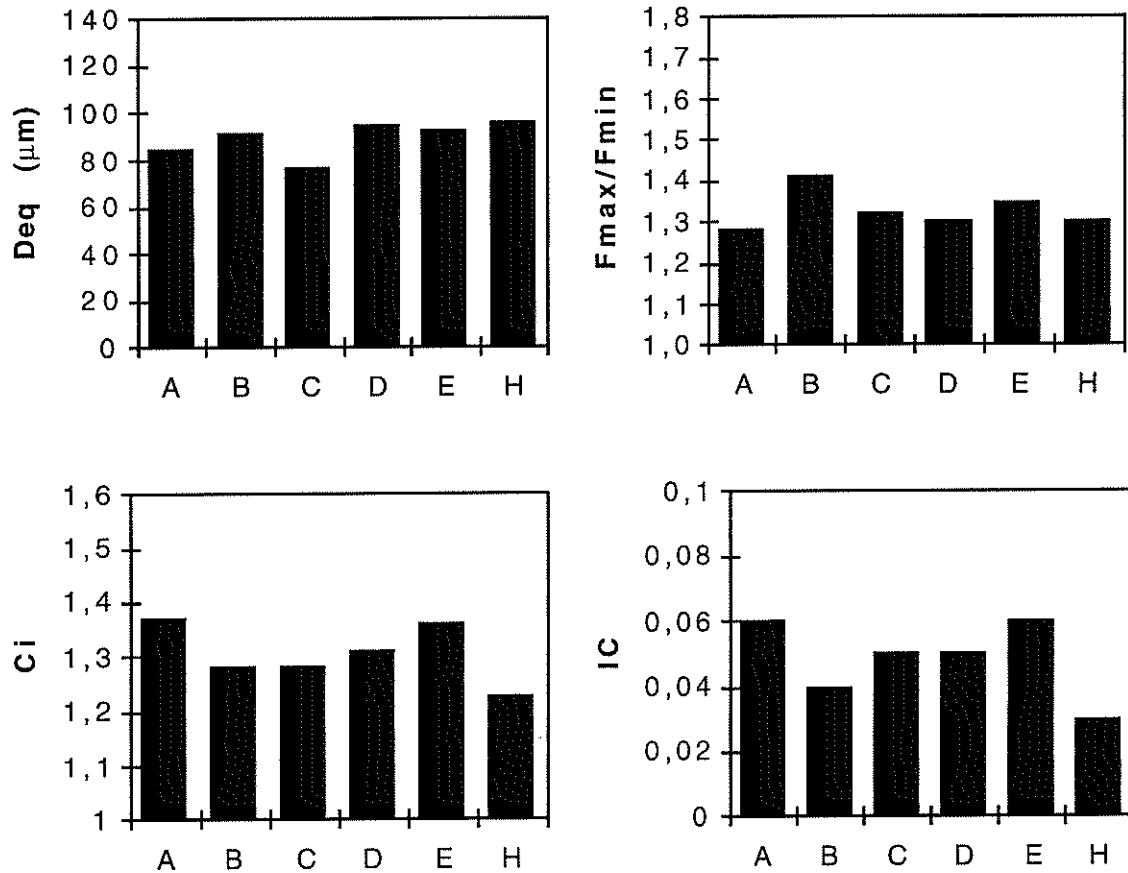


Figure 3.54.: Facteurs morphologiques 2-D pour 6 échantillons

Pour le diamètre équivalent, on peut différencier de façon satisfaisante A de C et des autres solides (B, D, E, H), qui ont sensiblement la même taille.

Pour le paramètre d'allongement, une tendance est détectée. B se distingue de tous les autres solides par un plus grand allongement.

Pour la circularité de la silhouette, une grande différence est observable entre H et (A,E). Par contre, A et E (respectivement B et C) ont la même circularité.

L'indice de concavité donne les valeurs les plus élevées pour la structure mosaïque (A, C, D, E), les plus basses pour la structure radiale (B, H). Néanmoins, il n'est pas possible de différencier tous les échantillons.

Finalement, l'approche 2-D ne permet pas toujours d'obtenir une discrimination structurelle de tous les solides, d'où l'intérêt d'utiliser des descripteurs plus sensibles. Par ailleurs,

travailler en moyenne peut se révéler insuffisant pour décrire la morphologie d'une distribution de particules (Pons et al. 1998). Par exemple, on peut obtenir le même allongement moyen pour deux distributions d'allongement, une large et une très étroite.

Dans la suite de l'étude, deux descripteurs tridimensionnels sont utilisés : un critère de simplicité  $\xi$  et la dimension de la plus grande facette de l'objet  $X_{max}$  (figure 3.55.).

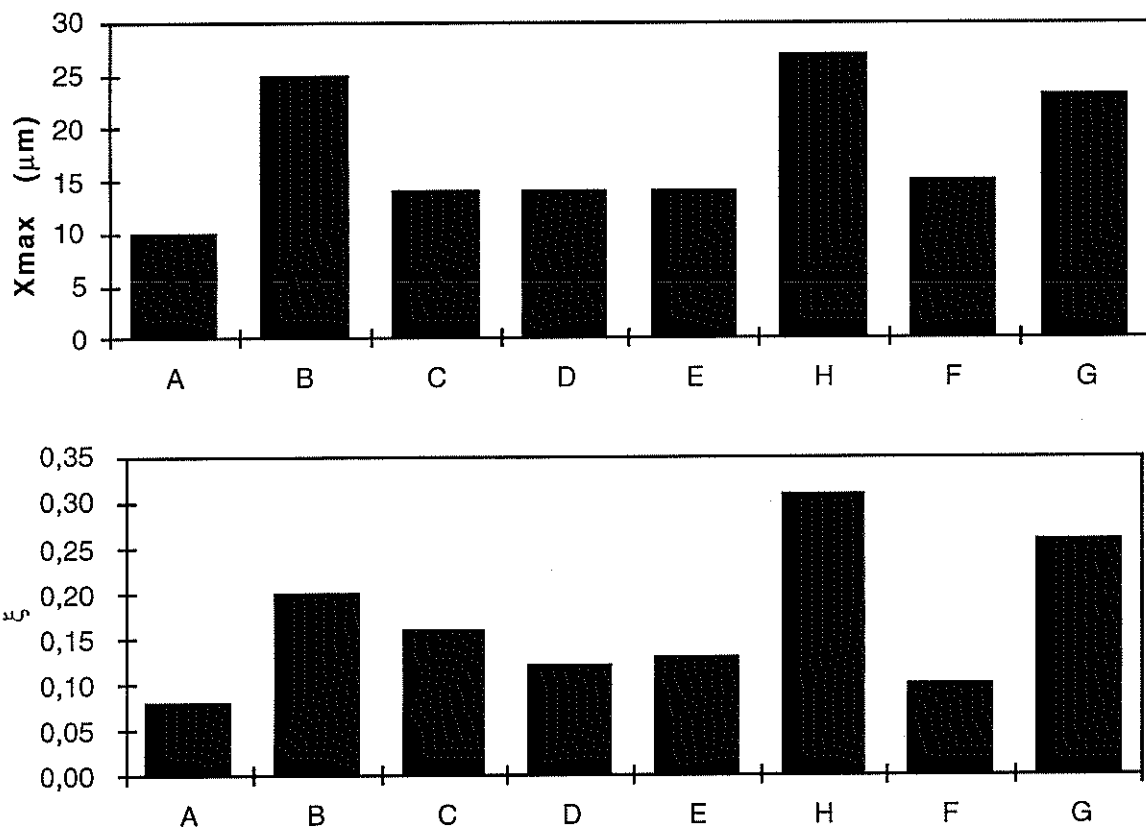


Figure 3.55.: Facteurs morphologiques 3-D pour les hydrargillites et aluminés

La simplicité  $\xi$  apparaît varier de façon significative pour tous les échantillons sauf D et E. Les valeurs de  $X_{max}$  montrent que les facettes des échantillons à structure radiale (B, H, G), sont plus grandes que celles des échantillons à structure mosaïque (A, C, D, E, F).

En conclusion, les descripteurs 2-D ne suffisent pas à caractériser des solides très proches. Des quantificateurs plus sensibles sont nécessaires. L'association de  $\xi$  et de  $X_{max}$  permet d'obtenir une carte morphologique qui est utilisée dans la suite de l'étude pour discriminer les solides (voir aussi annexe 8).



### VII.3. Comparaison morphologie - seuil d'attrition

La caractérisation morphologique développée au Chapitre 2, III.5. permet de tracer pour chaque hydrargillite ou alumine étudiée un point dans le repère simplicité  $\xi$  - taille maximale de plaquette normée par la taille de la particule  $X_{max}/d_{[4,3]}$  (figure 3.56.).

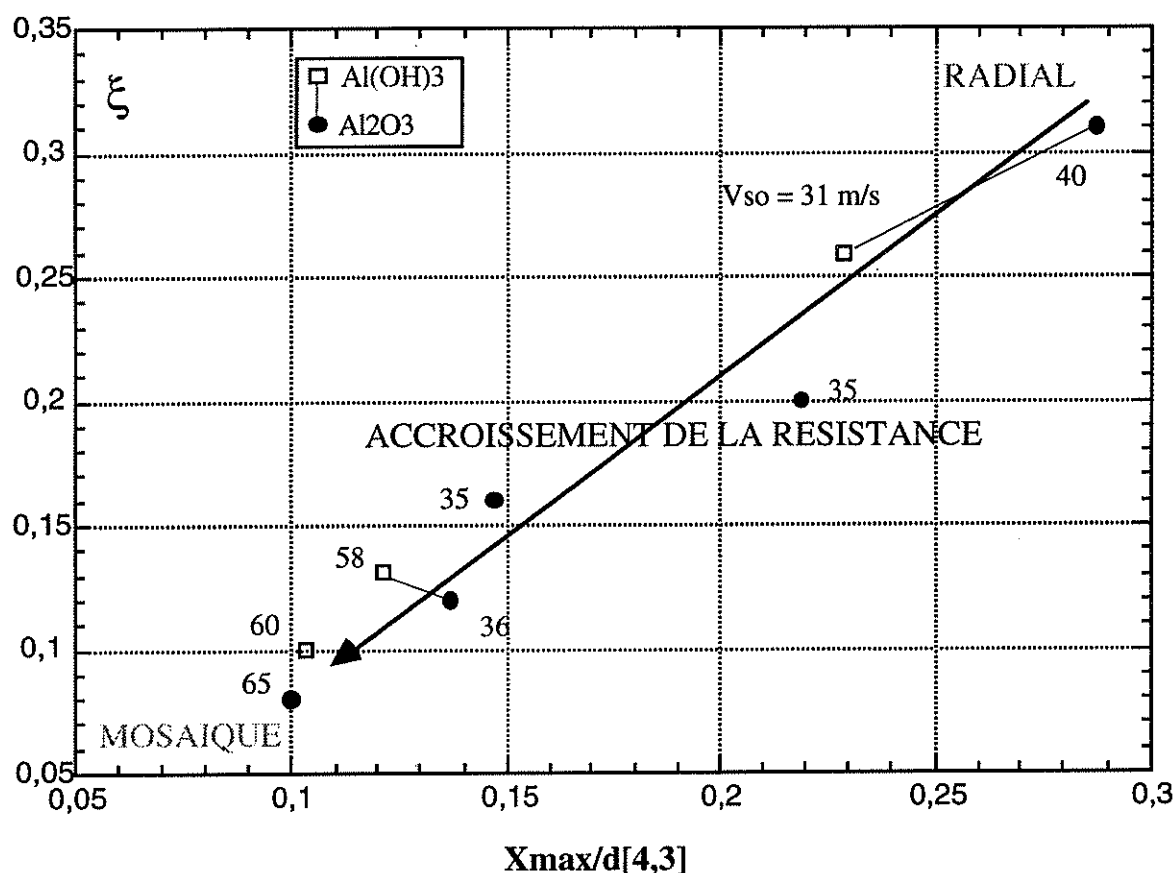


Figure 3.56.: Comparaison morphologie - vitesse d'attrition  $V_{so}$  (valeur du seuil d'attrition indiquée à côté de chaque point)

On détermine ainsi deux domaines. Le domaine des structures radiales se situe vers les grandes simplicités et les grandes plaquettes. Le domaine mosaïque est par contre visualisé pour une grande complexité, c'est-à-dire  $\xi$  petit, et des petites tailles de plaquettes.

La comparaison morphologie -  $V_{so}$  est effectuée en indiquant à côté de chaque point caractéristique le seuil d'attrition correspondant  $V_{so}$  de l'échantillon concerné. Dans l'état actuel de l'étude, on observe que les points caractéristiques s'alignent sur une droite partant du domaine radial et s'étendant vers le domaine mosaïque. La tendance principale est que plus on s'avance vers le domaine mosaïque, plus le solide révèle une résistance à l'attrition élevée. Cette tendance est indépendante de l'état  $Al(OH)_3$  ou  $Al_2O_3$ . On peut

ainsi trouver des hydrargillites plus résistantes vis-à-vis de l'attrition que des alumines et inversement.

Une dernière comparaison peut être faite pour les deux couples (hydrargillite - même hydrargillite calcinée). Dans un cas, l'outil morphologique repère une différence notable de structure externe, dans l'autre cas chaque échantillon peut être considéré comme ayant la même morphologie. Donc à ce niveau, on ne peut pas donner une conclusion générale sur l'influence de la calcination sur la morphologie.

#### **VII.4. Comparaison morphologie - indice d'attrition Forsythe**

Après avoir comparé la morphologie à nos paramètres d'attrition, la décision a été prise de poursuivre la comparaison avec un autre paramètre caractérisant une résistance mécanique. Ainsi les différents échantillons ont été testés dans une installation de lit fluidisé donnant l'indice d'attrition de Forsythe (IA). Il constitue une donnée largement utilisée en industrie pour caractériser et comparer le comportement mécanique de différents échantillons. Il traduit le taux de fines produites au cours de la fluidisation de l'échantillon pendant un temps donné. Plus IA est grand, plus le matériau est fragile.

Les résultats sont reportés sur la figure 3.57. Il en ressort qu'il n'y pas une tendance visible comme précédemment.

Par contre si l'on met en parallèle  $V_{so}$  et IA pour le couple mosaïque hydrargillite-alumine, on s'aperçoit de la même conclusion : une augmentation de fragilité se traduisant par une diminution de  $V_{so}$  et une augmentation de IA. Le même parallèle ne peut plus être effectué avec le couple radial hydrargillite-alumine, il y avait précédemment une augmentation de  $V_{so}$  après la calcination. On aurait donc pu s'attendre à voir IA diminuer, et ainsi traduire la même augmentation de résistance. En fait, on n'observe pas de variation notable de IA.

Ceci s'explique par le fait que les phénomènes dans les deux installations sont différents. En effet, dans notre installation expérimentale, on identifie parfaitement les événements d'impact : il s'agit d'impacts normaux de particules isolées. En revanche, dans le lit fluidisé du test Forsythe, on peut envisager un ensemble complexe d'application de contraintes : multiples impacts normaux, tangentiels et frottements. Dans chaque cas, ces événements se produisent entre les particules et entre les particules et la paroi du lit fluidisé. Finalement, on comprend aisément pourquoi les résultats ne sont pas comparables. Notre test détecte le début de la fragmentation. Le test Forsythe donne une estimation du broyage au-delà du seuil d'attrition pendant un certain temps. Mais même si

on conçoit que le taux de fines produites dans des conditions standardisées dépende du seuil d'attrition  $V_{so}$ , il faut aussi noter que le comportement en fragmentation dépend d'autres paramètres de broyabilité, tel un taux de création de surface par unité d'énergie fournie.

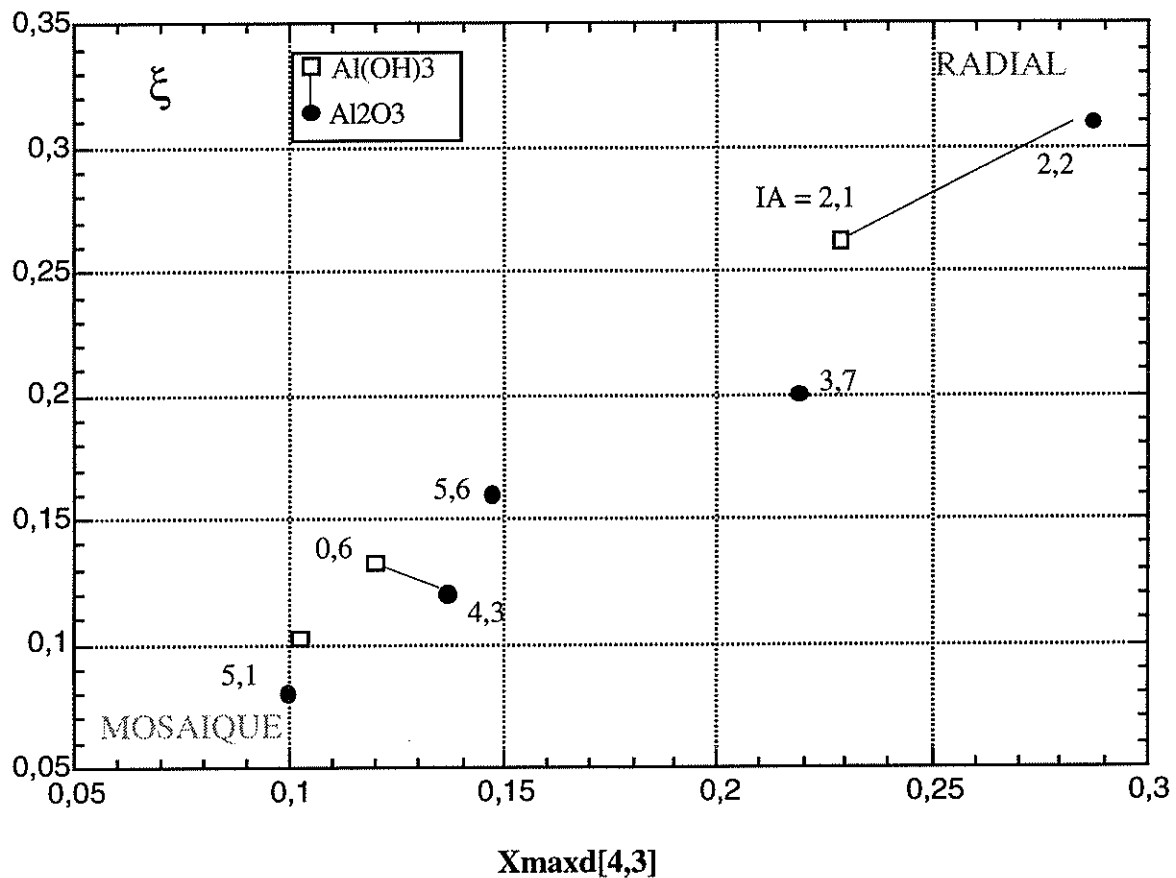


Figure 3.57.: Comparaison morphologie - indice d'attrition IA (valeur de IA indiquée à côté de chaque point)

### VII.5. Conclusion

Les outils morphologiques développés (2-D et 3-D) permettent de déterminer des tendances de comportement en lien avec l'approche classique du test d'impact. Plus la simplicité d'une structure est petite, plus elle est résistante vis-à-vis de l'attrition. Mais, il est évident que la morphologie externe ne saurait complètement rendre compte de la structure interne du solide qui joue un rôle prépondérant au cours de la fragmentation.

La comparaison avec le test de Forsythe révèle la complexité des phénomènes mis en jeu dans ce type de test normalisé. Il n'y a pas de lien direct avec notre test.

## VIII. CONSTANTE DE L'IMPACT

### VIII.1. Introduction

De nombreux modèles ou lois de broyage existent dans la littérature reliant l'énergie de comminution aux diamètres de particule avant et après impact. On peut citer les lois "classiques" de Rittinger (1867), de Kick (1885) ou de Bond (1952). Elles font intervenir des constantes globales qui sont fonctions du matériau mais aussi de l'installation (Chapitre 1, I.2.). Dans le test standardisé de Bond (1961) la constante  $W_i$  prend la signification suivante:  $W_i$  représente l'énergie spécifique nécessaire pour réduire un matériau de taille infinie jusqu'à la taille de  $100 \mu\text{m}$  (Chapitre 1, relation 24). Il est généralement tabulé pour divers matériaux et donne une classification de broyabilité. Mais bien que le côté pratique soit indéniable, il ne permet pas d'avoir des informations plus fondamentales.

D'autres relations plus intéressantes font directement intervenir des paramètres mécaniques du matériau (tableau 3.11.). Hutchings (1993) développe un modèle d'érosion contenant un coefficient de proportionnalité, défini comme un indice de sévérité d'érosion, qui est analogue au coefficient d'usure d'Archard (1953, "sliding wear") qui traduit notamment la géométrie du corps abrasif. Le modèle de Finnie (1978, d'après Hutchings 1993) fait intervenir la dureté et la densité du matériau étudié ainsi qu'une fonction de l'angle d'attaque.

Modèle	Référence
Masse enlevée par érosion $\propto \frac{\rho_s U^2}{H}$	Hutchings (1992)
Masse enlevée par découpage $\propto \frac{\rho_s U^n}{H} f(\text{angle d'impact})$	Finnie (1958-1978)
Taux d'érosion $\propto \frac{\rho_s (\text{densité corps broyant})^{0,5} U^3}{(\text{déformation plastique critique})^2 H^{3/2}}$	Hutchings (1981)
Taux d'érosion $\propto \frac{Y (\text{charge})^{9/8}}{K_c^{1/2} H^{13/8}}$	Evans et al. (1981)
Taux d'érosion $\propto \frac{(\text{charge})^{5/4}}{K_c^{3/4} H^{1/2}}$	Evans et al. (1979)

Tableau 3.11. : Modèles de comminution (d'après Hutchings 1993)

Cette brève présentation montre le grand nombre d'approches possibles. Mais elles sont souvent trop spécifiques, non généralisables à d'autres situations et elles masquent certaines influences directes, par exemple la taille du solide étudié. Par contre, le modèle proposé par Ghadiri et al.(1992) est plus complet (Chapitre 1, II.4.1.).

Ce paragraphe constitue en fait un essai d'adaptation de leur approche à notre méthodologie de test d'impact. Ces auteurs ont établi un modèle de fracture "semi-fragile" qui relie un critère de finesse  $\zeta$  à un critère énergétique en  $V_s^2$ . Cette relation (15) fait intervenir les constantes mécaniques du matériau (densité  $\rho_s$ , dureté  $H_v$ , facteur intensité des contraintes critique  $K_c$ ), sa taille ( $d$ ) et une constante indépendante du solide étudié que l'on attribue aux conditions opératoires, soit principalement la typologie de l'impact.

$$\zeta = C \frac{\rho_s H_v V_s^2 d}{K_c^2} = C' V_s^2 \quad (15)$$

Dans un premier temps, on veut voir si le modèle peut s'appliquer à notre solide de référence: des billes de verre. Ensuite, si cela est possible, on veut déterminer la constante  $C$  du test. Ceci est très intéressant, car une fois celle-ci déterminée, le modèle permettrait de connaître immédiatement la finesse de broyage obtenue pour un impact d'énergie fixée! Cette approche est attirante, mais elle comporte de nombreux obstacles, dont le plus important reste la détermination des paramètres mécaniques de solides micrométriques.

### VIII.2. Définition du modèle

Pour utiliser le modèle de Ghadiri, il était a priori possible d'utiliser les trois critères de finesse définis dans notre méthodologie. Mais, le pourcentage de fines ne se révèle pas pertinent lorsque l'on étudie des particules de tailles trop différentes. Donc, seulement deux cas de figure ont été envisagés. Les relations (16) et (17) précisent l'utilisation soit de  $(di/df-1)$  soit de  $(a_s - asi)/asi$  comme critère de finesse, et  $(E_{sm} - E_{smo})$  comme critère énergétique.

$$\frac{di}{df} - 1 = C \frac{\rho_s H_v (E_{sm} - E_{smo}) d_m}{K_c^2} \quad (16)$$

$$\frac{(a_s - asi)}{asi} = C \frac{\rho_s H_v (E_{sm} - E_{smo}) d_m}{K_c^2} \quad (17)$$

Les deux relations ont donc la forme générale (18).

$$\zeta = \alpha (E_{sm} - E_{smo}) \quad (18)$$

avec :

$$\alpha = C \frac{\rho_s H_v}{K_c^2} d_m \quad (19)$$

qui permet de déterminer  $C$  :

$$C = \alpha \frac{K_c^2}{\rho_s H_v d_m} \quad (20)$$

### VIII.3. Impact des billes de verre

Le tableau 3.12. rassemble les données d'impact des billes de verre du paragraphe II.4 : les coefficients de proportionnalité  $\alpha$  des relations (16) et (17) déterminés à partir des points expérimentaux.

Coupe ( $\mu\text{m}$ )	$d_m$ ( $\mu\text{m}$ )	$\alpha$ (di/df-1) (kg/kJ)	$\alpha$ (as/asi-1) (kg/kJ)
[70-110]	103	0,12	112
[90-150]	129	0,11	142
[300-400]	351	0,2	186
[425-850]	555	0,38	775

Tableau 3.12. : Linéarisation des profils de rupture pour le verre

Le tracé de  $\alpha$  en fonction de la taille  $d_m$  de la coupe permet d'obtenir les relations (21) et (22) où  $d_m$  s'exprime en mètre.  $\alpha$  est le coefficient de proportionnalité qui fixe le critère de finesse pour une énergie d'impact.

$$\alpha \text{ (di/df-1)} \equiv 671,03 \text{ } d_m \quad [R^2 = 0,90] \quad (21)$$

$$\alpha \text{ (as/asi-1)} \equiv 1,15 \cdot 10^6 \text{ } d_m \quad [R^2 = 0,78] \quad (22)$$

Les résultats fournissent une linéarisation peu importante. Néanmoins, le choix de di/df-1 donne dans le cas présent une meilleure concordance avec le modèle. Deux hypothèses peuvent être avancées. Soit, le modèle développé n'est pas adapté à notre gamme de solide, de taille et de vitesse. Soit, les coupes de billes de verre sont trop grandes et le comportement déterminé est biaisé par rapport au diamètre moyen de cette coupe. Une détermination plus rigoureuse devra être faite à partir de coupes plus resserrées pour confirmer ou infirmer l'approche.

Finalement, avec  $K_c = 0,754 \text{ MN/m}^{3/2}$ ,  $H_v = 4,25 \text{ GPa}$  et  $\rho_s = 2460 \text{ kg/m}^3$  les constantes d'impact sont déterminées pour chaque critère de finesse ((23) et (24)). Précisons ici que la pertinence de ces constantes découle directement de la connaissance précise des caractéristiques mécaniques du verre (données par le producteur) : le facteur d'intensité des contraintes  $K_c$  et la dureté Vickers  $H_v$ . Ils interviennent dans la relation (20) avec un effet très important. Une grande incertitude sur ces deux paramètres occasionne une très grande fluctuation sur la détermination de C. Si ces deux paramètres étaient déterminés à 5%, l'incertitude sur C atteindrait 15% ! Par ailleurs on a considéré  $K_c$  indépendant de la taille dans la gamme [70-850  $\mu\text{m}$ ]. Rigoureusement il faudrait connaître  $K_c$  pour chaque coupe...d'où l'intérêt de travailler sur des coupes resserrées. En conclusion, ce paragraphe

ne donne qu'un aperçu de ce qui pourrait être fait à long terme. Cette étude préliminaire ne doit être comprise que comme la première étape de l'étude.

$$C (di/df-1) \cong 36 \text{ kg/kJ/m} \quad (23)$$

$$C (as/asi-1) \cong 62299 \text{ kg/kJ/m} \quad (24)$$

#### VIII.4. Conclusion

La vérification, à l'aide d'un autre solide, des constantes d'impact déterminées avec les billes de verre sera la prochaine étape de l'étude. Mais, le problème majeur reste la connaissance de  $K_c$  et de  $H_v$ . Un calcul de  $C$  reposant sur les valeurs trouvées dans la littérature donne de très grands écarts. Ainsi pour le sel étudié, on obtient des valeurs de  $C(di/df-1)$  de 58 à 771 kg/kJ/m. Pour le polyamide, les fluctuations sont encore plus importantes : de 644 à 7903 kg/kJ/m ! La poursuite de l'étude devra s'attacher à la détermination précise des caractéristiques mécaniques des solides.

Il reste à savoir si le modèle peut s'appliquer à nos matériaux et à notre gamme de taille et de vitesse et si le modèle prend en compte tous les paramètres déterminants. Par ailleurs, le modèle pourrait très bien fonctionner pour un seul type de solide, ce qui limiterait l'intérêt de l'approche.

## *CONCLUSIONS GENERALES*



Si l'on veut caractériser de façon satisfaisante le comportement en fragmentation d'un solide, il faut nécessairement avoir recours à deux installations de test : une en compression et une en impact. Ce travail s'est attaché à la description d'un test élémentaire d'impact sur cible.

Le test développé permet de caractériser le comportement de matériaux pulvérulents dans une gamme étendue de taille et de vitesse avec minimisation de l'influence des paramètres opératoires. Ainsi, on caractérise le solide seul et non le couple (solide-installation). Jusqu'à présent, trois types de comportement ont été mis en évidence : fragile (verre, polyamide, sable et sel), complexe ( $\text{Al}(\text{OH})_3$ ) et ductile (PMMA). Les résultats d'impact unique sont en accord avec la littérature : on observe une évolution linéaire entre les critères de finesses (taux de réduction de taille, surface spécifique, taux de fines) et le carré de la vitesse incidente des particules, c'est-à-dire l'énergie cinétique d'impact. Une classification est obtenue à l'aide de profils de rupture, reliant les critères de finesses aux critères énergétiques. Une comparaison qualitative, mais aussi quantitative est possible grâce à la définition de paramètres de fragmentation : le seuil d'attrition  $V_{so}$  et une broyabilité  $p$  exprimée en création de surface par unité d'énergie.

Outre l'influence de la nature du matériau, l'influence de la taille est étudiée pour du verre et deux polymères. Les résultats sont reliés à la théorie de Hertz et donnent accès à la détermination du coefficient de Weibull pour ces solides. Ce coefficient est très intéressant car il intervient dans la relation qui lie la contrainte à la rupture au volume du matériau.

L'étude du multi-impact montre qu'un solide n'est généralement pas broyé identiquement s'il reçoit une énergie donnée en un ou plusieurs impacts. On observe aussi une stagnation de l'efficacité de broyage après 4 ou 5 impacts. Ces résultats sont discutés avec une approche efficacité d'impact et barrière de potentiel. A chaque impact d'une population de particules, on ne transmettrait pas toute l'énergie à la totalité de la population. Par ailleurs, à un seuil énergétique donné, il correspondrait un nombre fini de liaisons cassables.

Quant au PMMA, bien que théoriquement caractérisé par un comportement ductile, il est finalement broyé après 5 impacts successifs. Un mécanisme de fatigue expliquerait le phénomène. Finalement, la comparaison avec la littérature confirme une transition fragile-ductile pour ce solide.

Une application directe du test est fournie avec l'étude de l'influence du procédé de fabrication d'hydrargillites et d'alumines. Différentes approches sont utilisées pour caractériser l'influence de la morphologie et l'influence de la calcination. Une structure

mosaïque se révèle généralement plus résistante en terme de seuil d'attrition que la structure radiale. Il n'y a pas par contre de lien direct entre la morphologie externe et la propriété d'autosimilarité. Il n'y en a pas plus avec l'état d'hydratation du solide. Quant à la calcination, parfois elle renforce le solide, parfois elle le fragilise. Par contre, lorsqu'une hydrargillite est autosimilaire, elle perd sa propriété au cours de la calcination. Mais aussi, inversement, si une hydrargillite calcinée est autosimilaire, l'hydrargillite mère ne possède pas nécessairement la propriété.

Le développement d'un outil morphologique permet de quantifier la morphologie externe de tout solide. Même si le comportement d'un matériau dépend surtout de sa structure interne, la structure externe peut être un paramètre pertinent pour caractériser une classe de solide donné.

Une comparaison de nos résultats de seuil d'attrition est menée en liaison avec la morphologie des hydrargillites et alumines. La caractérisation morphologique ne permet pas d'aboutir à un lien direct avec le seuil d'attrition, mais une tendance est bien visible pour chaque catégorie "hydrargillite" ou "alumine". Plus la simplicité d'une structure est petite, plus elle est résistante.

Nos résultats ont également été comparés au test industriel Forsythe qui fournit un indice d'attrition. Aucune relation n'est observée ni avec nos seuils d'attrition, ni avec les quantificateurs morphologiques. L'explication réside dans la complexité des interactions dans le test industriel qui font intervenir non seulement un seuil d'attrition mais aussi un critère de comportement au-delà de ce seuil.

Finalement, notre test est confronté à un modèle de la littérature. Les résultats préliminaires fournissent une constante qui relie le critère de finesse à l'énergie cinétique d'impact. Cette "constante d'impact" caractériserait surtout la typologie de l'impact dans notre installation. Le modèle devra être confirmé dans la suite.

En résumé, le test développé permet d'apporter non seulement une information pratique (classification pour un événement élémentaire d'impact maîtrisé), mais aussi une information plus fondamentale (mécanismes en lien avec la structure). L'installation possède en outre des qualités d'adaptabilité qui seront exploitées dans le cadre d'étude à venir de l'impact entre deux jets diphasiques, de l'influence de la forme de la cible, de l'humidité, de la température... Par ailleurs, les différents axes suivants seront développés : simulation informatique, augmentation des outils de caractérisation : mécanique, morphologique et cristallographique.

*REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES*

## RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- ALLEN T.** Particle size measurement. Chapman & Hall (1997). ISBN 0-412-75350-2.
- ARCHARD J.F.** J. Appl. Phys., 24 (1953) 981.
- ARTEAGA P.A., GHADIRI M.** Application of nanoindentation to assess the attrition propensity of particulate solids. Proceedings of Symposium on attrition and shear. Powder Technology, 12-14 Oct. 1992. Utrecht, The Netherlands, pp 4-10.
- BELL Timothy A., BOXMAN Arthur, JACOBS Jeroen B.** Attrition of salt during pneumatic conveying. 5th World Congress of Chemical Engineering. 2nd International Particle Technology Forum. July 14-18 1996, San Diego, California, USA. Proceedings Vol. V; pp 238-243.
- BELTAOS S., RAJARATNAM N.** Plane turbulent impinging jets. Journal of hydraulic research, 11, 1 (1973) 29-59.
- BEMROSE C.R., BRIDGWATER J.** A review of attrition and attrition test methods. Powder Technology, 49 (1987) 97-126.
- BOND F.C.** The third theory of comminution. Mining Engineering Trans. AIME.193 (1952) 484-494.
- BOND F.C.** Crushing and grindability calculations. Brit. Chem. Eng. Part I, 6(6) (1961) 378-385, Part II, 6(8) (1961) 543-548.
- CASTEL B.** Les alumines et leurs applications. Editions Nathan 1990. ISBN 209-288-454-9
- CHOUTEAU N.** Caractérisation de l'attrition par des tests comparés d'impact et de cisaillement. Thèse de doctorat de l'Université de Technologie de Compiègne (1997).
- CLEAVER J.A.S., GHADIRI M., ROLFE N.** Impact attrition of sodium carbonate monohydrate crystals. Powder Technology, 76 (1993) 15-22.
- FULLER K.N.G., FOX P.G., FIELD J.E.** The temperature rise at the tip of fast moving cracks in glassy polymers. Proceedings of the Royal Society of London, A341, 537-557 (1975) .
- GHADIRI M., ARTEAGA P., CHEUNG W.** Impact attrition of particulate solids. Proceedings of Second World Congress PARTICLE TECHNOLOGY. September 19-22, (1990), Kyoto, Japan.
- GHADIRI M., ZHANG Z.** Impact attrition of particulate solids. IFPRI report FRR 16-03. University of Surrey, U.K.(1992).
- GHADIRI M., PAPADOULOS D.G.** Influence of material properties on attrition and comminution of particulate solids. IFPRI annual meeting report. Goslar, June 1994.
- GHADIRI M., PAPADOULOS D.G.** Attrition of particulate solids. IFPRI annual report ARR 16-07, University of Surrey, June 1995.
- GRIFFITH A.A.** The phenomena of rupture and flow in solids. Phil Trans Roy Soc (London), Ser A, Vol 221 (1921) 163-198.

**GUIGON M.** Polycopié de cours de l'UTC : "MQ04" polymères (1994).

**HAGAN J.T.** Impossibility of fragmenting small particles : brittle-ductile transition. *Journal of Materials Science*, 16 (1981) letters 2909-2911.

**HARDGROVE R.M.** Grindability of coal, *Trans. ASME (Fuels and steam power)*, 54 (1932) 37-46.

**HERRMANN H.J., ROUX S.** (Editors). Statistical models for the fracture of disordered media. North Holland 1990. ISBN 0-444-88356-8

**HERTZ H.** *J. Math. (Crelle's J.)*, vol. 92, 1881.

**HOLMES J.A.** A contribution to the study of comminution : a modified form of Kick's law. *Trans. Inst. Chem. Engrs.* 35 (1957) 125-156.

**HUKKI R.T.** *Trans AIME*, 220, 403, 1961.

**HUTCHINGS I.M., WINTER R.E.** A simple small-bore laboratory gas-gun. *J.Phys.E.*, vol. 8, (1975) 84-86.

**HUTCHINGS I.M.** Mechanisms of wear in powder technology : a review. *Powder technology* , 76 (1993), 3-13.

**INGLIS C.E.** Stress in a plate due to the presence of cracks and sharp corners. *Proc. Inst. Naval Arch.* (1913).

**JIMBO G., ZHAO Q.Q., YOKOYAMA T., TANIYAMA Y.** The grinding limit and the negative grinding phenomenon. Second World Congress PARTICLE TECHNOLOGY, Sept 19-22, 1990. Kyoto, Japan. Proceedings pp 123-128.

**JIMBO G., YOKOYAMA T.** Limit fineness of fine powder product by mechanical comminution process. *Rapport annuel IFPRI 1992*. Université de Nagoya, Japon.

**JOWETT A., van der WAERDEN M.** Adaptation of a simple impact hardness test for application to iron ores and associated rocks. *Powder Technology*, 32 (1982) 9-19.

**KANDA Y., SANO S., YASHIMA S.** A consideration of grinding limit based on fracture mechanics. *Powder Technology*, 48 (1986) 263-267.

**KENDAL K.** The impossibility of comminuting small particles by compression. *Nature*, vol 272, 20 avril 1978 , pp 710-711.

**KICK F.**, The laws of proportional resistance and their applications. Leipzig (1885). Verlag von Arthur Felix.

**KINLOCH A.J., YOUNG R.J.** Fracture behaviour of polymers. Applied Science Publishers 1983. ISBN 0-85334-186-9.

**KROGH S.R.** Crushing characteristics. *Powder Technology*, 27 (1980) 171-181.

**KWONG J.N.S., ADAMS J.T., JOHNSON J.F., PIRET E.L.** *Chem Eng Prog* 45 (1949) 508

**LAITONE J.A.** Aerodynamic effect in the erosion process. *Wear* 56 (1979) 239-246.

**LAWN B.R., MARSHALL D.B.** Hardness, toughness and brittleness : an indentation analysis. *Journal of the American Ceramic Society*. Vol.62, n°7-8, July-August **1979**, pp347-350.

**LECOQ O., CHOUTEAU N., MEBTOUL M., LARGE J.F., GUIGON P.** Fragmentation by high velocity impact on a target : a material grindability test. Article soumis à *Powder Technology* Avril **1997**.

**LESCHONSKI K., MENZEL U.** Experimental investigations on single plate fluid energy milling. *Proceedings of First World Conference on Particle Technology*, Vol 2 (**1988**) 297-323.

**MARCANT S.** Mécanismes d'interaction entre un jet gazeux chargé de particules et une surface solide, en vue du dépôt de couches minces sur verre chaud. Thèse de doctorat de l'INPL. (**1991**) .

**MARSHALL V.C.** Comminution by impact. *Proceedings of Powtech'71: International Powder Technology and Bulk Granular Solids Conference*, (**1971**) 123-127.(Ch.1.IV.1)

**MARTIN H.** Heat and mass transfer between impinging gas jets and solid surfaces. *Advances in heat transfer*, 13 (**1977**) Academic press, New-York.

**MEBTOUL M.** Etude du broyage fin au moyen d'un test d'impact à grandes vitesses. Thèse de doctorat de l'Université de Technologie de Compiègne (**1994**).

**MEBTOUL M., LARGE J.F. GUIGON P.** High velocity impact of particles on a target. An experimental study. *Int. J. Miner. Process.*, 44-45 (**1996**) 77-91.(Ch.1.IV.2)

**MIDOUX N.** Les opérations unitaires du génie chimique. Polycopié de cours. ENSIC **1993**.

**MILITZER J., SHAKOURZADEH K., HEBB JP., JOLLIMORE G.** Solid particle velocity measurements. *Fluidization VII*, Australia, Ed. Potter-Nicklin (**1992**) 763-769.

**Norme Internationale ISO 5074 - 1980.** Houille - Détermination de l'indice de broyabilité Hardgrove.15 Octobre **1980**.(Ch.1.VI.1)

**NOSSEIR N.S.** Impinging jets. *Encyclopedia of fluid mechanics*. Gulf Publishing Company, Paris (**1986**).

**OKUDA S., CHOI W.** Grinding characteristics of target type fluid energy mill. *Journal of Chemical Engineering of Japan*, Vol 13, 13 (**1980**) 219-225.

**PONS M-N., BELAROUY K., VIVIER H., LECOQ O., GUIGON P.** Characterization of hydrargillite particles in relation with their grindability. Pour le prochain World Congress Powder Technology **1998**.

**PRASHER C.L.** *Crushing and grinding process handbook*. John Wiley & Sons Ltd. **1987**. ISBN 0-471-10535-X.

**PRIEMER J.** Untersuchugen zur Prallzerkleinerung von Einzelteilchen. Thèse de l'Université de Karlsruhe (**1964**).

**PUTTICK KE, BADRICK A.S.T.** The mechanical breakdown of sodium chloride crystals. *Chemical Engineering Science*, vol 42, n°4, (**1987**) 855-868.

## *BIBLIOGRAPHIE*

---

**RHODES M.J.** (Editor). Principles of Powder Technology. John Wiley and Sons Ltd. 1990. ISBN 0-471-92422-9.

von **RITTINGER P.R.** Lehrbuch der aufbereitungskunde, Berlin (1867).

**ROBERTS R.J.** Mechanical properties of pharmaceutical materials. ?

**ROLLAND T., PONS M-N., VIVIER H., THOMAS A., DODDS J.A., GUIGON P., LECOQ O.** Quantitative analysis of particle shape during grinding : application to hydrargillite. 5th World Congress of Chemical Engineering. 2nd International Particle Technology Forum. July 14-18 1996, San Diego, California, USA. Proceedings Vol. V; pp 271-276.

**RUMPF H.** Die Einzelkornzerkleinerung als Grundlage einer technischen Zerkleinerungswissenschaft. Chemie Ing. Tech. 37 (1965) N°3.

**RUMPF H.** Physical aspects of comminution and new formulation of a law of comminution. Powder Technology, 7 (1973) 145-159.

**SCHÖNERT K.** Role of fracture physics in understanding comminution phenomena. AIME Transactions, vol. 252, March 1972, 21-26.

**SCHÖNERT K.** Physical and technical aspects of very and micro fine grinding. Second World Congress in Particle Technology, Kyoto, Japan 1990, 257-271.

**SCHÖNERT K.** The influence of particle bed configurations and confinements on particle breakage. 8th European Symposium on Comminution, vol. I. May 17-19, 1994, Stockholm, Sweden.

**SCHÖNERT K.** Test devices for comminution. IFPRI final report FRR-05-09. May 1995 .

**SHIPWAY P.H., HUTCHINGS I.M.** Attrition of brittle spheres by fracture under compression and impact loading. Powder Technology, 76 (1993) 23-30.

**SHOCKEY D.A., CURRAN D.R., SEAMAN L., ROSENBERG J.T., PETERSEN C.F.** Fragmentation of rock under dynamic loads. Int. J. Rock. Mech. Sci., 11 (1974) 303-317.

**SOO S.L.** Particulate and continuum multiphase fluid dynamics. Hemisphere publishing corporation (1989). ISBN 0-89116-918-0

**SWALLOWE G.M., FIELD J.E., HORN L.A.** Measurements of transient high temperatures during the deformation of polymers. Journal of Material Science, 21 (1986) 4089-4096.

**LES TECHNIQUES DE L'INGENIEUR.** Monographies : traité plastiques (1984).

**TIMOSHENKO S.P.** Theory of elasticity. McGraw Hill, 3è édition, 1987.  
ISBN : 0-07-064720-8

**TROTIGNON J.P., VERDU J., PIPERAUD M. et DOBRACZYNSKI A.** Précis de matières plastiques. 4è édition. AFNOR. NATHAN. 1982. Nathan  
ISBN 2-09-194018-6.

## BIBLIOGRAPHIE

---

**VAN DEN BOS A.J.M.** The effect of material properties on the grinding efficiency of a jet mill. Université de Technologie de Delft. Décembre **1994**.

**VAN RHEE J.C.M.** Breakage behaviour and flow patterns in jet mills. Graduation thesis de l'Université de Technologie de Delft. Mars **1996**.

**VEESLER S., BOISTELLE R., LAMERANT J.-M., PHILIPPONEAU G.** Attrition of hydrargillite ( $\text{Al}(\text{OH})_3$ ) : mechanism and quantification of particle fragility by a new attrition index. Powder Technology, 75 (**1993**) 49-57.

**VERVOORN P.M.M., AUSTIN L.G.** The analysis of repeated breakage events as an equivalent rate process. Powder Technology, 63 (**1990**) 141-147.(Ch1.IV.1.).

**WARD I.M.** Mechanical properties of solid polymers. (**1971**) John Wiley & Sons. ISBN 0-471-90011-7.

**WEICHERT R.** Review of size reduction and comminution research at the university of Karlsruhe. Rapport IFPRI SAR 012-06 Mai **1989**.

**WEICHERT R.** Fracture physics in comminution. 7th European symposium comminution, Ljubljana. June 12-14 **1990**.

**WEICHERT R., SCHÖNERT K.** On the temperature rise at the tip of a fast running crack. J. Mech. Phys. Solids, vol.22 (**1974**) 127-133.

**WEICHERT R., SCHÖNERT K.** Heat generated at the tip of a moving crack. J. Mech. Phys. Solids, vol.26 (**1978**) 151-161.

**YASHIMA S., KANDA Y., SANO S.** Relationships between particle size and fracture energy or impact velocity required to fracture as estimated from single particle crushing. Powder Technology, 51 (**1987a**) 227-282.

**YASHIMA S., SAITO F., HASHIMOTO H.** Crushing behaviour of single particle under a wide range of loading rates and its singularity under impact loading of duration comparable to particle's natural period. Journal of Chemical Engineering of Japan, vol.20, n°3 (**1987b**) 257-264.

**ZHAO Q.Q., JIMBO G., KANEKO K.** Effect of material properties on the limit of grinding : link single particle breakage with real grinding. 5th World Congress of Chemical Engineering. 2nd International Particle Technology Forum. July 14-18 **1996**, San Diego, California, USA. Proceedings Vol. V; pp187-191.



*ANNEXES*

## ANNEXE 1 : Caractérisation du solide à broyer

### 1. Propriétés morphologiques

Avant d'étudier la comminution d'un solide donné, il convient de définir ses principales caractéristiques géométriques pour observer leur évolutions.

S'il est relativement simple de caractériser une particule unique, en revanche la caractérisation d'une population de grains se révèle plus ardue.

#### 1.1. Particule unique

La dimension linéaire caractéristique est un paramètre morphologique essentiel, mais il est impossible de définir un diamètre "classique" pour une particule qui a une forme tout à fait irrégulière.

On définit alors différents diamètres équivalents qui peuvent se classer en trois groupes selon la dimension de représentation, tri, bi ou mono dimensionnelle :

- \* diamètre de sphère équivalente ( même volume, surface ... ) ;
- \* diamètre de cercle équivalent (même surface projetée, même périmètre...);
- \* diamètre statistique ( Feret, Martin ... ) .

Un tableau des différentes définitions est donné dans le tableau A1.1.

Une autre caractérisation qui permet d'affiner la description granulométrique, concerne la forme de la particule. On définit alors des facteurs de sphéricité, des indices d'allongement, d'aplatissement. Les définitions sont également données sur la figure A1.1.

#### 1.2 Population de grains

Lorsqu'on doit représenter une population de différents grains, on se trouve en présence d'une distribution de taille, on est alors amené à utiliser des caractéristiques moyennes. Quelques définitions de diamètres statistiques sont données dans le tableau A.1.2.

Il reste évidemment à choisir la représentation adaptée à chaque situation. L'analyse en masse (ou en volume, respectivement en surface) prend en compte l'importance de la masse (ou volume, respectivement la surface) de chaque particule. Chaque particule a une influence sur la moyenne qui est proportionnelle à son poids (ou volume, ou surface). Ainsi, les grosses particules auront plus "de poids" dans la moyenne que les petites. Dans l'analyse en nombre, ce n'est plus le cas. Toute les particules sont prises en compte avec la même importance.

ANNEXE 1 : Caractérisation du solide à broyer

Symbole	Nom	Définition : propriété équivalente d'une sphère
$d_v$	Volume	de même volume que la particule
$d_s$	Surface	de même surface
$d_{sv}$	Surface-volume	de même rapport surface/volume
$d_d$	Aérodynamique	de même résistance au mouvement (même fluide, même vitesse)
$d_f$	Chute libre	de même vitesse de chute libre (même fluide, même densité de particule)
$d_{St}$	Stokes	de même vitesse de chute libre dans le domaine de Stokes (régime laminaire)
$d_l$	Laser	de même interaction laser-particule
$d_A$	Tamis	qui passe à travers la même maille carrée

Symbole	Nom	Définition : propriété équivalente d'un cercle
$d_a$	Surface projetée 1	de même surface projetée si la particule est en position stable
$d_p$	Surface projetée 2	de même surface projetée si la particule est dans une position quelconque aléatoire
$d_c$	Périmètre	de même périmètre que la surface projetée de la particule

Symbole	Nom	Définition
$d_F$	Feret	distance entre deux droites parallèles tangentes au contour de la surface projetée de la particule dans une direction donnée
$d_M$	Martin	longueur de la corde, parallèle à une direction donnée, qui coupe la surface projetée de la particule en deux
$d_R$	Corde	longueur de la corde, parallèle à une direction donnée, qui passe au centre de la surface projetée de la particule

Tableau A1.1. : Définitions de diamètres (Allen 1997)

## ANNEXE 1 : Caractérisation du solide à broyer

### Facteurs de sphéricité

$$\psi_V = \frac{\text{Surface de la sphère de même volume que le grain}}{\text{Surface du grain}}$$

$$\psi_A = \frac{\text{Volume de la sphère de même surface que le grain}}{\text{Volume du grain}}$$

$$\psi_P = \begin{cases} \frac{\text{Surface de la sphère de même surface spécifique que le grain}}{\text{Surface du grain}} \\ \frac{\text{Volume de la sphère de même surface spécifique que le grain}}{\text{Volume du grain}} \end{cases}$$

avec la relation :

$$\psi_V^3 = \psi_P = \frac{1}{\psi_A^2}$$

On peut vérifier que les nombreux et divers facteurs de sphéricité (appelés encore "facteurs de forme") rencontrés dans la littérature technique s'identifient à l'un de ces trois facteurs, ou à des combinaisons de ces facteurs.

#### REMARQUE :

Par comparaison avec le diamètre de surface projetée, on définit de même un facteur de sphéricité :

$$\psi_c = \frac{\text{Volume de la sphère de même surface projetée que le grain}}{\text{Volume du grain}}$$

$$\psi_c = \frac{\pi}{6V} \left( \frac{\Omega}{\pi} \right)^{3/2} = 0,094 \frac{\Omega}{V}^{3/2}$$

### Indices d'allongement et d'aplatissement

Jusqu'à présent, l'écart à la sphéricité était caractérisé par un seul paramètre :

Si on veut une description plus précise du solide, il faut deux paramètres : c'est-à-dire par exemple les longueurs relatives des 3 axes principaux d'un ellipsoïde

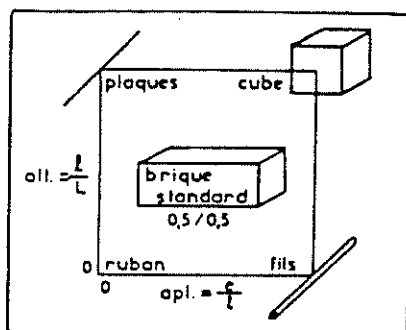


Fig. 1.3.

PAVILLON a proposé de représenter la forme d'un solide par un parallélépipède dans le diagramme carré ci-contre où sont portés :

L'indice d'allongement :

$$\frac{l}{L} = \frac{\text{largeur}}{\text{longueur}}$$

L'indice d'aplatissement :

$$\frac{e}{l} = \frac{\text{épaisseur}}{\text{largeur}}$$

Figure A1.1. : Facteurs de sphéricité, d'allongement et d'aplatissement (Midoux 1993)

P	q	Symbole	Calcul	Dénomination	Utilisation
1	0	$d_{10}, d_{an}$	$\sum f_i d_i$	moyenne arithmétique en nombre	Comparaison, évaporation
2	0	$d_{20}, d_{as}$	$\left[ \sum f_i d_i^2 \right]^{1/2}$	moyenne en surface et en nombre	Absorption, dissolution
3	0	$d_{30}, d_{av}$	$\left[ \sum f_i d_i^3 \right]^{1/3}$	moyenne en volume et en nombre	Comparaison, hydrologie, atomisation
2	1	$d_{21}$	$\frac{\sum f_i d_i^2}{\sum f_i d_i}$	moyenne en surface et en longueur	Absorption
3	1	$d_{31}$	$\left[ \frac{\sum f_i d_i^3}{\sum f_i d_i} \right]^{1/2}$	moyenne en volume et en longueur	Evaporation, diffusion moléculaire
3	2	$d_{32}, d_S$	$\frac{\sum f_i d_i^3}{\sum f_i d_i^2}$	moyenne en volume et en surface (SAUTER)	Efficacité de transfert
4	3	$d_{43}, d_{DB}$	$\frac{\sum f_i d_i^4}{\sum f_i d_i^3}$	moyenne en volume ou en poids	Combustion

Tableau A1.2.. : Définitions de diamètres statistiques (Midoux 1993)

La représentation des distributions granulométriques se fait sous forme d'histogrammes de répartition ou sous forme de fréquence cumulée qui permettent de définir des caractéristiques graphiques : diamètre médian (diamètre à 50% de la distribution granulométrique cumulée), mode (diamètre le plus représenté).

### 1.3. Les fonctions de distributions

Il existe des modèles mathématiques qui permettent de simplifier et de condenser l'information complexe des distributions en deux ou trois paramètres. La représentation est plus fine qu'avec un diamètre moyen. Les plus courantes sont présentées ci-dessous. En fait le choix de l'une ou l'autre se fait en général empiriquement en fonction du type de solide et du type d'appareillage utilisé (Midoux 1993).

#### 1.3.a) Distribution normale

Un certain nombre d'opérations qui fournissent des particules qui croissent avec le temps (cristallisation, produit de sublimation) présentent une distribution de dimension symétrique qui peut être représentée par une loi normale.

$$R = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} \exp\left[-\frac{(d - dm)^2}{2\sigma^2}\right]$$

avec R : la fréquence relative, Rc : la fraction cumulée, dm : la moyenne arithmétique,  $\sigma = (d_2 - d_1) / 2$ , Rc(d1) = 0,8413 et Rc(d2) = 0,1587.

#### 1.3.b) Distribution log-normale

De nombreux produits obtenus par broyage ou par électrolyse (poudres métalliques), présentent une distribution de taille dissymétrique avec un maximum repoussé à gauche de la moyenne. Il est souvent possible de retourner à une distribution normale en utilisant des coordonnées logarithmiques.

$$R' = \frac{1}{\sigma' d \sqrt{2\pi}} \exp\left[-\frac{(\ln(d) - \ln(d'))^2}{2(\ln(\sigma'))^2}\right]$$

avec R' = dRc/dLnd,  $\ln\sigma' = (\ln d_2 - \ln d_1) / 2$ ,  $\ln(d')$  : moyenne des Ln(d), Rc(d2)=0,8413 et Rc(d1)=0,1587.

#### 1.3.c) Loi de Gaudin-Schuhmann (1926-1940)

Cette loi est présente dans de nombreux domaines dont la minéralurgie.

$$Rc = (d/k)^m$$

Cette équation donne dans un plan (Ln-Ln) une droite. m est la pente et k est la taille extrapolée, à partir de cette droite à 100% de passant. k est appelé le module de la distribution. m caractérise la dispersion granulométrique du lot analysé. Plus m est élevé,

plus la distribution granulométrique est resserrée. Ces deux paramètres sont caractéristiques des conditions de broyage et de la nature du matériau.

### 1.3.d) Loi de Rosin-Rammler (1930)

Pour décrire la fragmentation des charbons, comme celle des minéraux, on utilise souvent la loi suivante :

$$R_c = 1 - \exp(-(d/d_1)^m)$$

Si elle est représentée sur des axes ( $\ln \ln(1/(1-R_c)) - \ln d$ ), elle donne une droite de pente  $m$ , qui caractérise la dispersion granulométrique. Le terme  $d_1$  représente la taille pour laquelle 63,2% des particules ont un diamètre inférieur à cette taille  $d_1 = d_{63,2}$ .

### 1.3.e) Loi de Harris (1968)

Parmi les équations à trois paramètres, citons celle de Harris qui fait intervenir  $r$ ,  $s$  et  $d_{100}$  :

$$R_c = 1 - \left[ 1 - \left( \frac{d}{d_{100}} \right)^s \right]^r$$

$s$  détermine la forme de la courbe dans le domaine des faibles granulométries,  $r$  celle des grossières.  $d_{100}$  est la taille pour laquelle on obtient 100% de passant.

## 2. Propriétés physiques et mécaniques

Outre ses dimensions, son facteur de forme, sa structure interne et son état de surface, il est intéressant également de préciser quel est le comportement du solide face à une déformation mécanique. Les courbes de traction obtenues à partir de tests classiques permettent de définir des propriétés inhérentes au matériau : domaine de déformation élastique, contrainte à la limite d'élasticité, contrainte au seuil d'écoulement haut ("yield stress"), énergie de rupture (définie par l'aire comprise entre la courbe de traction et l'axe des allongements.) etc. La figure A1.2. rappelle ses notions.

La limite d'élasticité linéaire ( $F_N$ ) est définie par le point de décollement de la tangente à l'origine. La pente de cette tangente à l'origine est le module d'Young  $Y$  défini comme le coefficient de proportionnalité entre  $\sigma$ , la contrainte et  $\epsilon$  l'allongement relatif. Plus  $Y$  est petit, plus le matériau est élastique. Entre  $F_N$  et  $F_Y$ , le comportement est toujours élastique, mais plus linéaire. A partir de  $F_Y$  ("yield point"), le comportement devient plastique, non réversible et avec des phénomènes d'hystérésis.

Mais les courbes ci-dessous traduisent le comportement en traction ou compression uniaxiale, dans des tests standardisés. Dans la réalité, il y a souvent des dissymétries d'application de la charge (Herrmann 1990). Ainsi, les déformations dans un solide

apparaissent sous la forme d'un champ de vecteur tridimensionnel complexe. Cet aspect affecte également la fracture : on devra distinguer 3 modes d'application des contraintes sur une fissure (voir figure A1.3.).

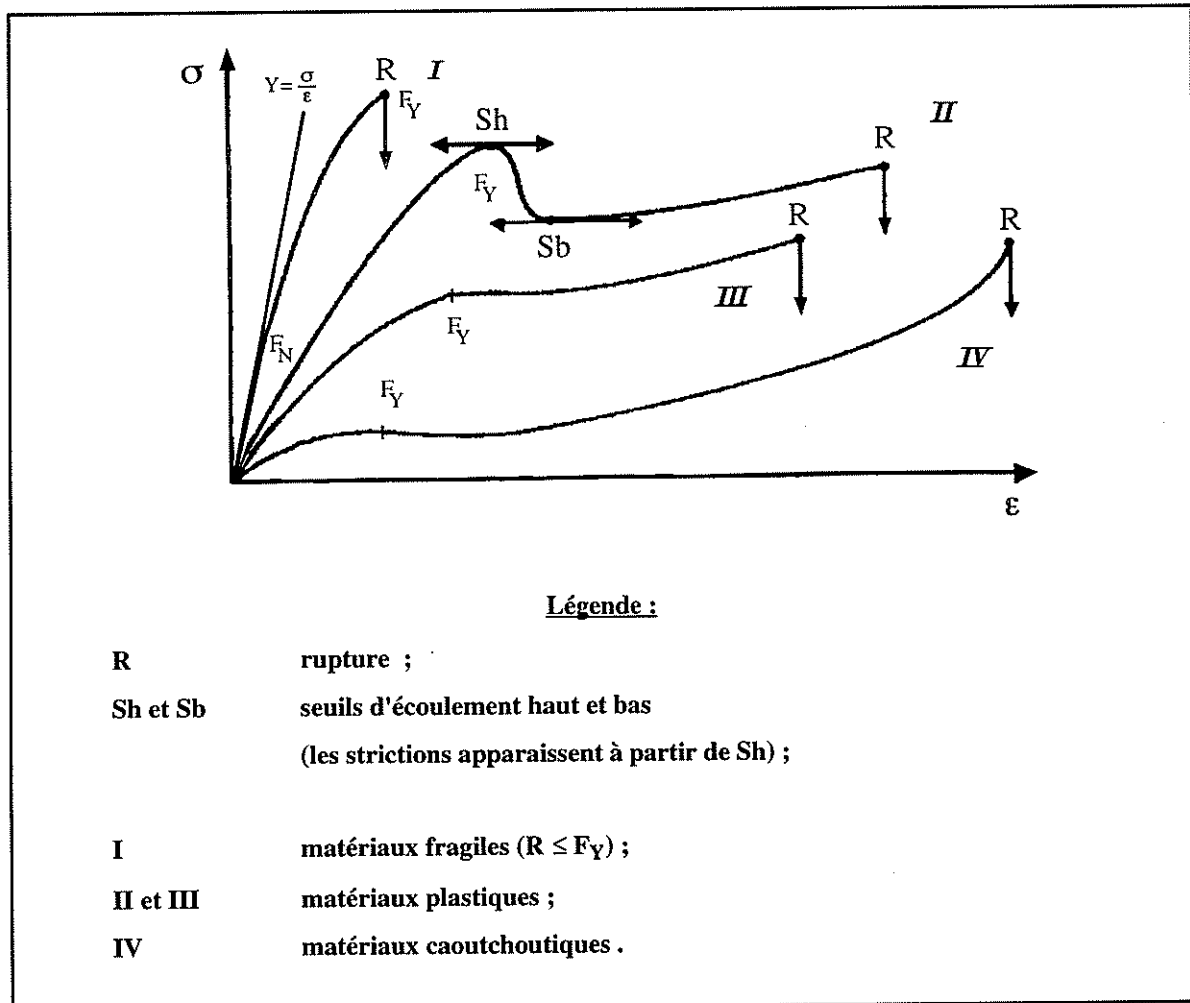


Figure A1.2. : Réseau de courbes de traction traditionnelles :  
évolution de la contrainte  $\sigma$  en fonction de l'élongation relative  $\epsilon$   
(Les Techniques de l'ingénieur 1984)

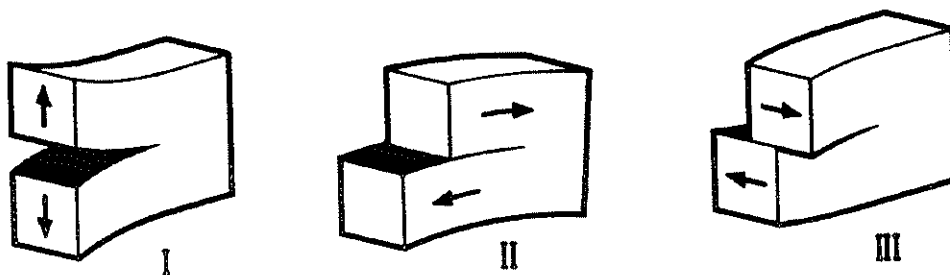


Figure A1.3.. : Modes d'application des contraintes (Herrmann 1990)



### **3. Notion de dureté et de ténacité**

La dureté est une propriété en relation directe avec la consommation d'énergie et avec l'usure du matériel. Mais elle n'influe pas vraiment sur la broyabilité. Par exemple les polyamides ont une dureté comprise entre 1 et 3 : ce sont des matériaux tendres et pourtant difficiles à broyer. Au contraire, le diamant très dur est relativement fragile. Il faut donc utiliser une autre notion pour parfaire la caractérisation.

La ténacité est la résistance qu'un matériau offre à la propagation des fissures. Dans les matériaux tenaces, une tension trop forte peut entraîner des déformations plastiques plutôt que la propagation de nouvelles fissures. La fragilité est le contraire de la ténacité. L'indice de Hardgrove caractérise la fragilité d'un produit. Malheureusement, il n'est pas utilisé pour les matières plastiques et la ténacité reste une notion assez floue.

## ANNEXE 2 : MECANISMES DE LA RUPTURE

### A. RUPTURE DE DIVERS MATERIAUX COMMUNS

#### 1. Introduction

Après une approche théorique du phénomène de la rupture grâce aux théories de Griffith et de Hertz, nous allons maintenant donner quelques éléments de compréhension de la fracture de trois grandes catégories de matériaux : le verre (matériaux type fragile), les minéraux et les polymères (Herrmann 1990).

#### 2. Rupture du verre

L'observation de la rupture du verre révèle qu'elle commence presque toujours en surface sous l'action de contraintes de compression. Autour du point de départ, on distingue une région "plate", la zone miroir, perpendiculaire à la direction de la contrainte. L'onde élastique, en franchissant le front de rupture, peut laisser derrière elle dans la zone miroir des rides appelées "lignes de Wallner". Une zone de brouillard délimite la zone miroir : elle ressemble à une succession de minuscules crevasses obliques au plan de fissuration. A partir de cette zone, la surface devient irrégulière, des fissures bifurquent, ce qui conduit parfois à l'éclatement de la particule. On atteint la zone de peignage ("hackle"). La taille et la forme de cette zone sont liées à la distribution des contraintes. La profondeur de la zone miroir quant à elle semblerait être grossièrement l'inverse du carré de la tension de rupture. La vitesse de propagation des fissures peut varier du simple à l'octuple.

#### 3. La rupture des roches et des minéraux

Les comportements rencontrés sont très variés. Par ailleurs, les résistances sont très influencées par la vitesse de propagation des fissures, l'humidité, la température, la pression et la typologie d'application des contraintes. D'autant plus que ces matériaux sont souvent très anisotropes : les hétérogénéités peuvent atteindre le cm. Au niveau microscopique, le défaut type entraîne la création et la propagation d'une fissure dans le mode I (annexe 1, figure A1.3.), par exemple au niveau des joints de grain, ou des plans de clivages intergranulaires. En se propageant à cause de déformation mécanique, la fissure laisse un profil de crevasses entortillées caractéristique de l'existence de contrainte de cisaillement. A plus grande échelle, la fracture en mode I conduit à un profil similaire à celui du verre. Et si la fissure a le temps de croître suffisamment, elle peut passer en mode II ou III. Le profil ressemble alors à des bandes de déformation ou à des fissures et microfissures en forme de plumes. La fracture des roches est généralement fragile, mais dans certaines conditions (très grandes pressions et températures), elle peut devenir ductile.

#### 4. Rupture des polymères

Contrairement aux roches, les polymères comme les métaux sont typiquement ductiles. Leur comportement dépend également d'un grand nombre de facteurs, dont le plus important est certainement la température. A basses températures, à une température inférieure à leur *transition vitreuse*  $T_v$ , le comportement face à une sollicitation est celui d'un solide rigide et dur, mais fragile (figure A2.1.). Dans le domaine de température compris entre la température de transition vitreuse et la température de fusion, les polymères se comportent différemment selon leur structure (figure A2.2.). Le mouvement des chaînes macromoléculaires permettent la manifestation de phénomènes d'élasticité chez les polymères amorphes et des phénomènes de fluage correspondant à la plasticité chez les polymères semi-cristallins. A plus grandes températures, le comportement peut devenir caoutchoutique : le polymère est alors capable de subir de très grandes déformations élastiques.

Un rétrécissement avec une importante élongation peut survenir chez les polymères sans qu'il y ait fracture. En effet, les chaînes peuvent s'orienter d'autant plus facilement que la température est élevée, et stabiliser le rétrécissement. Ainsi, la constriction se propage sans se rétrécir davantage. Des élongations de 300 à 1000% peuvent être observées.

Un autre facteur important est la vitesse d'application des contraintes, car les polymères sont généralement viscoplastiques. La résistance du matériau dépendra alors aussi de la rapidité de sa déformation.

Par ailleurs, la fracture du polymère s'accompagne souvent de craquelures : un réseau dense de fines fissures, perpendiculaire à la direction des contraintes (voir la partie B de cette annexe). Leurs apparitions pourraient s'expliquer par le phénomène de cavitation : l'apparition "spontanée" de vide. Il faut également signaler que les craquelures apparaissent avec les mêmes caractéristiques aussi bien chez les polymères amorphes que chez les cristallins.

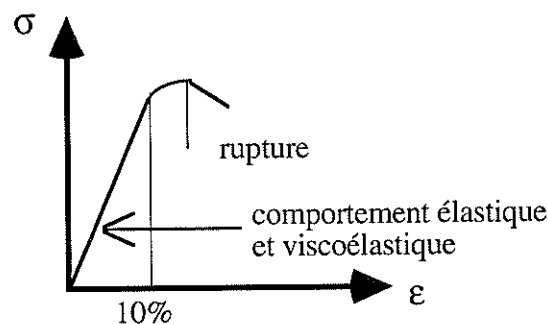


Figure A2.1. : Courbe de traction pour le verre ou pour un polymère si la température de ce dernier est inférieure à  $T_v$

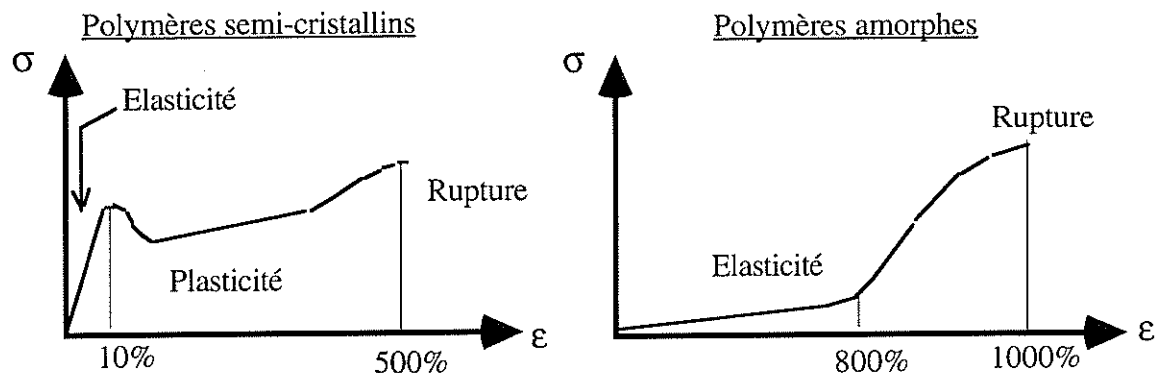


Figure A2.2. : Courbes de traction pour les polymères semi-cristallins et les polymères amorphes pour des températures comprises entre  $T_v$  et  $T_{\text{fusion}}$ .

En résumé, un comportement élastique ou plastique ne facilite pas le broyage : une grande partie de l'énergie est alors consommée pour déformer et non pour engendrer ou propager des fissures. Le broyage des polymères est donc absolument à éviter pour des températures comprises entre la température vitreuse et la fusion.

### 5. Critère énergétique de fracture

Dans le cas du verre, selon Griffith, l'énergie de rupture  $G_c$  est simplement égale à  $2\gamma_s$ , c'est-à-dire l'énergie nécessaire pour créer une surface unité de fissuration (Techniques de l'ingénieur 1984). Alors la contrainte critique est donnée par la relation suivante où  $2a$  est la longueur de la fissure et  $Y$  le module d'Young:

$$\sigma_c = \sqrt{\frac{Y\gamma_s}{\pi a}} \quad (\text{A2.1.})$$

Dans le cas des polymères, l'énergie de rupture  $G_c$  peut atteindre pour les matériaux à haute masse moléculaire des valeurs plus de dix milles fois supérieures à la simple énergie de surface, soit jusqu'à 10 kJ/m<sup>2</sup>. En fait l'énergie de rupture est alors la somme de trois termes:

- l'énergie de création des surfaces ;
- l'énergie de rupture des chaînes macromoléculaires ;
- l'énergie de déformation plastique du matériau, proche de la surface de rupture.

Le dernier terme est de loin le plus important des trois.

## B. ORIGINE ET PROPAGATION DES FISSURES

### 1. Introduction

Cette annexe n'a pas l'ambition de traiter extensivement de l'origine et de la propagation des fissures au sein des solides. Elle veut juste donner quelques éléments d'informations qui permettent de faire le lien entre les résultats du test d'impact et ce que l'on connaît dans le vaste et complexe domaine de la mécanique de la rupture.

### 2. Matériaux fragiles

Un matériau à rupture fragile possède un comportement assez bien connu. Idéalement, dès que les contraintes au sein du solide atteignent un niveau seuil, une fissure se crée et se propage complètement jusqu'à la fracture. Le verre est l'exemple type du matériau fragile. On a décidé de travailler avec des billes de verre comme solide de référence pour avoir un comportement et une forme de référence.

Hutchings et al (1993) proposent un modèle de fracture fragile ("brittle") dans le cas où la contribution des mécanismes associés aux déformations plastiques est minime. La figure A2.3. représente comment les fissures apparaissent dans un solide fragile soumis à une force en un point de sa surface. Au point de contact, de grandes contraintes apparaissent entraînant une déformation plastique (zone de densification locale(D)). Si la force appliquée dépasse une certaine valeur critique, les contraintes de compression créées dans le plan vertical conduisent à l'apparition d'une fissure axiale ("median vent") à partir de la zone de densification. La fissure se propage d'autant plus loin que la force appliquée est importante. Si l'intensité de la force décroît à partir de ce stade, la fissure axiale se referme sur elle-même. Les contraintes résiduelles élastiques dues à la relaxation de la zone déformée entraînent alors la formation et la croissance de fissures latérales ("lateral vent"). Leur propagation se fait vers la surface libre du solide quand la force s'annule.

Pour donner un ordre de grandeur de ce qui se passe dans une particule sphérique de verre de 700  $\mu\text{m}$  de diamètre, on observe au cours de l'établissement de contraintes des valeurs locales très importantes qui peuvent atteindre 2 Gpa (Shipway et al. 1993).

Dans ce modèle, la perte de matière due à l'application d'une contrainte ponctuelle limitée s'explique directement par la fissuration latérale (cas de l'abrasion ou de l'érosion).

Dans le cas de l'impact sur cible d'une particule, la force appliquée peut être très importante. La fissuration axiale créée dans la phase de compression du précédent modèle peut alors traverser totalement la particule.

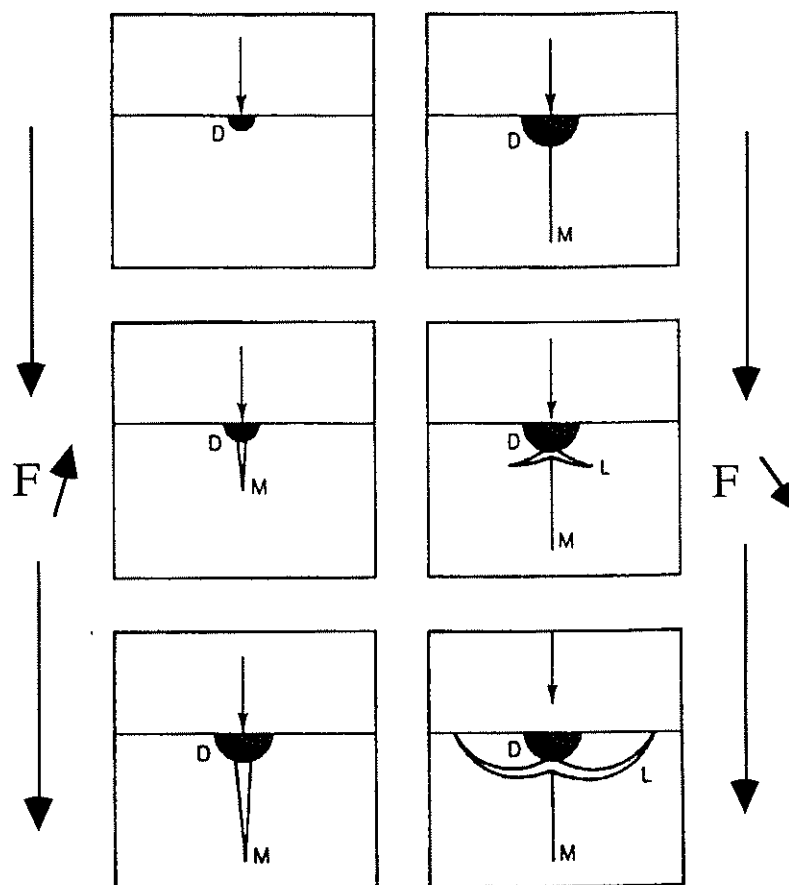


Figure A2.3. : Fissuration "fragile" quand la force normale augmente puis décroît (Hutchings et al. 1993)

La figure A2.4-1 met en parallèle le profil de rupture déterminé par la méthodologie du test d'impact et l'aspect de la fracture des particules. La figure A2.4-2 donne le schéma simplifié de différents types de fissure que l'on peut observer sur un sphère de verre impactée (tiré des observations au Microscope Electronique à Balayage).

Les fissures semblent provenir soit de la surface au niveau du contact bille-cible soit légèrement en dessous de ce point. On retombe sur les résultats de Hutchings et al. (1993). La fissuration se poursuit ensuite vers la surface de la particule, d'autant plus loin que l'énergie est importante. Pour de faibles vitesses, l'énergie apportée ne permet pas aux fissures de se propager sur de longues distances (a), la fissuration est radiale. Si l'énergie cinétique augmente (de b à d), le nombre de fissures augmente et celles-ci s'allongent, la fissuration est axiale. Il y a d'autant plus de fissurations multiples que l'énergie est grande. Le nombre de fragments observés est alors plus important.

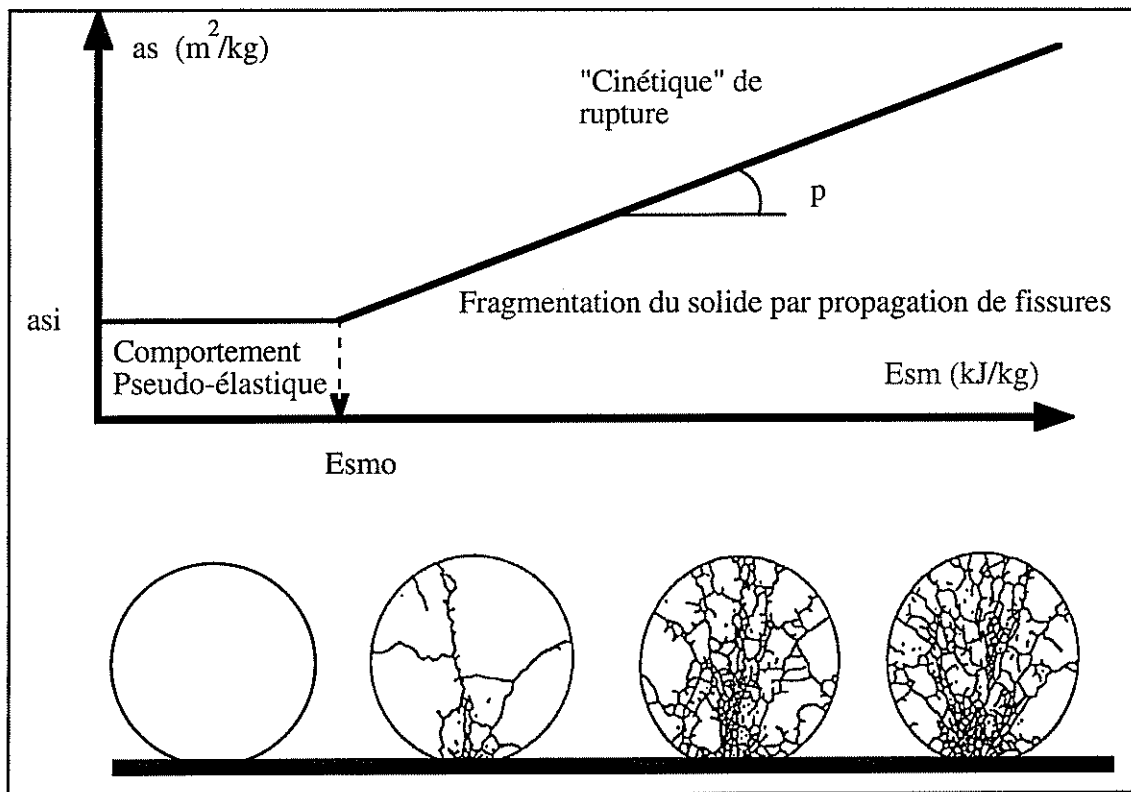


Figure A2.4-1 : Mise en parallèle : profil de rupture et aspect de la fragmentation

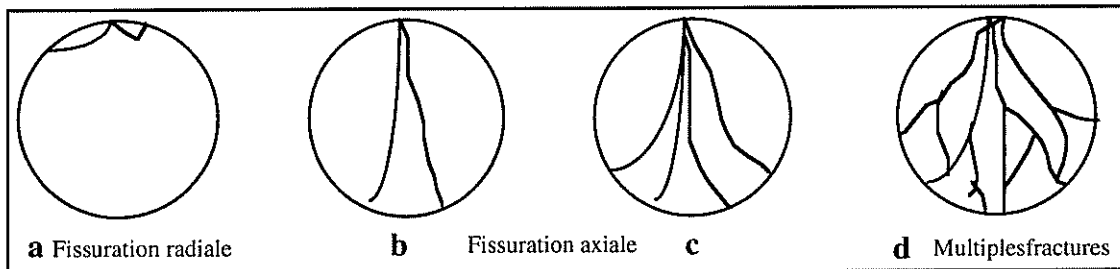


Figure A2.4-2 : Différents types de fissuration du verre

Ghadiri et al. (1990) ont établi une classification des types de fissures se propageant dans les matériaux fragiles (figure A2.5.). Cette classification est tout à fait cohérente avec nos résultats. La figure A2.6. représente trois photographies de billes de verre broyées montrant nettement le type de propagation des fissures.

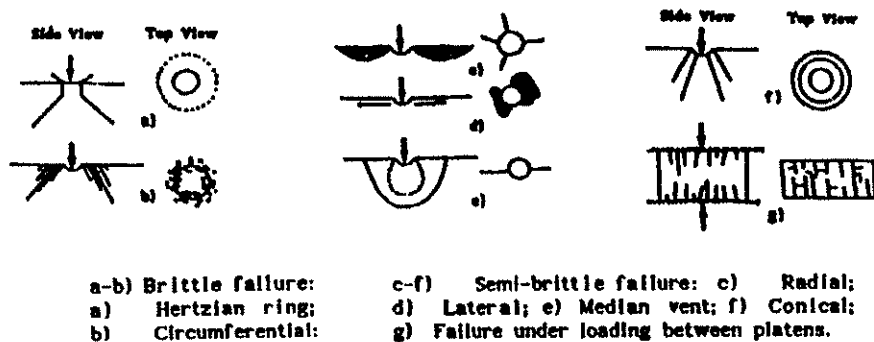


Figure A2.5.: Types de fissuration (Ghadiri 1990)

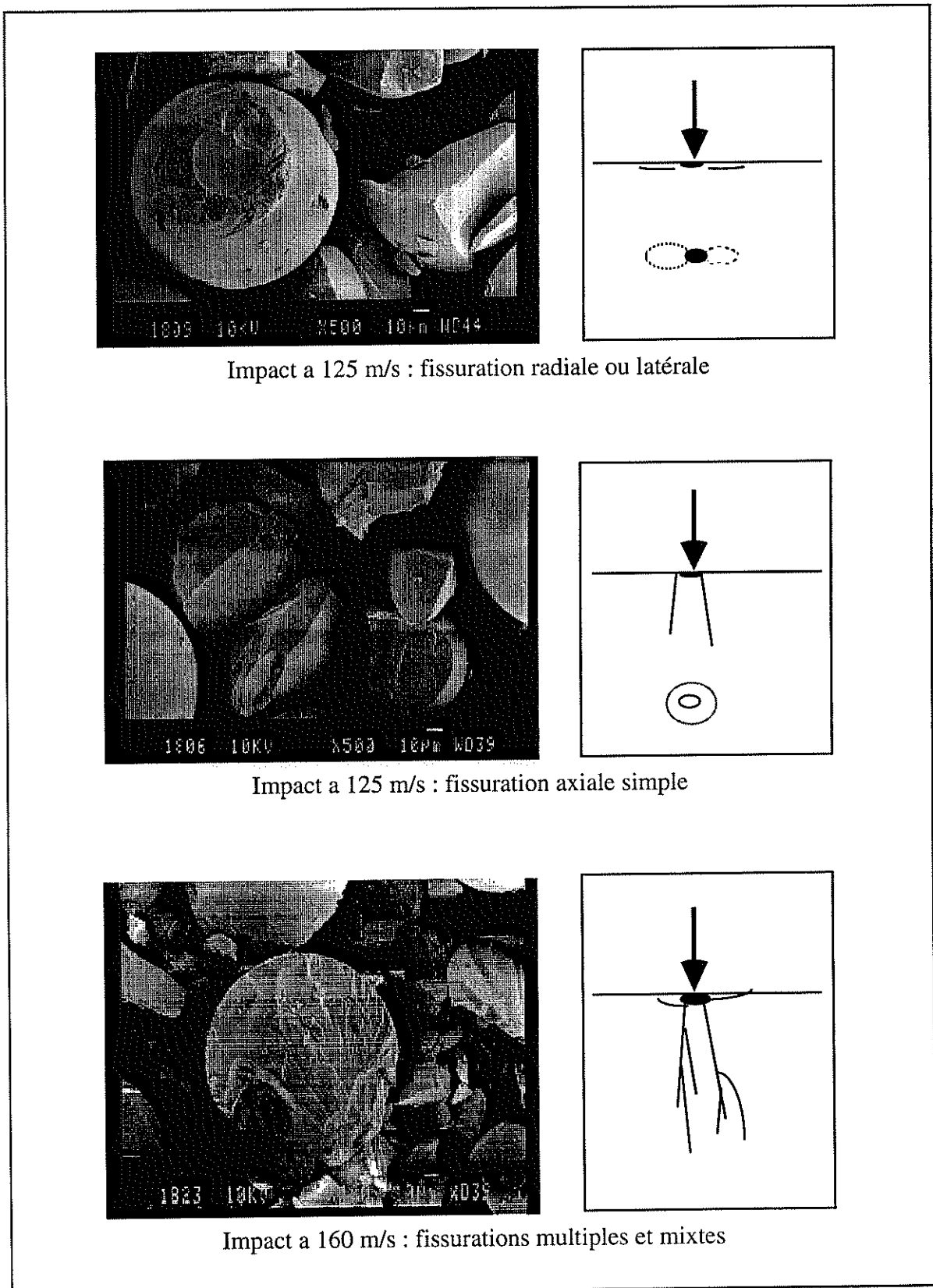


Figure A2.6. : Trois types de fissuration observées pour le verre



### 3. Hydrargillite

L'étude au microscope électronique nous donne des renseignements d'ordre morphologique qui nous permettent d'avoir une idée sur la fragmentation de l'hydrargillite (figure A2.7., d'après Mebtoul 1996). En fait, le comportement de ce solide est double (succession de deux comportements fragiles) car il possède une structure double .

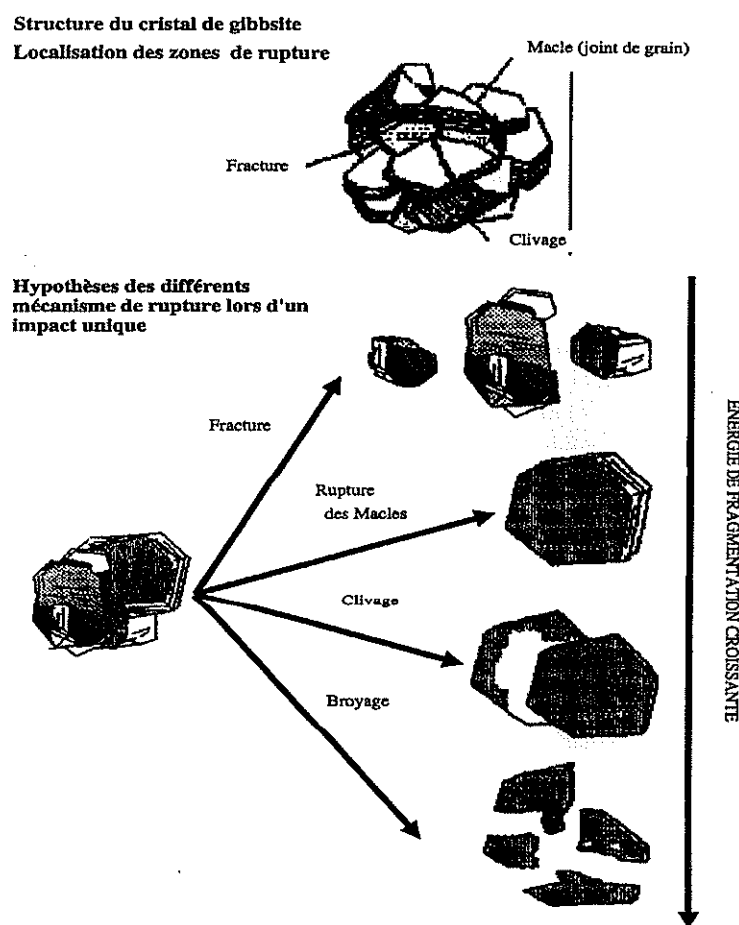


Figure A2.7. : Structure de l'hydrargillite et localisation des zones de rupture (Mebtoul 1996)

Le premier mode de fragmentation proviendrait de la rupture du cristal au niveau des liaisons entre les tablettes formant l'association : l'écaillage-fendage.

Pour un cristal de 100  $\mu\text{m}$ , la fracture selon ce mécanisme ne permet pas l'obtention de fragments de taille inférieure à 40  $\mu\text{m}$ . Cette valeur correspond au diamètre des monocristaux d'alumine les plus grands.

Mais, on observe également que les tablettes possèdent une sous-structure en feuillet. La rupture de ces feuillet et le broyage des tablettes en fragments de tablette correspondrait à

ANNEXE 2 : MECANISMES DE LA RUPTURE

un deuxième mécanisme : le broyage-clivage. Ce type de fracture nécessite beaucoup plus d'énergie que le premier. Il donne naissance à un grand nombre de fragments dont la taille ne diminue que très légèrement. L'allongement quant à lui diminue de façon nette. Le troisième mécanisme correspond à une explosion du cristal en fragments de tablettes. Il nécessite une énergie encore plus importante que le processus précédent.

Les successions des deux premiers mécanismes établis ici expliquent le changement de régime observé dans la représentation de la réduction de taille en fonction de l'énergie cinétique (figure A2.8.).

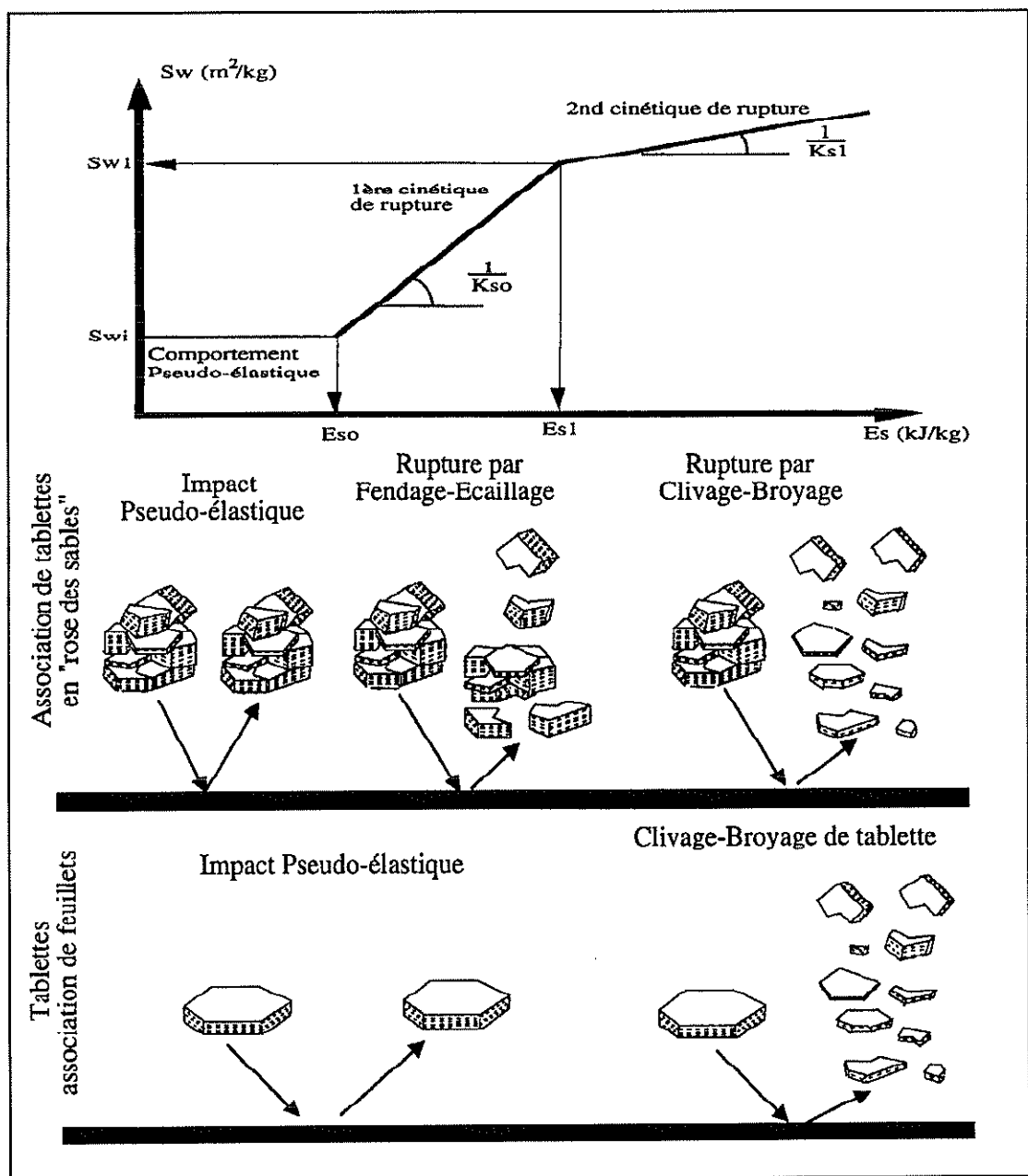


Figure A2.8. : Mise en parallèle : profil de rupture et aspect de la fragmentation (Mebtoul 1996)

## 4. Cas des polymères

### 4.1. Généralités

On sait que la résistance d'un polymère à la fracture est fonction de sa masse moléculaire, son taux de cristallinité, sa morphologie, son histoire thermique (liée en particulier aux conditions de mise en oeuvre). Le lecteur désirant plus d'informations pourra consulter les références suivantes: Trotignon et al. 1982, Kinloch et al 1983, Ward 1971.

En outre, il y a deux types de comportement face à l'impact chez les polymères : un comportement fragile et un comportement ductile. Dans le premier cas, le polymère se fragmente facilement : le type de comportement se rapproche du verre. Dans le deuxième cas, l'énergie apportée au cours de l'impact conduit à une déformation plastique. Généralement, chaque polymère possède les deux comportements sous certaines conditions. En dessous d'une température de fragilisation, la température de transition vitreuse  $T_v$ , la rupture est fragile. Au dessus de cette température, la fracture suit un mécanisme ductile (voir partie A, paragraphe 4 de cette annexe).

Sur un plan général, pour tous les polymères subissant une déformation plastique, la phase d'étirement plus ou moins prononcée n'est possible que grâce à la présence de chaînes de masse moléculaire élevée dont le rôle est celui de liens qui maintiennent la cohésion durant l'étirement. La masse moléculaire exerce son influence à la fois sur la phase élastique, par l'intermédiaire des enchevêtrements et sur la phase d'endommagement en modifiant la structure de la zone touchée.

### 4.2. La rupture par propagation des craquelures

Pour les polymères amorphes, on sait que la fracture est liée au phénomène de propagation de craquelures qui aboutit à la fracture fragile. Une craquelure est une zone fragilisée du matériau où le taux de matière n'atteint que 40 à 60 %. En outre, on y observe une orientation des chaînes macromoléculaires. Elle possède un grand potentiel de dissipation d'énergie par sa capacité à subir de grandes déformations. Les microcraquelures apparaissent dans les zones à forte concentration de contrainte (extrémité de fissures préexistantes) et sont situées dans un plan perpendiculaire à l'axe de la compression. Le phénomène de propagation de la fissuration à travers les craquelures est un phénomène propre aux polymères. Il est possible d'en distinguer 3 étapes :

- déformation plastique ;
- formation d'une zone craquelée ;
- déchirement ou formation de fissure.

La figure A2.9. montre la propagation d'une fissure par l'intermédiaire d'une craquelure (en profondeur (A), affleurant la surface (B)) La craquelure voit son pourcentage de matière diminuer au fur et à mesure qu'elle s'agrandit (en coupe de (a) à (c)). La fissure a pris la place de la craquelure quand le vide occupe tout l'espace.

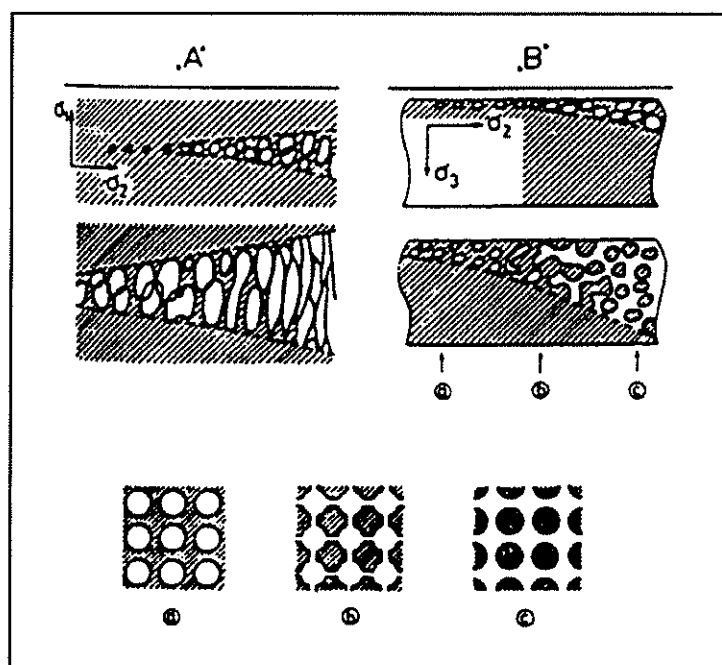


Figure A2.9. : Schéma de propagation des microcraquelures (Guigon 1994)

La zone intermédiaire d'endommagement par craquelure est caractéristique de la nature macromoléculaire des polymères. Cette zone peut être, dans le cas des polymères amorphes, soit une craquelure unique, soit une zone à craquelure multiples. Dans le cas des polymères semi-cristallins, l'endommagement peut être soit d'origine cristalline (changement de structure), soit sous la forme de porosité, et souvent sous ses deux formes réunies.

### 4.3. La rupture du polyamide

Les photographies réalisées par MEB du polyamide de structure semi-cristalline montrent l'existence de très grosses fissures dans la masse du matériau. Mais il n'est pas possible de déterminer de façon certaine l'origine des fissures et le sens de leur propagation. Le mécanisme de rupture doit probablement faire intervenir les craquelures. Dans ce cas, la propagation est rapide, la possibilité de déformation plastique, c'est-à-dire la capacité de dissipation d'énergie des craquelures est faible.

### 4.4. La rupture du PMMA

Chez le polymère amorphe, nous n'avons pas observé de diminution de taille après un

impact. Bien que les photographies révèlent des fissures importantes dès le premier impact, la fracturation n'est pas atteinte avant le cinquième impact.

Deux raisons expliquent le phénomène. D'une part la dissipation d'énergie par déformation plastique à l'endroit du choc empêche la plus grande part de l'énergie de servir à la propagation des fissures. D'autre part, la résistance à la fissuration de ce matériau ductile est la conséquence d'un développement d'une zone de déformation plastique en fond de fissure. La fracture n'intervient que quand le réseau de fissures est assez développé dans le solide morcelé.

Ce résultat est à mettre en parallèle avec la théorie de la transition ductile-fragile. Elle montre qu'il existe une taille critique en dessous de laquelle, aucune fracture ne peut se produire. La taille déterminée est de 0,303 mm (Ghadiri et al.1994). Quelle que soit la vitesse d'impact des particules, le comportement est ductile et n'aboutit pas à la fracture. Okuda et Choi (1979) montrent qu'il est possible de briser des particules de PMMA de diamètre 9,8 mm, ce qui est en accord avec la théorie précédente. Dans notre situation, on ne devrait pas pouvoir briser nos particules en un impact. C'est ce qui est observé jusqu'à 250 m/s. Par contre pour les impacts répétés, cette théorie ne peut pas s'appliquer car, le phénomène de la rupture par impacts répétés s'accomplit par fatigue.

<b>ANNEXE 4 : Caractérisation des buses d'accélération</b>
--

### 1. Introduction

Sept types de buse ont été utilisées dans ce travail. Le choix de l'une ou de l'autre se trouve imposé par soit la taille des particules, soit par la gamme de vitesse requise. En effet la règle pratique qui s'applique veut que l'on respecte un rapport de 10 entre le diamètre du col de la buse et le diamètre des particules.

Par ailleurs, pour une pression imposée en amont de la buse d'accélération, la vitesse au col sera d'autant plus grande que le diamètre du col sera petit. La figure ci-dessous représente une buse type. Les caractéristiques géométriques sont données dans le tableau A4.1. La buse 7 n'est constituée que d'un convergent, elle est utilisée pour les grosses particules qui n'ont pas besoins d'être fortement accélérées.

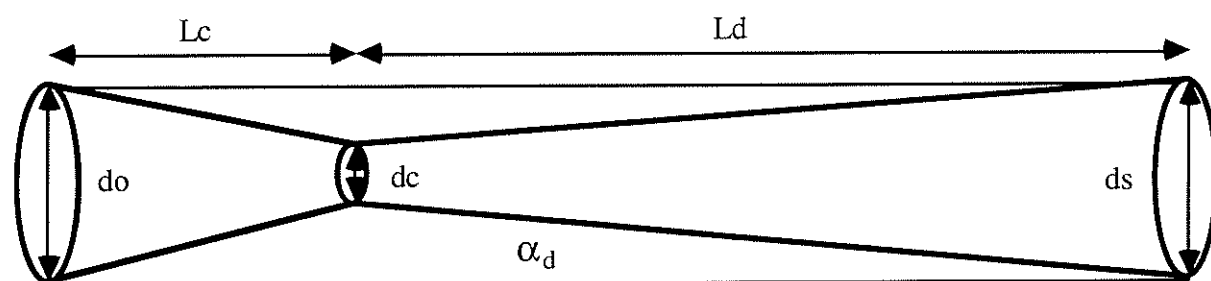


Fig. A4 1 : Schéma d'une buse d'accélération

Buse	do (mm)	dc (mm)	ds (mm)	$\Omega_o$ ( $10^{-5}m^2$ )	$\Omega_c$ ( $10^{-5}m^2$ )	$\Omega_s$ ( $10^{-5}m^2$ )	Lc (mm)	Ld (mm)	$\alpha_d$ (°)
1,2	10	3	4,5	7,854	0,707	1,590	20	60	0,7
3,4	10	5	8	7,854	1,963	5,027	20	60	1,4
5	10	3	3,5	7,854	0,707	0,962	30	120	1,2
6	10	1,5	3,5	7,854	0,177	0,962	30	100	0,6
7	10	-	8	7,854	-	5,027	80	-	-

Tab. A4 1 : Dimensions des buse utilisées

### 2. Caractérisation des buses

Le tableau ci-dessous donne, pour chaque buse, la vitesse limite théorique d'entrée de buse  $U_{go1}$  pour obtenir la vitesse du son au col, pour les deux gaz porteurs utilisés. Par ailleurs, on s'aperçoit que mis à part la buse 7, on est toujours dans les conditions soniques au col, puisqu'ainsi pour la buse 1, on atteint 18m/s dès que la pression atteint la valeur de 0,2 bar relatif (voir courbes d'étalonnage ci dessous).

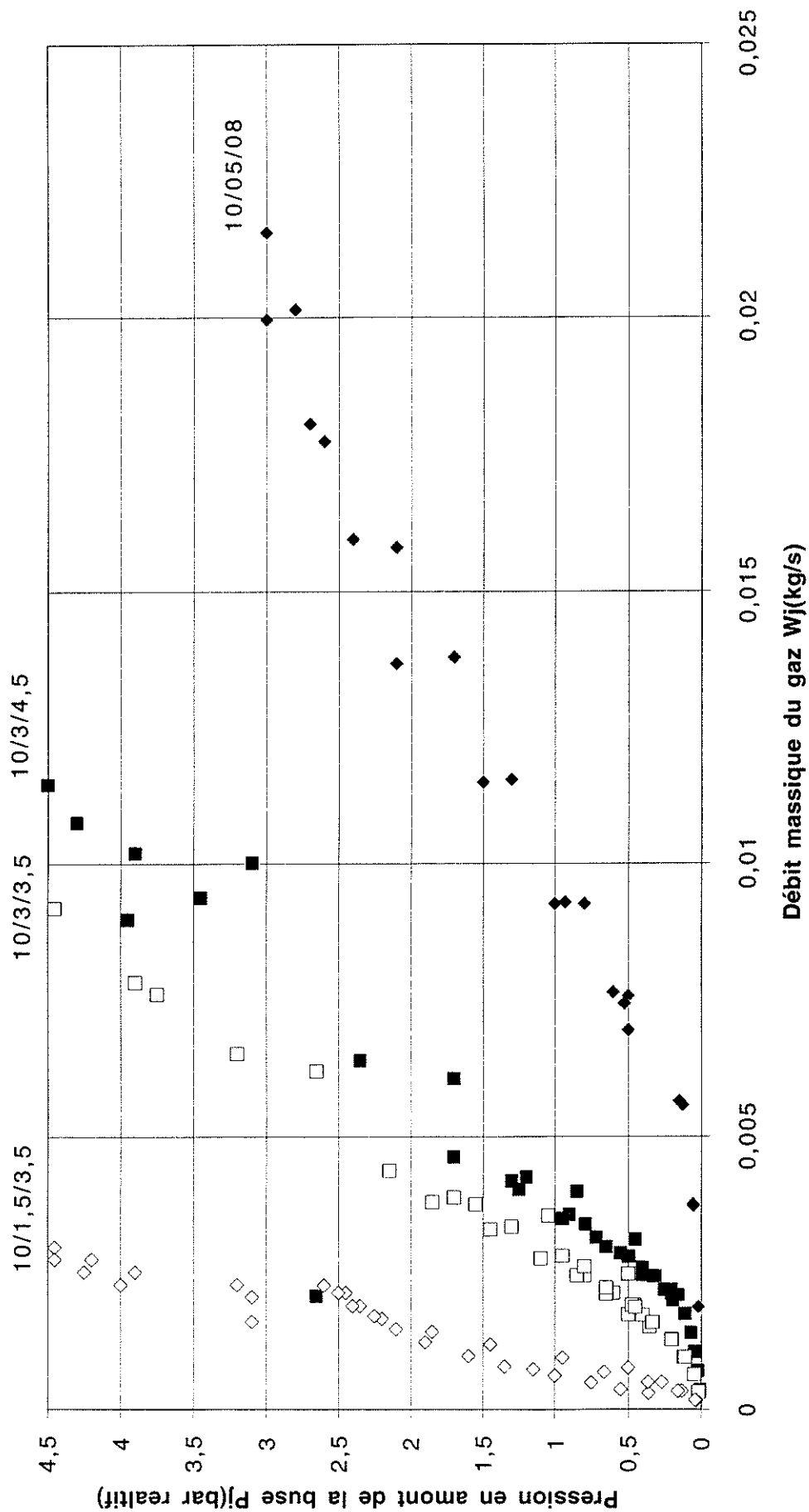
Buse	d <sub>o</sub> (mm)	d <sub>c</sub> (mm)	d <sub>s</sub> (mm)	U <sub>g0l</sub> [air] (m/s)	U <sub>g0l</sub> [hélium] (m/s)
1,2	10	3	4,5	18	48
3,4	10	5	8	50	132
5	10	3	3,5	18	48
6	10	1,5	3,5	5	12
7	10	-	8	157	339

Tab. A1 2 : Caractéristiques soniques des buses utilisées

### 3. Courbes d'étalonnage

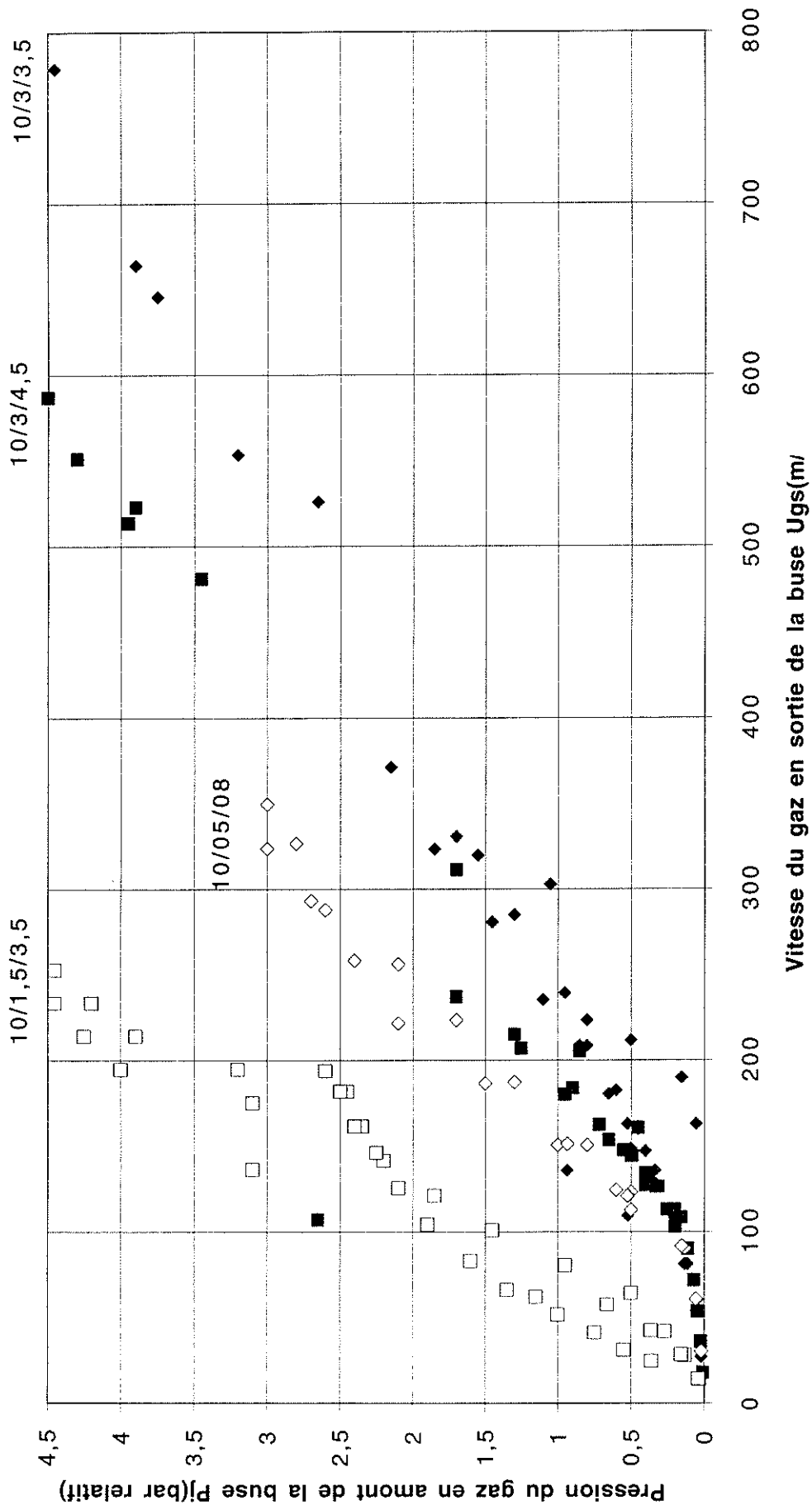
Les courbes d'étalonnage fournissent le débit d'air  $W_j$  et la vitesse d'air en sortie de buse  $U_{gs}$  en fonction de la pression imposée en amont de la buse  $P_j$ . Ces courbes permettent de comparer les performances respectives de chaque buse. En outre, une comparaison en puissance est fournie avec la courbe reliant  $U_{gs}$  au produit  $P_j \cdot Q_j = P_u$ .

**ANNEXE 4 : Courbe d'étalonnage  $W_j=f(P_j)$**

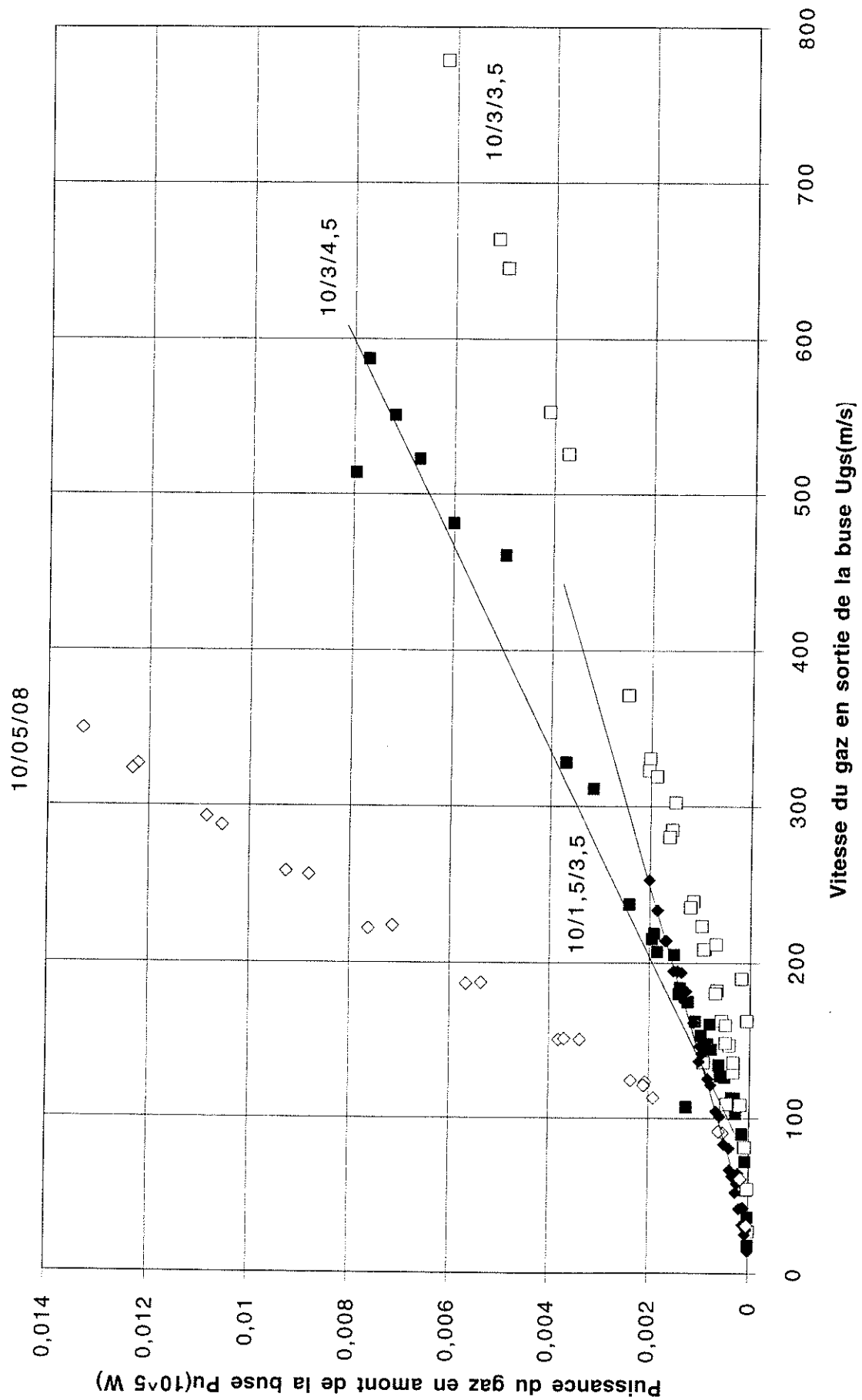




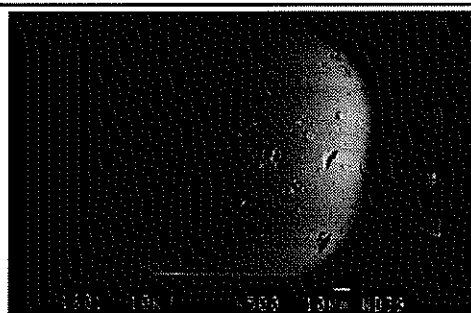
**ANNEXE 4 : Courbe d'étalonnage  $U_{gs}=f(P_j)$**



ANNEXE 4 : Courbe d'étalonnage  $U_{gs}=f(P_u)$



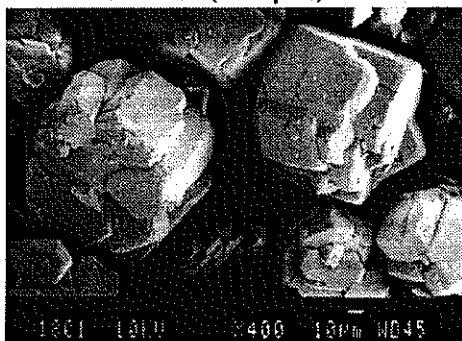
ANNEXE 5 : Photographies M.E.B. des solides étudiés



Billes de verre (129 μm)



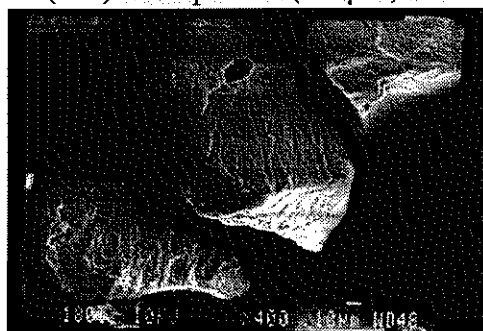
Impacté à 125 m/s



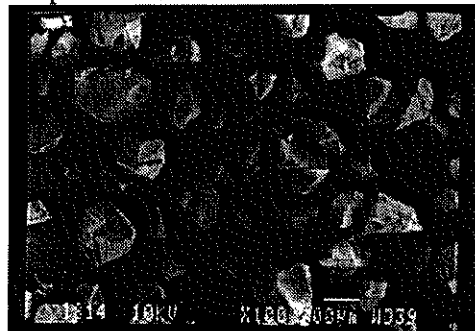
Al(OH)<sub>3</sub> européenne (93 μm)



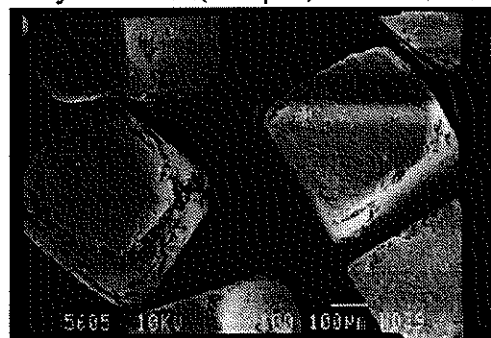
Impacté à 155 m/s



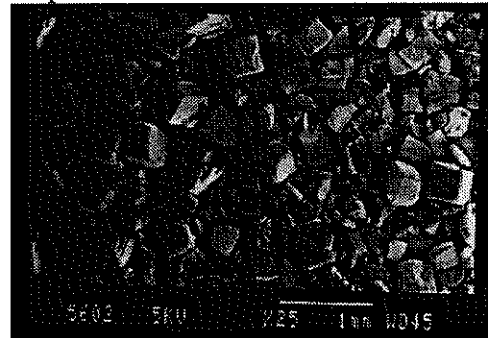
Polyamide 11 (123 μm)



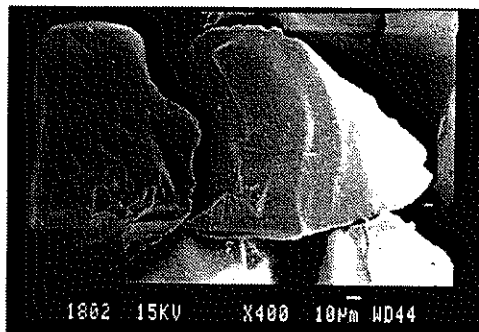
Impacté à 270 m/s



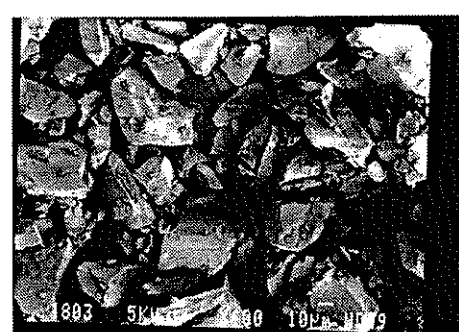
NaCl (400 μm)



Impacté à 47 m/s



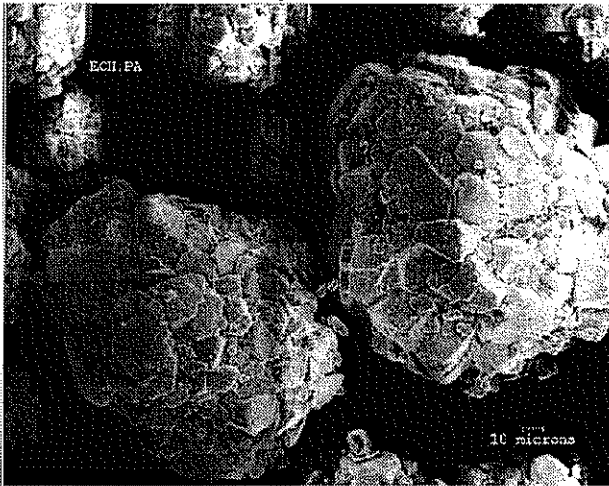
Sable (108 μm)



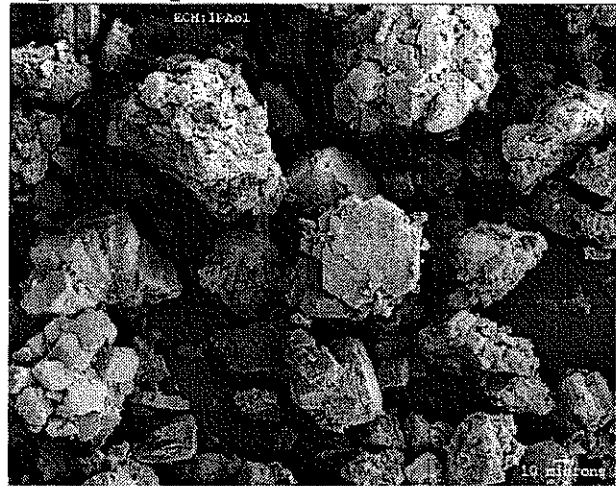
Impacté à 170 m/s

Les hydrargillites et alumines étudiées

A. Initiale (99  $\mu\text{m}$ )



Après impact à  $\approx 178$  m/s



B. Initiale (114  $\mu\text{m}$ )



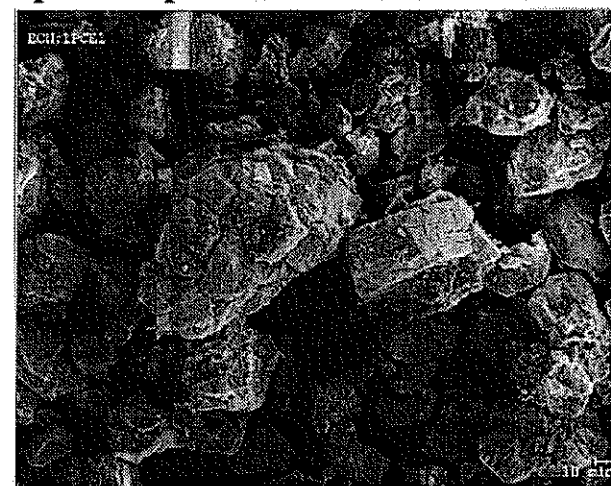
Après impact à  $\approx 187$  m/s



C. Initiale (95  $\mu\text{m}$ )

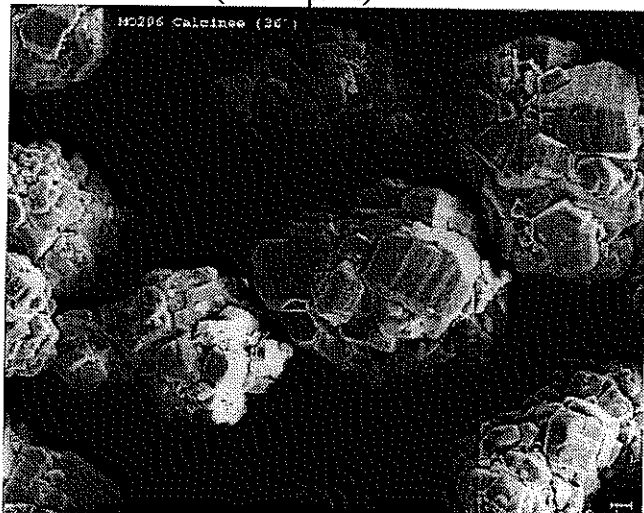


Après impact à  $\approx 186$  m/s



Les hydrargillites et aluminés étudiés (suite)

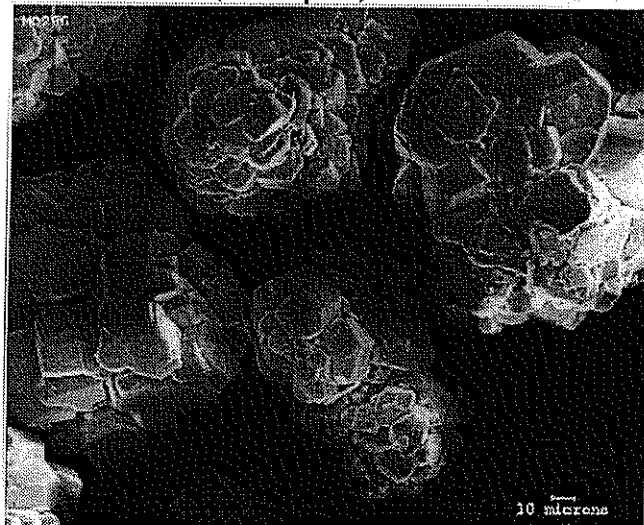
D. Initiale (102  $\mu\text{m}$ )



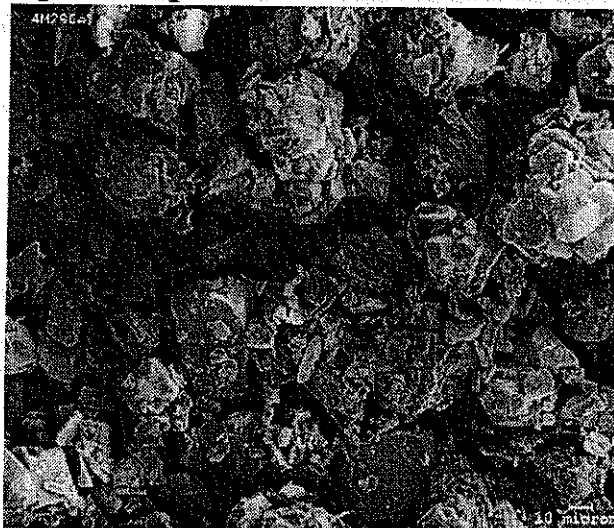
Après impact à  $\approx 252$  m/s



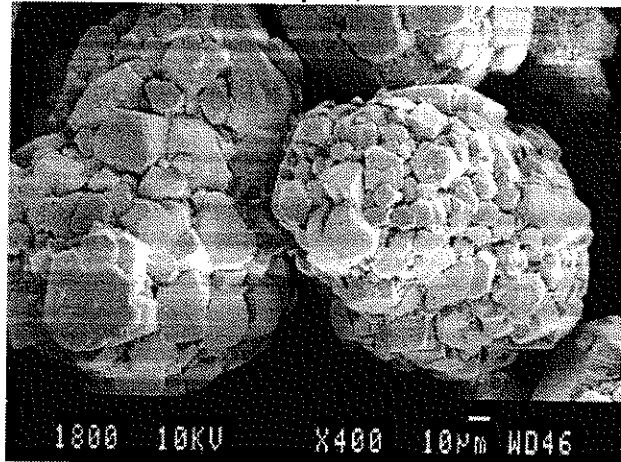
E. Initiale (115  $\mu\text{m}$ )



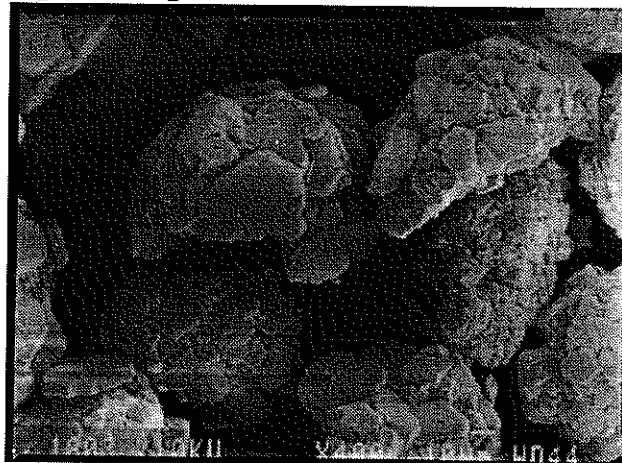
Après impact à  $\approx 295$  m/s



F. Initiale (145  $\mu\text{m}$ )

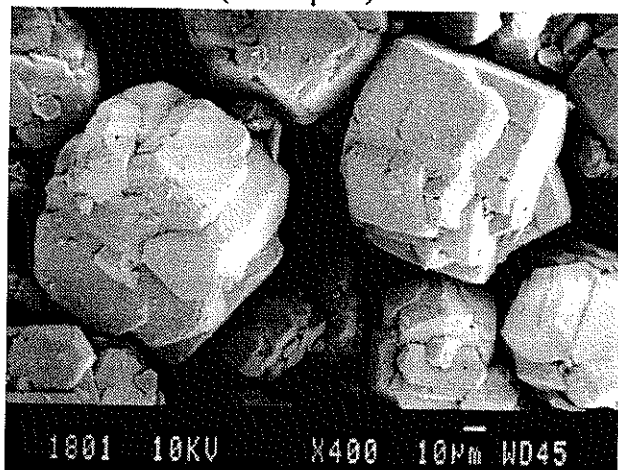


Après impact à  $\approx 83$  m/s

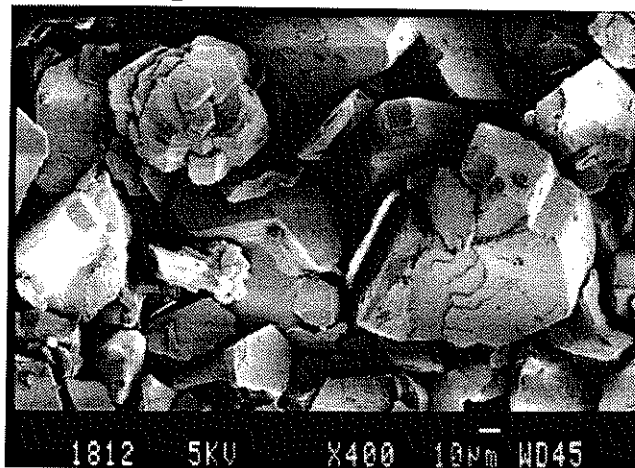


Les hydrargillites et alumines étudiées (suite et fin)

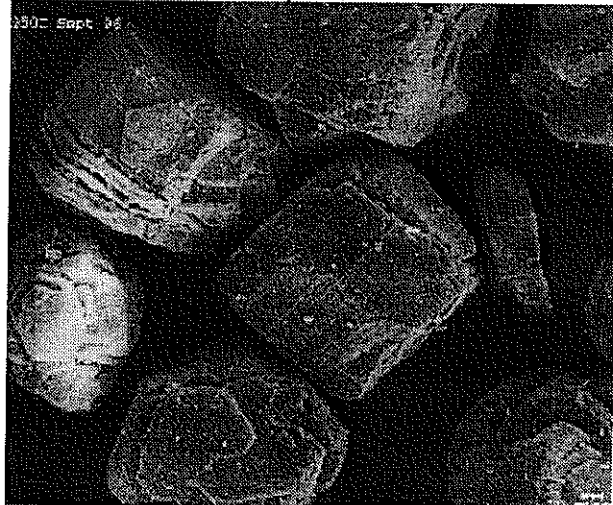
G. Initiale (100  $\mu\text{m}$ )



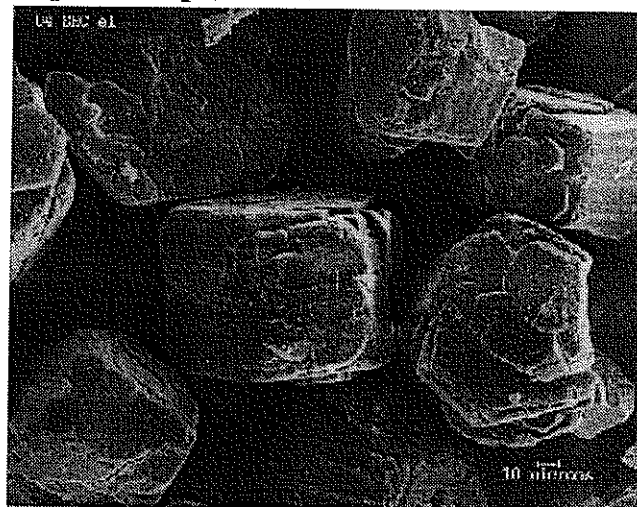
Après impact à  $\approx 155$  m/s



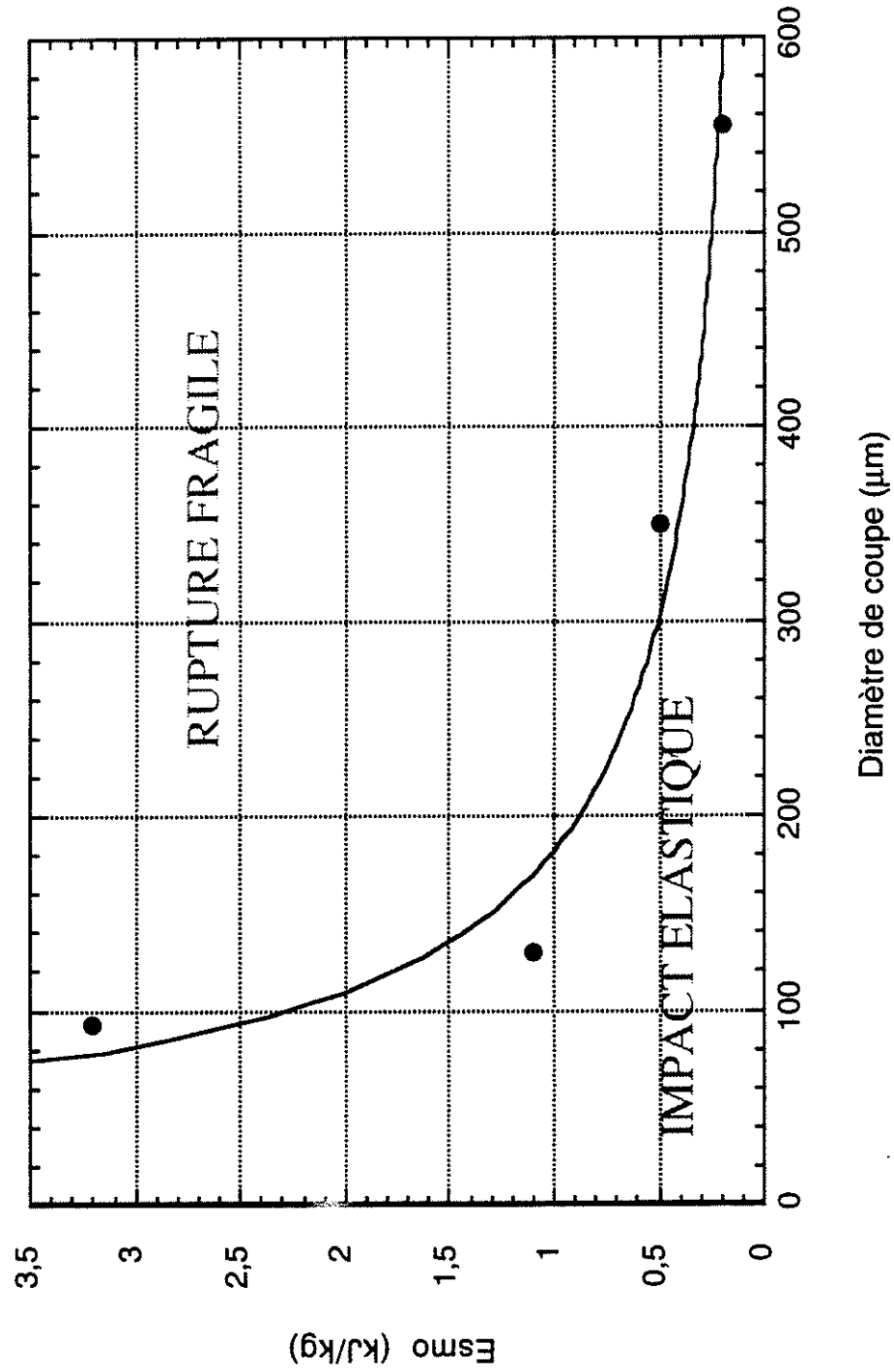
H. Initiale (94  $\mu\text{m}$ )



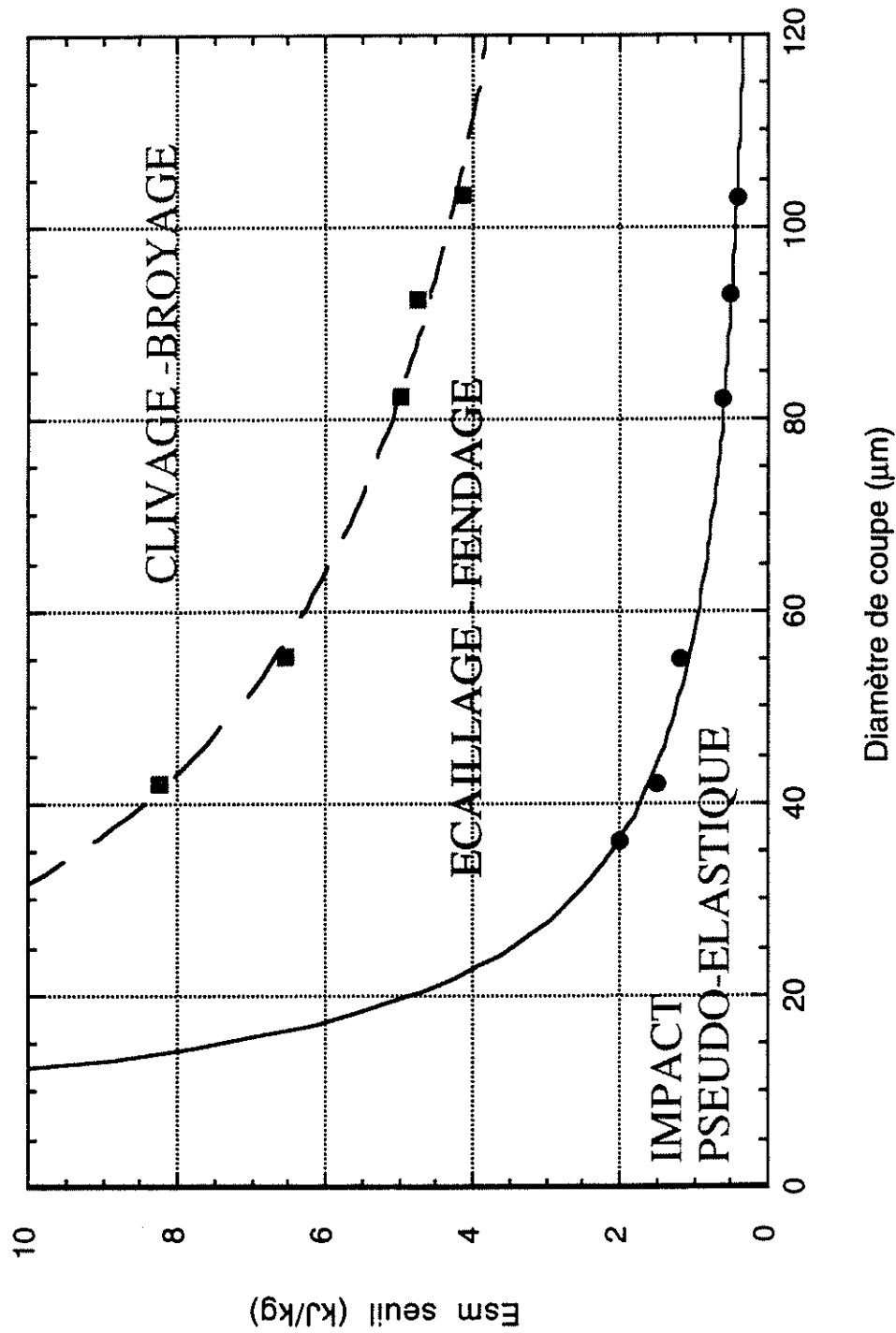
Après impact à  $\approx 60$  m/s



**CARTOGRAPHIE DU COMPORTEMENT EN IMPACT : VERRE**



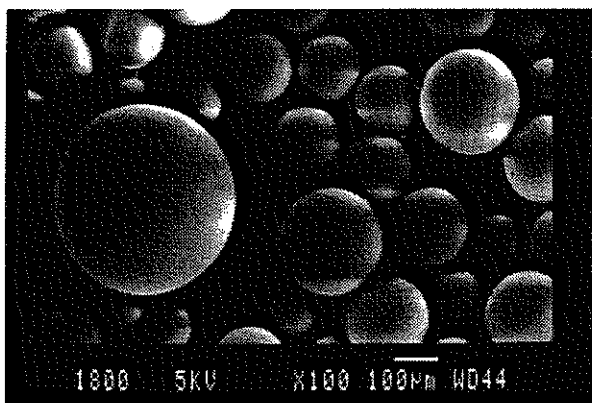
CARTOGRAPHIE DU COMPORTEMENT EN IMPACT :  $Al(OH)_3$



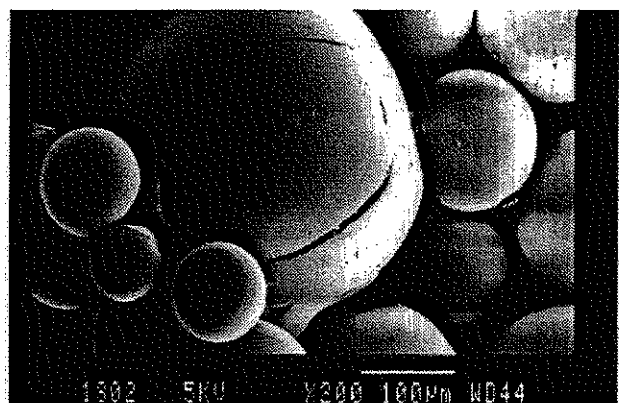


Impacts répétés PMMA 171  $\mu\text{m}$   $V_s \approx 283$  m/s

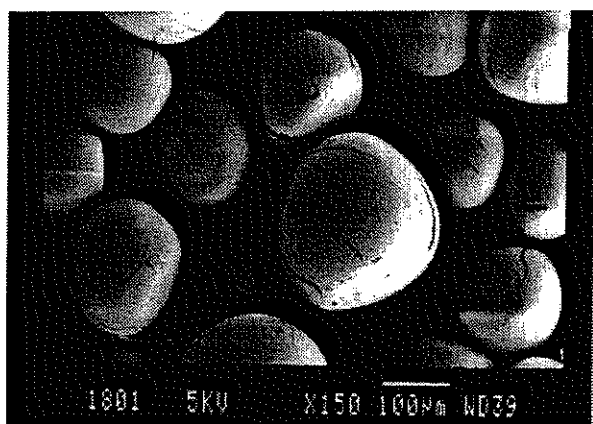
PMMA initial :  $\xi = 1,0$



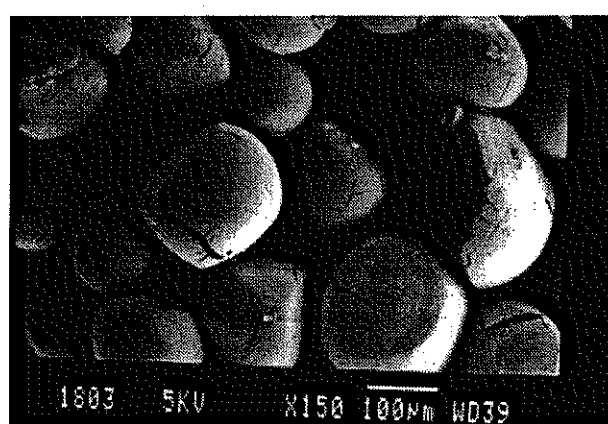
1 Impact :  $\xi = 1,0$



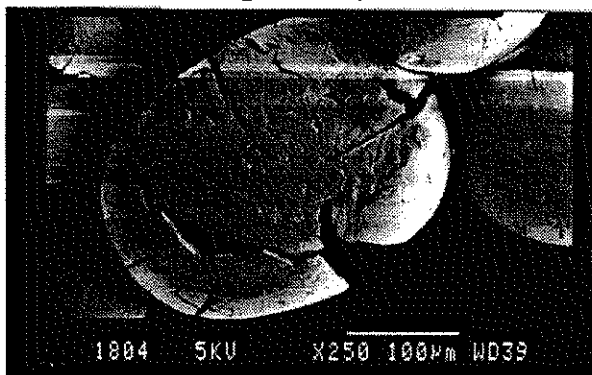
3 Impacts :  $\xi = 1,0$



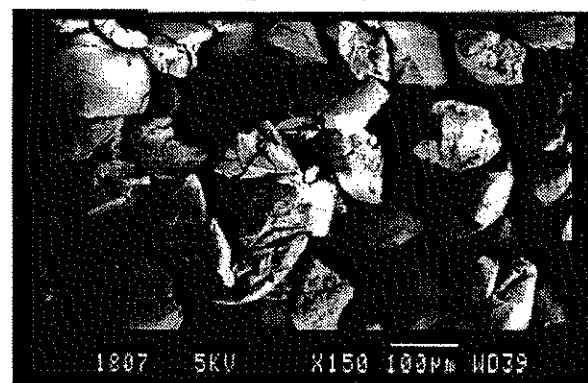
5 Impacts :  $\xi = 0,8$

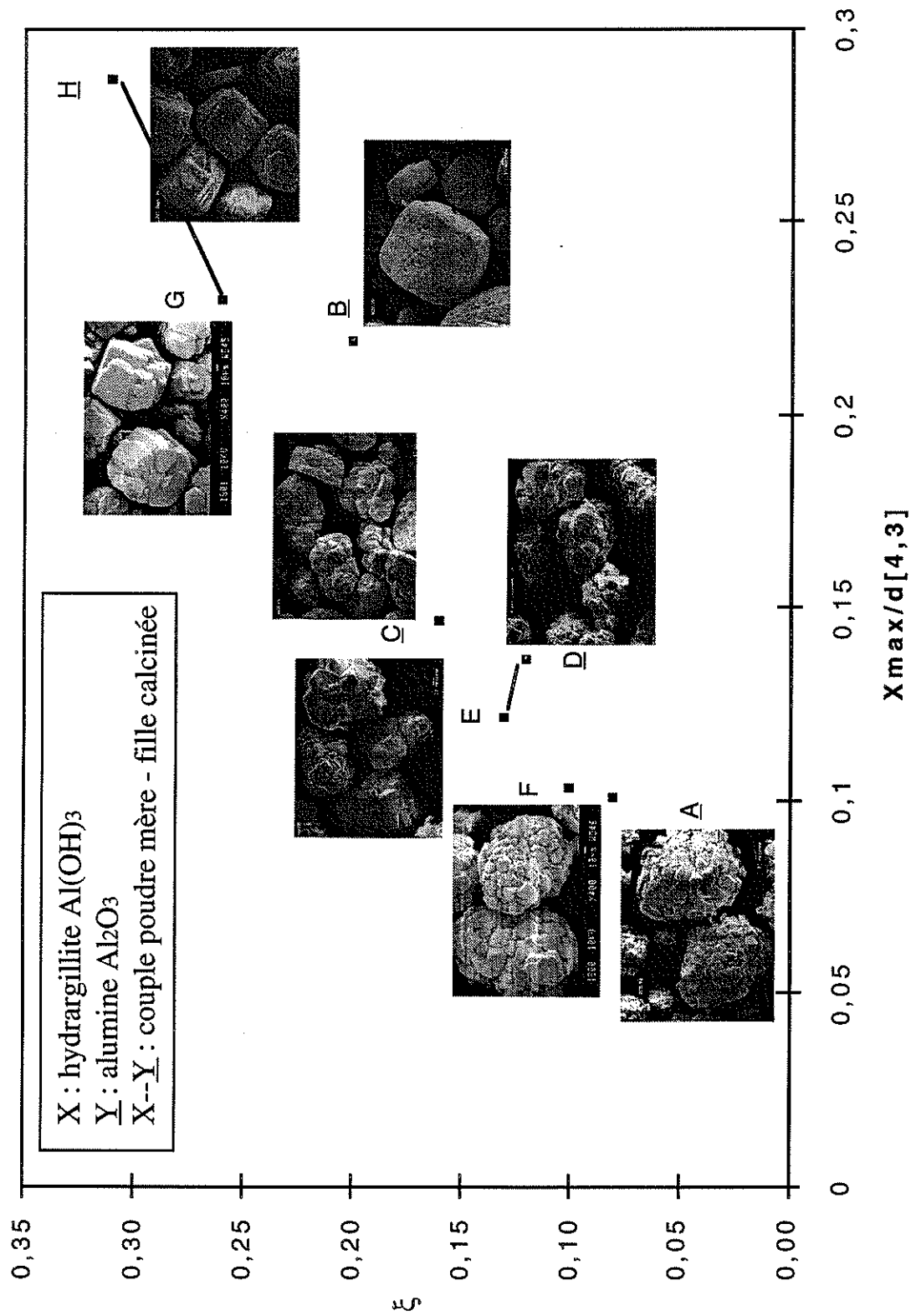


5 Impacts :  $\xi = 0,7$



10 Impacts :  $\xi = 0,5$





## ANNEXE 9 : Caractéristiques des 6 matériaux étudiés

Matériau	Diamètre dm (µm)	Masse volumique (kg/m <sup>3</sup> )	Module d'Young (GPa)	Coefficient de Poisson (-)	Dureté Moh
Verre	129	2460	70	0.25	6
Sable	109	2640	74	0.16	6
Al(OH) <sub>3</sub>	93	2350	-	-	3.5
Polyamide	123	1030	0.012	-	3
NaCl	400	2160			2.5
PMMA	173	1180	3.3	0.4	3

Matériau	Vso (m/s)	Eso (MJ/m <sup>3</sup> ) (kJ/kg)	Vsc (m/s)	Esc (MJ/m <sup>3</sup> ) (kJ/kg)	p (m <sup>2</sup> /kJ)
Al(OH) <sub>3</sub>	31	1.1	88	9.1	9.0
		0.5		3.9	2.2
Verre	46	2.6	-	-	2.7
		1.1			
Sable	65	5.6	-	-	2.7
		2.1			
Polyamide	125	8.1	-	-	0.6
		7.9			
NaCl	11	0.1	-	-	5.5
		0.06			

Matériau	Diamètre d(4,3) (µm)	Densité
<i>Aluminas</i>		
A (mosaïque ++)	99	3,27
B (radiale "arrondie")	114	3,44
C (mosaïque +)	95	3,47
D (mosaïque +)	102	3,5
H (radiale)	94	3,4
<i>Hydrargillites</i>		
E (mosaïque)	115	2,38
F (mosaïque ++)	145	2,35
G (radiale)	100	2,35

Matériau	Vso (m/s)	Eso (MJ/m <sup>3</sup> ) Esmo (kJ/kg)	p (m <sup>2</sup> /kJ)
A( mosaïque ++)	65	7,6	4,9
		2,3	
B( radiale "arrondie")	35	2,6	3,8
		0,8	
C( mosaïque +)	35	2,1	3,7
		0,6	
D( mosaïque +)	36	2,7	3,4
		0,6	
H (radiale)	40	2,7	2,2
		0,8	

Matériau	Vso (m/s)	Eso (MJ/m <sup>3</sup> ) Esmo (kJ/kg)	Vsc (m/s)	Esc (MJ/m <sup>3</sup> ) Esmc (kJ/kg)	p1 (m <sup>2</sup> /kJ) p2 (m <sup>2</sup> /kJ)
E (mosaïque)	58	4,0	240	68,5	3,6
		1,7		28,8	5,8
F (mosaïque++)	60	4,2	236	65,4	6,4
		1,8		27,8	2,3
G (radiale)	25	0,7	82	7,9	25,5
		0,3		3,4	3,5

## ANNEXE 9 : Résultats d'impact des 6 matériaux étudiés

Verre Référence	V <sub>so</sub> = 46 m/s					dsv (µm)	as (m <sup>2</sup> /kg)
	V <sub>s</sub> (m/s)	Esm [kJ/kg]	dm (µm)	di/df-1			
init	0	0,00	129	0,00		126	19
oil21	100	5,00	82	0,57		72	34
oil23	159	12,64	59	1,19		47	52
oil26	52	1,35	125	0,03		121	20
oil27	101	5,10	82	0,57		71	34
oil28	127	8,06	69	0,87		59	41
oil29	159	12,64	53	1,43		43	57
oil30	193	18,62	44	1,93		35	70

PA11 Référence	V <sub>so</sub> = 125 m/s					dsv (µm)	as (m <sup>2</sup> /kg)
	V <sub>s</sub> (m/s)	Esm [kJ/kg]	dm (µm)	di/df-1			
init	0	0,00	121	0,00		102	57
pol6e0	135	9,11	120	0,01		88	66
pol2e0	303	45,90	92	0,32		73	80
pol3e0	314	49,30	90	0,35		72	81
pol20e0	252	31,75	100	0,21		73	80
ph2e0	338	57,12	87	0,39		66	88
ph6e1	380	72,20	71	0,70		58	100
ph7e1	313	48,98	55	1,20		73	80
pol21e0	411	84,46	82	0,48		61	95
pol22e0	392	76,83	74	0,64		59	99
pol205e0	319	50,88	89	0,36		65	90
pol235e0	455	103,51	78	0,55		49	119
pol23e0	502	126,00	74	0,64		43	135

Alumine Référence	V <sub>so</sub> = 31 m/s					dsv (µm)	as (m <sup>2</sup> /kg)
	V <sub>s</sub> (m/s)	Esm [kJ/kg]	dm (µm)	di/df-1			
init	0	0,00	93	0,00		93	27
csi55	30,1	0,45	90	0,03		80	32
csi55	32,5	0,53	90	0,03		80	32
csi018e2	41	0,84	85	0,10		71	36
csi60	50	1,25	84	0,11		69	37
csi60	50,9	1,30	84	0,11		69	37
csi50	53,5	1,43	85	0,10		70	36
csi018e3	58,5	1,71	70	0,32		57	45
csi120	77	2,96	66	0,42		49	52
csi015e2	77,7	3,02	52	0,78		45	57
csi120	78	3,04	66	0,42		49	52
csi014e2	88	3,87	52	0,80		42	61
csi013e2	98,5	4,85	50	0,87		41	62
csi012e4	120	7,20	46	1,03		36	71
csi03e5	135	9,11	45	1,08		35	73
csi03e6	135	9,11	42	1,20		33	77
csi110	135	9,11	44	1,10		34	75
csi110	140	9,80	44	1,10		34	75
csi09e2	154	11,86	40	1,32		33	77
csi021e1	154	11,86	41	1,27		32	80
csi100	168	14,11	39	1,37		30	85
csi100	170	14,45	39	1,37		30	85
csi020e1	174	15,14	37	1,51		28	91
csi019e1	196	19,21	36	1,55		26	98
csi019e2	196	19,21	35	1,67		25	102
csi022e2	205	21,01	34	1,74		27	95
csi130	215	23,11	31	1,99		24	106
csi130	223	24,86	31	1,99		24	106

Sable Référence	V <sub>so</sub> = 65 m/s					dsv (µm)	as (m <sup>2</sup> /kg)
	V <sub>s</sub> (m/s)	Esm [kJ/kg]	dm (µm)	di/df-1			
init	0	0,00	109	0,00		108	21
SA06	38	0,72	105	0,03		102	22
SA06	42	0,88	105	0,03		102	22
SA06	39,5	0,78	105	0,03		102	22
SA05	75,5	2,85	100	0,09		92	25
SA05	74	2,74	100	0,09		92	25
SA04	108,5	5,89	85	0,28		73	31
SA04	101	5,10	85	0,28		73	31
SA01	147,2	10,83	68	0,61		51	45
SA01	143	10,22	68	0,61		51	45
SA02	181,5	16,47	54	1,00		37	61
SA02	183,5	16,84	54	1,00		37	61
SA03	220	24,20	40	1,73		26	87

NaCl Références	V <sub>so</sub> = 11 m/s					dsv (µm)	as (m <sup>2</sup> /kg)
	V <sub>s</sub> (m/s)	Esm [kJ/kg]	dm (µm)	di/df-1			
initial	0	0,00	400	0,00		391	7
NC07E4	114	6,50	94	3,26		69	40
NC06E4	105	5,51	100	3,01		73	38
NC17E1	96	4,61	110	2,64		80	35
NC05E4	96	4,61	112	2,59		81	34
NC09E3	86	3,70	122	2,29		92	30
NC18E2	75	2,81	145	1,76		103	27
NC08E2	74	2,74	155	1,57		109	26
NC10E2	70	2,45	179	1,24		110	25
NC11E4	53	1,40	263	0,52		185	15
NC16E2	46	1,06	274	0,46		206	13
NC43E2	40	0,80	297	0,35		239	12
NC42E2	35	0,61	325	0,23		287	10
NC14E2	30	0,45	338	0,19		296	9
NC15E2	24	0,29	357	0,12		327	8
NC26E3	16	0,13	374	0,07		340	8
NC27E3	12	0,07	397	0,01		383	7
NC28E2	11	0,06	401	0,00		391	7

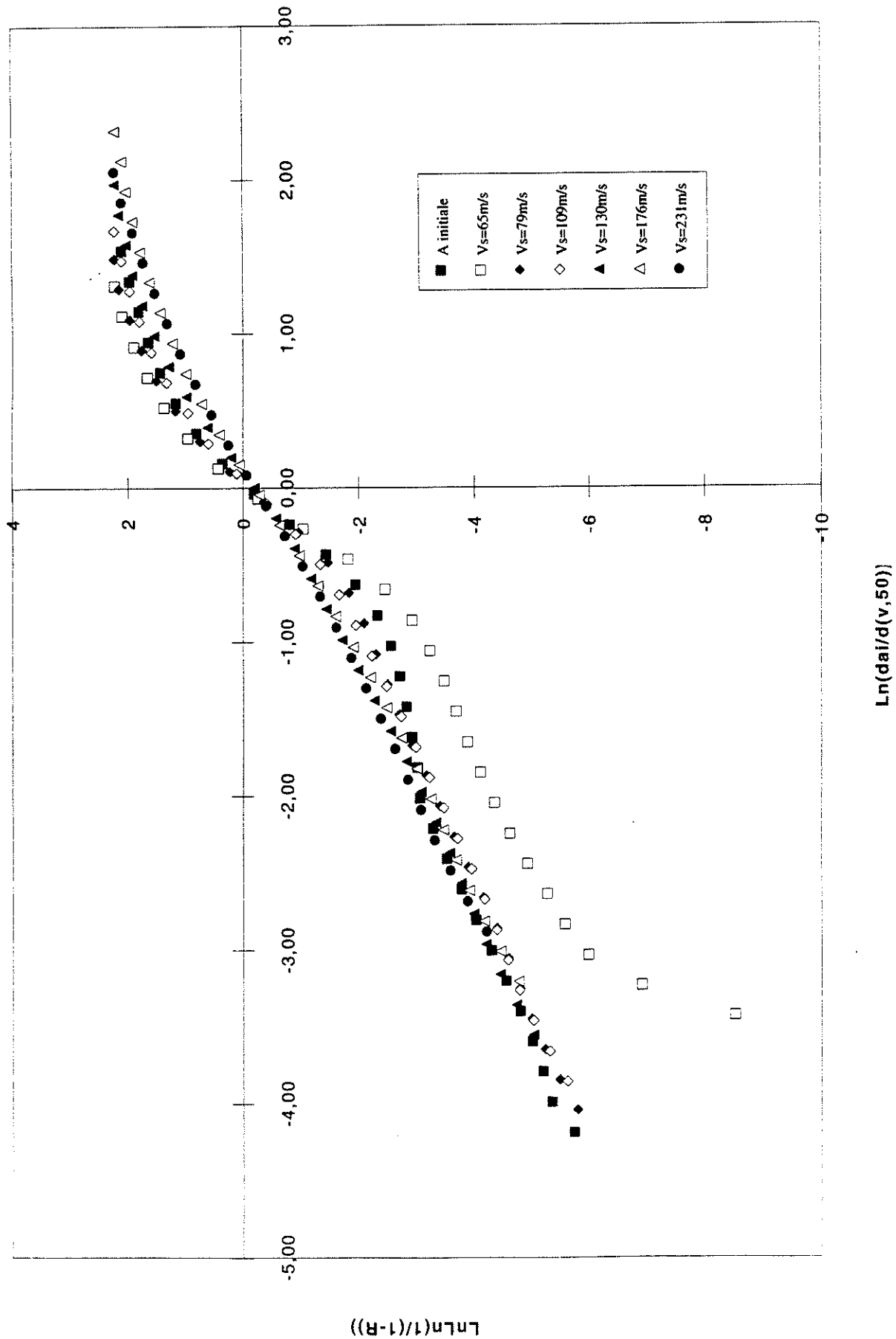
## ANNEXE 9 : Résultats d'impact des 5 alumines étudiées

Référence	d[4,3] (µm)	Vs (m/s)	dl/df	Es (MJ/m3)	Esm(KJ/kg)	d[3,2] (µm)	as (m2/kg)
A	99	0	1,00	0,00	0,00	47	39
	101	65	0,98	6,91	2,11	77	24
	71	109	1,39	19,43	5,94	36	51
	84	79	1,18	10,20	3,12	43	43
	54	130	1,83	27,63	8,45	24	76
	41	176	2,41	50,65	15,49	19	97
	28	231	3,54	87,25	26,68	11	167
B	114	0	1,00	0,00	0,00	91	19
	102	38	1,12	2,48	0,72	82	21
	89	71	1,28	8,67	2,52	70	25
	85	76	1,34	9,93	2,89	66	26
	84	83	1,36	11,85	3,44	63	28
	78	114	1,46	22,35	6,50	59	30
	46	187	2,48	60,15	17,48	22	79
	30	239	3,80	98,25	28,56	14	125
C	95	0	1,00	0,00	0,00	77	22
	90	41	1,06	2,90	0,84	81	21
	67	77	1,42	10,22	2,96	42	41
	59	88	1,61	13,35	3,87	36	48
	65	96	1,46	15,88	4,61	40	43
	51	113	1,86	22,01	6,38	28	62
	37	186	2,57	59,63	17,30	18	96
	29	247	3,28	105,15	30,50	12	144
D	102	0	1,000	0,00	0,00	82	21
	77	74	1,325	9,58	2,74	55	31
	87	44	1,172	3,39	0,97	87	20
	94	33	1,085	1,91	0,54	72	24
	35	208	2,914	75,71	21,63	18	95
	29	252	3,517	111,13	31,75	14	122
	57	124	1,789	26,91	7,69	28	61
	26	282	3,923	139,17	39,76	12	143
	22	292	4,636	149,21	42,63	9	190
	28	360	3,643	226,80	64,80	9	190
	21	370	4,857	239,58	68,45	6	286
H	94	0	1,000	0,00	0,00	77	23
	62	192	1,516	62,67	18,43	31	57
	41	238	2,293	96,29	28,32	18	98
	42	295	2,238	147,94	43,51	17	104
	37	300	2,541	153,00	45,00	15	118
	96	33	0,979	1,85	0,54	81	22
	95	43	0,989	3,14	0,92	80	22
	80	73	1,175	9,06	2,66	63	28
	84	60	1,119	6,12	1,80	69	26
	56	168	1,679	47,98	14,11	30	59
	42	256	2,238	111,41	32,77	18	98
	46	210	2,043	74,97	22,05	22	80
	41	253	2,293	108,82	32,00	19	93

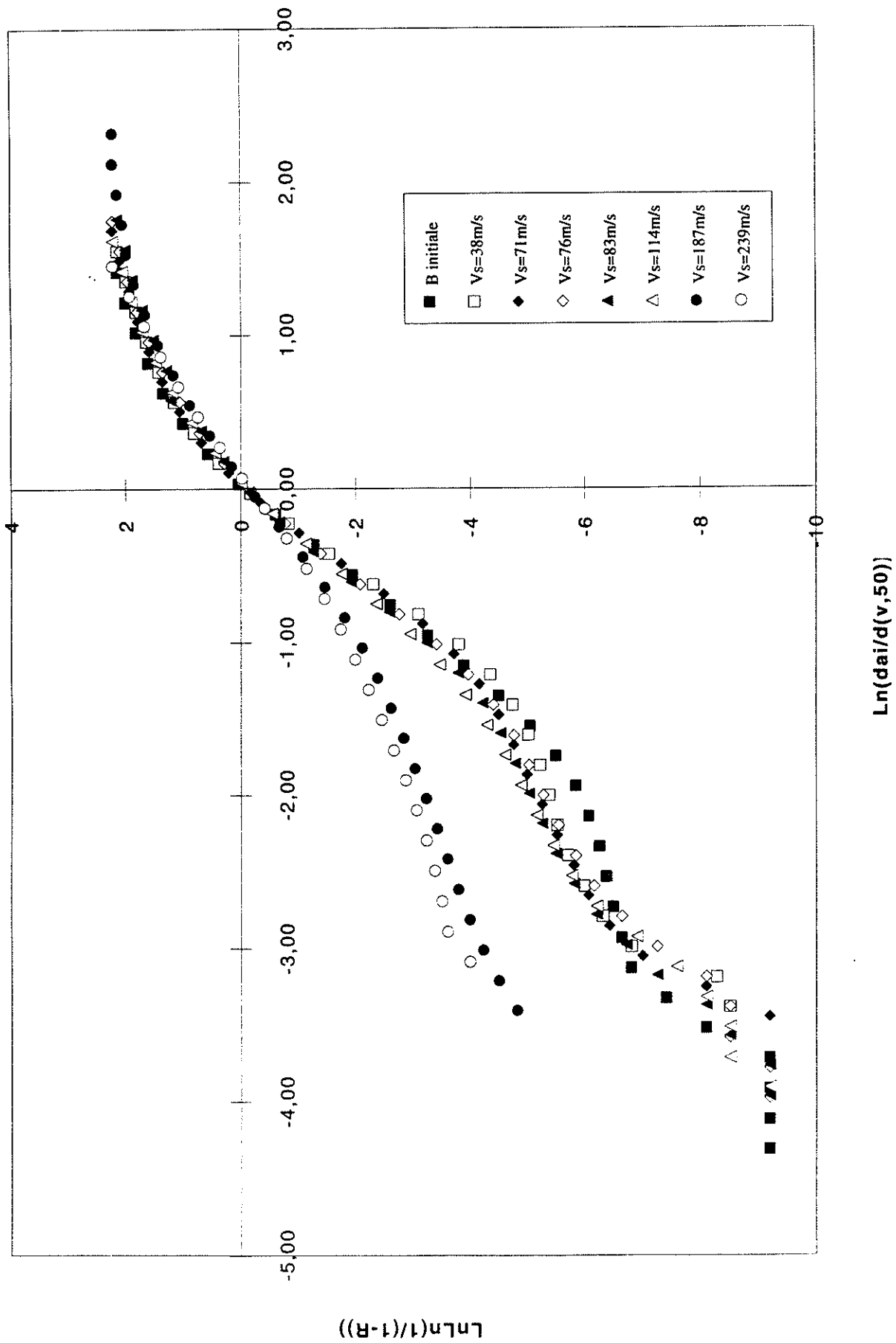
**ANNEXE 9 : Résultats d'impact des 3 hydrargillites étudiées**

Référence	d[4,3] (µm)	Vs (m/s)	di/df	Es (MJ/m <sup>3</sup> )	Esm (KJ/Kg)	d[3,2] (µm)	as (m <sup>2</sup> /kg)
E	115	0	1,00	0,00	0,00	103	24
	57	203	2,02	49,02	20,60	28	90
	44	254	2,61	76,74	32,26	21	120
	34	276	3,38	90,61	38,09	14	180
	71	137	1,62	22,33	9,38	35	72
	63	187	1,83	41,60	17,48	30	84
	87	111	1,32	14,66	6,16	61	41
	117	34	0,98	1,38	0,58	102	25
	117	44	0,98	2,30	0,97	101	25
	27	295	4,26	103,52	43,51	12	210
	115	54	1,00	3,47	1,46	99	25
	111	64	1,04	4,87	2,05	93	27
	108	70	1,06	5,83	2,45	87	29
	44	226	2,61	60,75	25,54	18	140
	38	285	3,03	96,62	40,61	18	140
	27	300	4,26	107,06	45,00	12	210
	19	340	6,05	137,51	57,80	8	315
18	350	6,39	145,71	61,25	7	360	
F	145	0	1,00	0,00	0,00	121	21
	63	155	2,30	28,23	12,01	33	77
	51	195	2,84	44,68	19,01	22	116
	34	224	4,26	58,96	25,09	13	196
	37	248	3,92	72,27	30,75	14	182
	88	129	1,65	19,55	8,32	45	57
	112	83	1,29	8,09	3,44	68	38
	127	42	1,14	2,07	0,88	108	24
	130	75	1,12	6,61	2,81	101	25
	33,5	250	4,33	73,44	31,25	12	213
	33	315	4,39	116,59	49,61	9	284
	29,8	360	4,87	152,28	64,80	11	232
G	100	0	1,00	0,00	0,00	73	35
	99	28	1,01	0,92	0,39	74	35
	90	30	1,11	1,06	0,45	65	39
	80	41	1,25	1,98	0,84	43	59
	79	49	1,27	2,82	1,20	42	61
	68	59	1,47	4,09	1,74	35	73
	54	78	1,85	7,15	3,04	27	95
	64	70	1,56	5,76	2,45	32	80
	48	118	2,08	16,36	6,96	24	106
	42	138	2,38	22,38	9,52	20	128
	37	196	2,70	45,14	19,21	17	150
	34	205	2,94	49,38	21,01	16	160
	36	241	2,78	68,25	29,04	17	150
30	267	3,33	83,76	35,64	14	182	

**ANNEXE 9 : Evolution des histogrammes de l'alumine A**

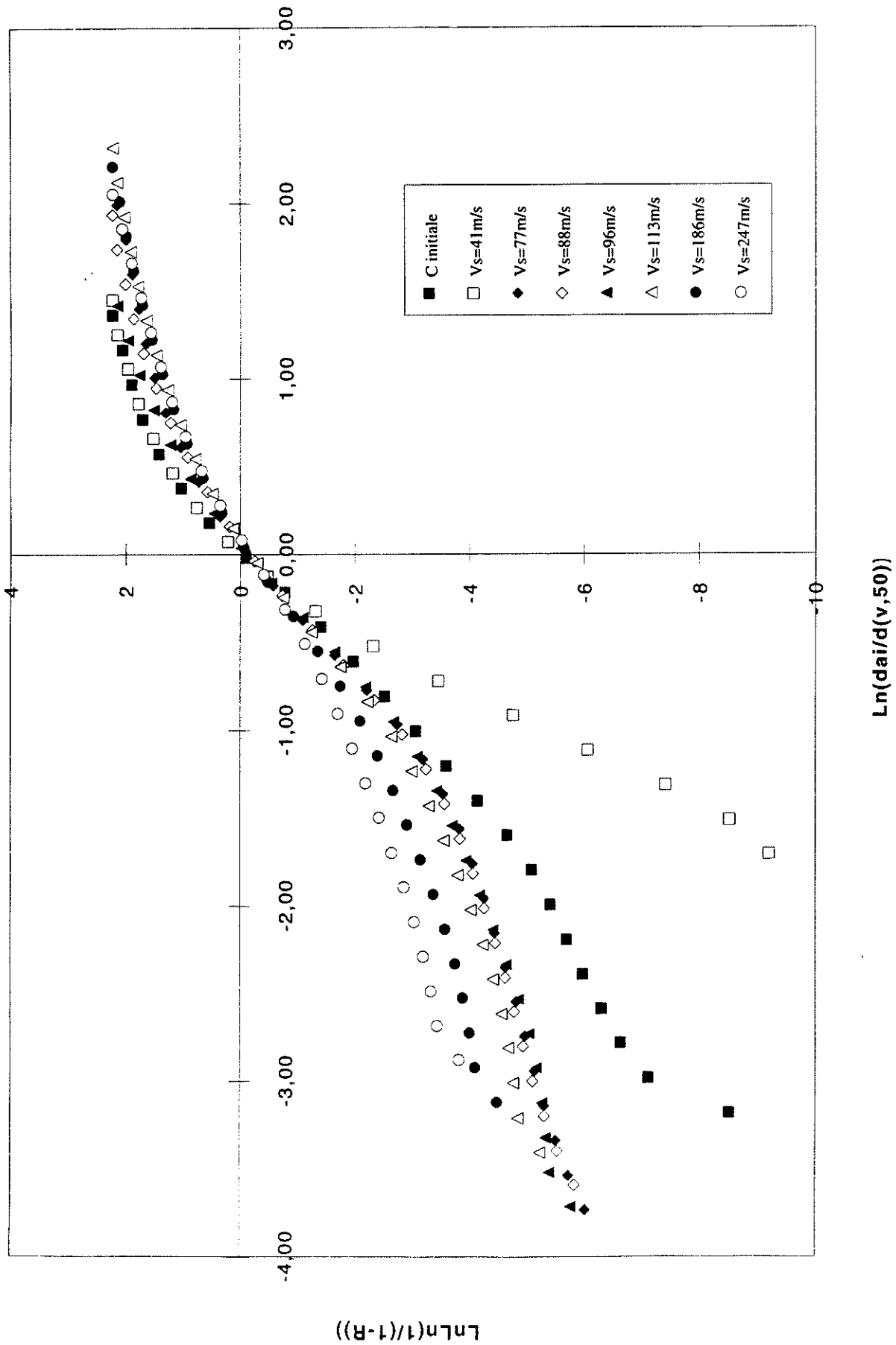


**ANNEXE 9 : Evolution des histogrammes de l'alumine B**

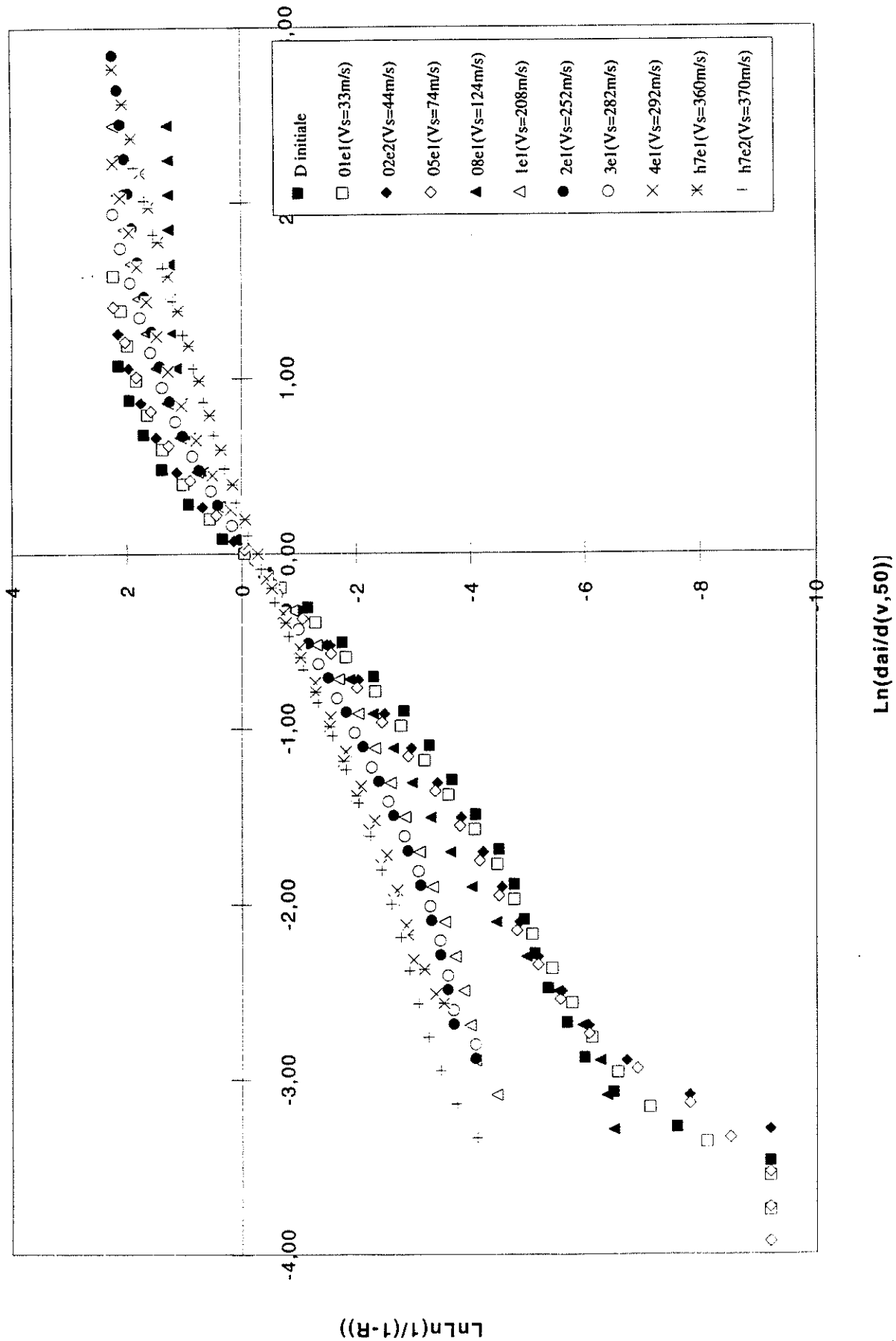




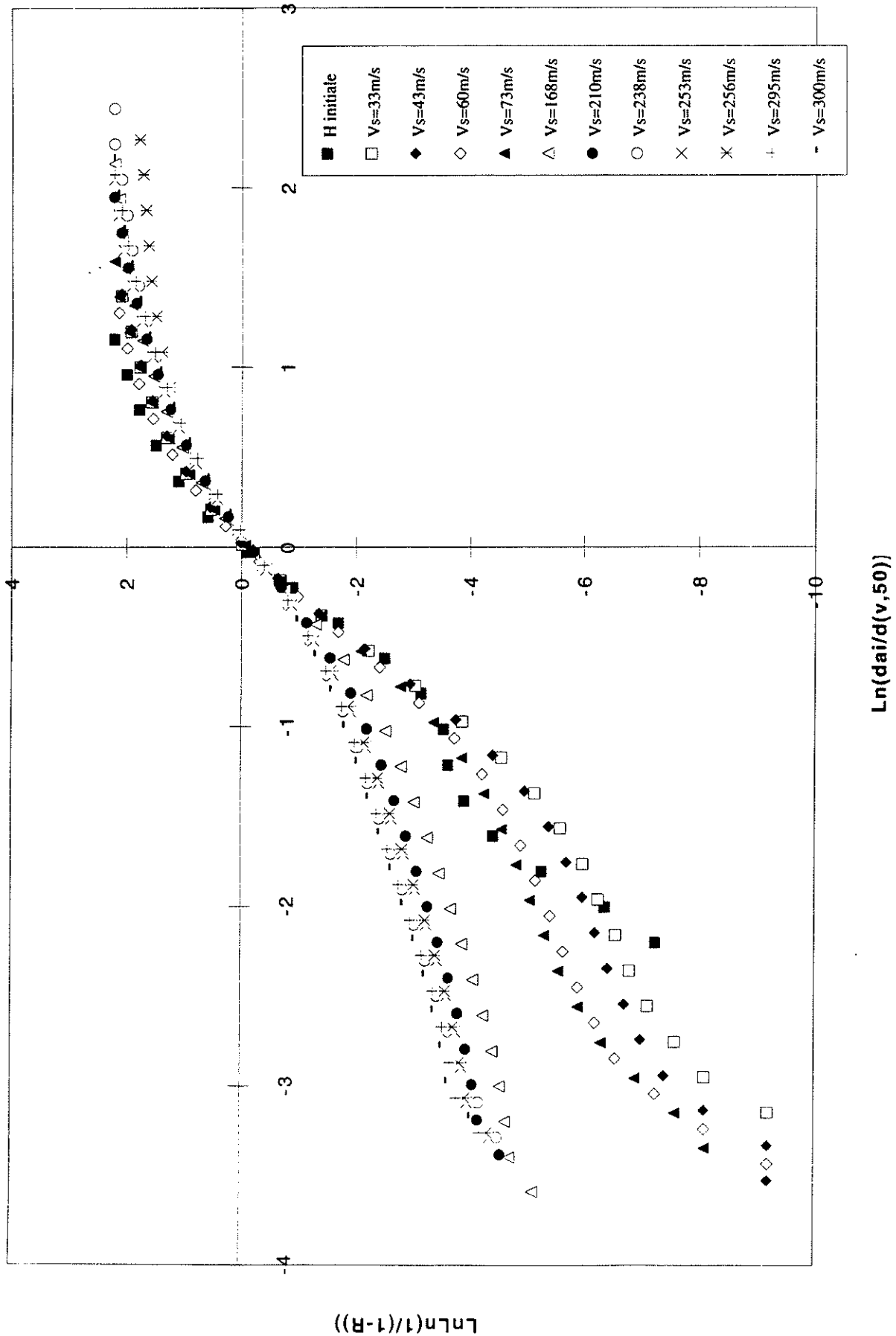
**ANNEXE 9 : Evolution des histogrammes de l'alumine C**



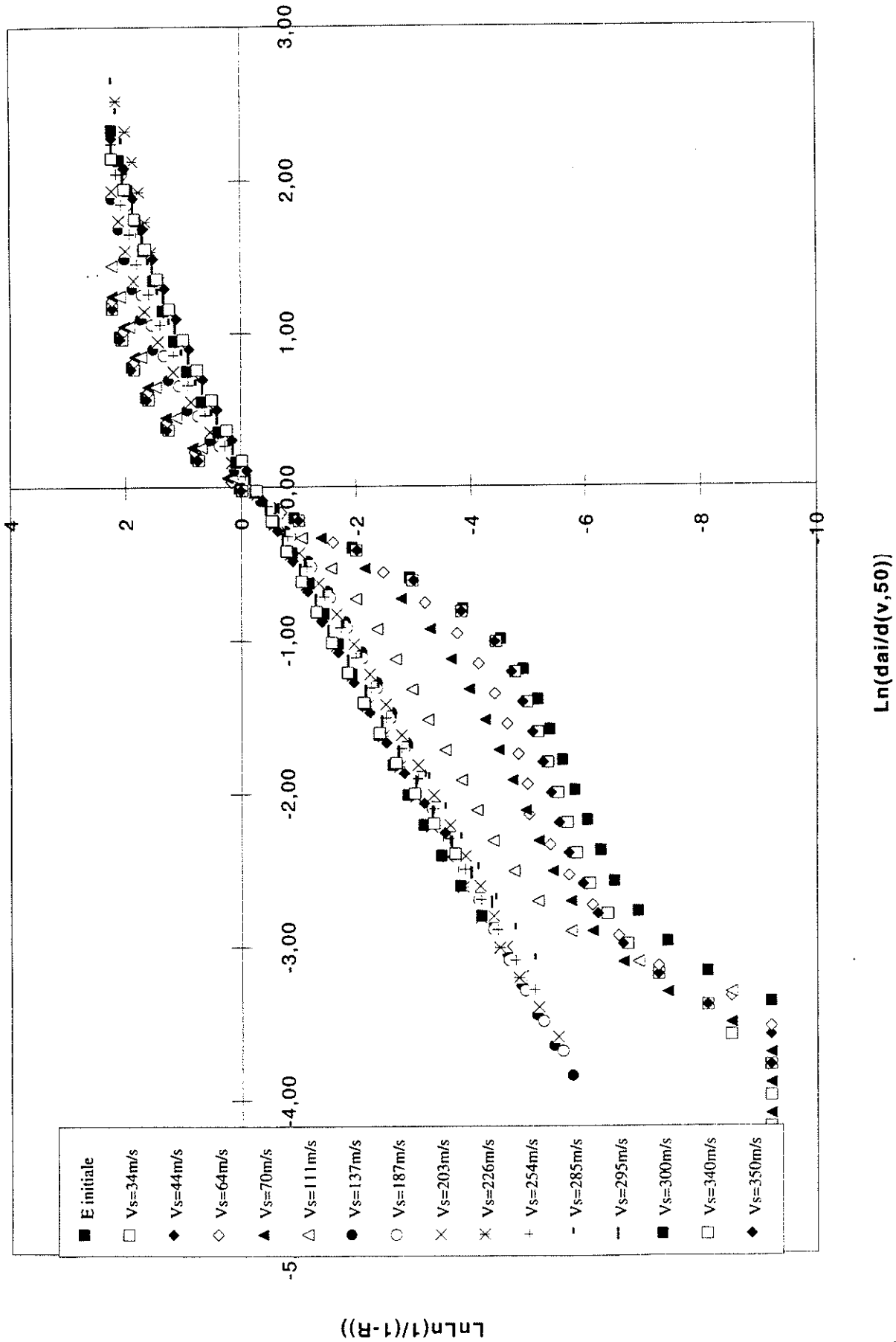
**ANNEXE 9 : Evolution des histogrammes de l'alumine D**



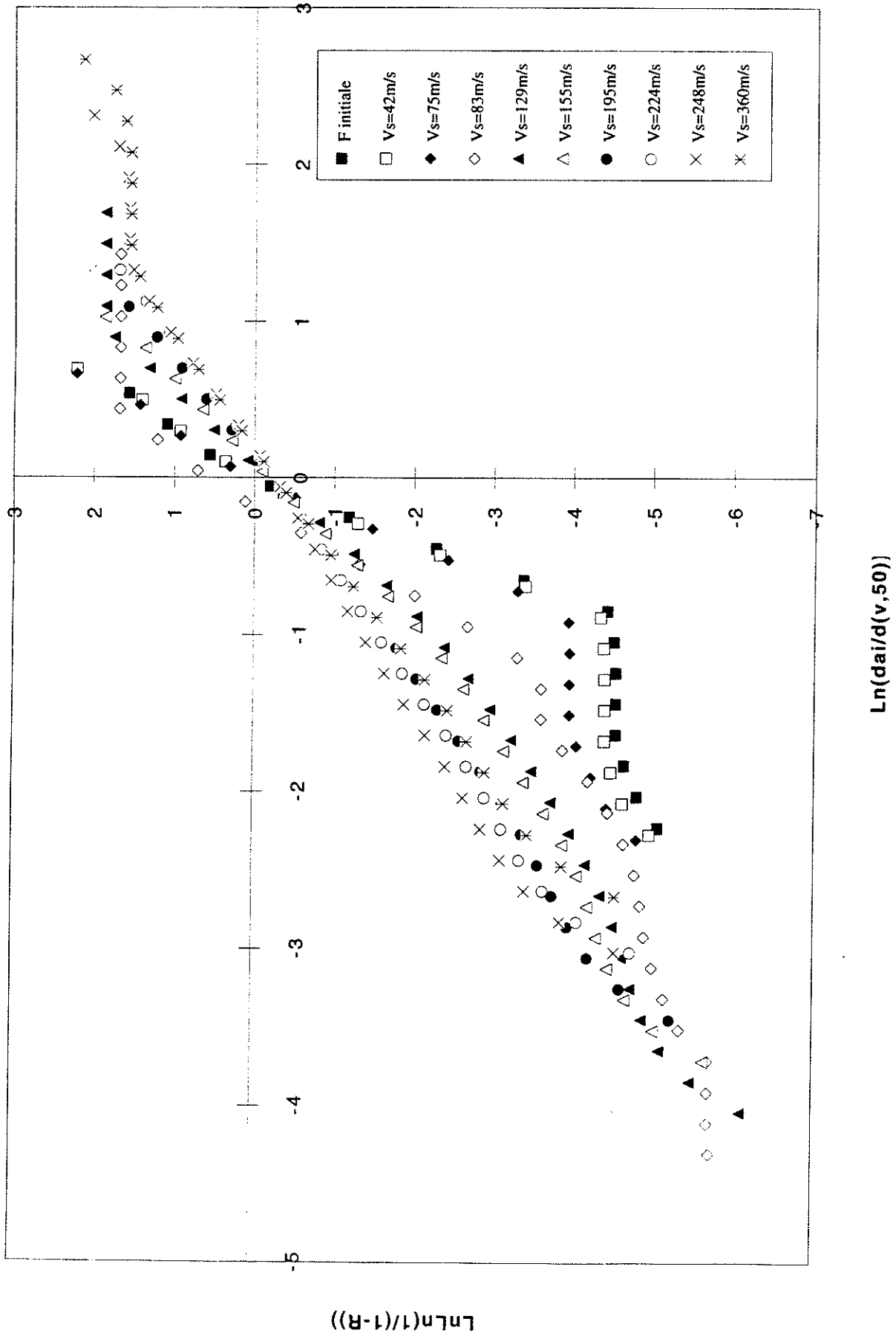
**ANNEXE 9 : Evolution des histogrammes de l'alumine H**



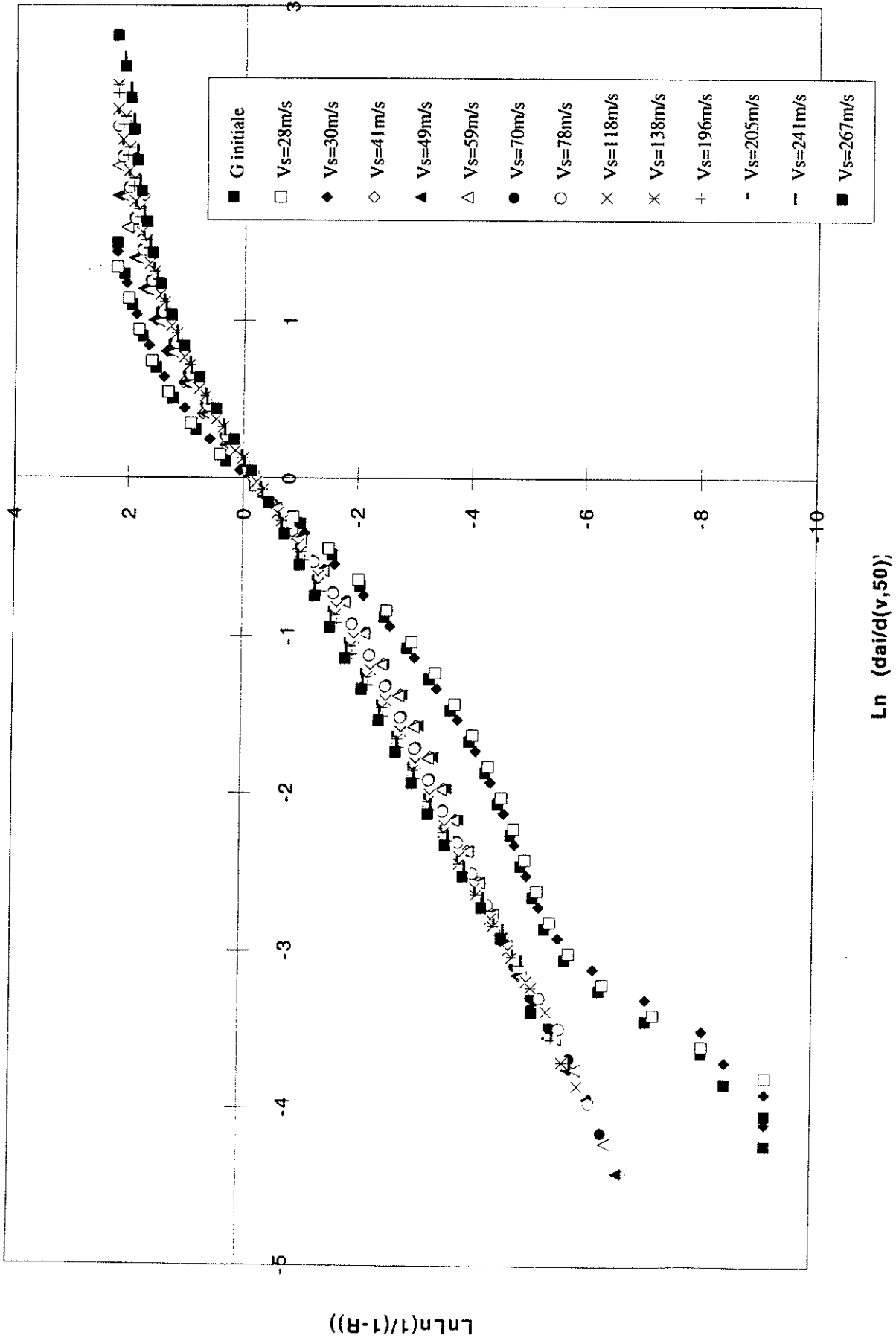
**ANNEXE 9 : Evolution des histogrammes de l'hydrargillite E**



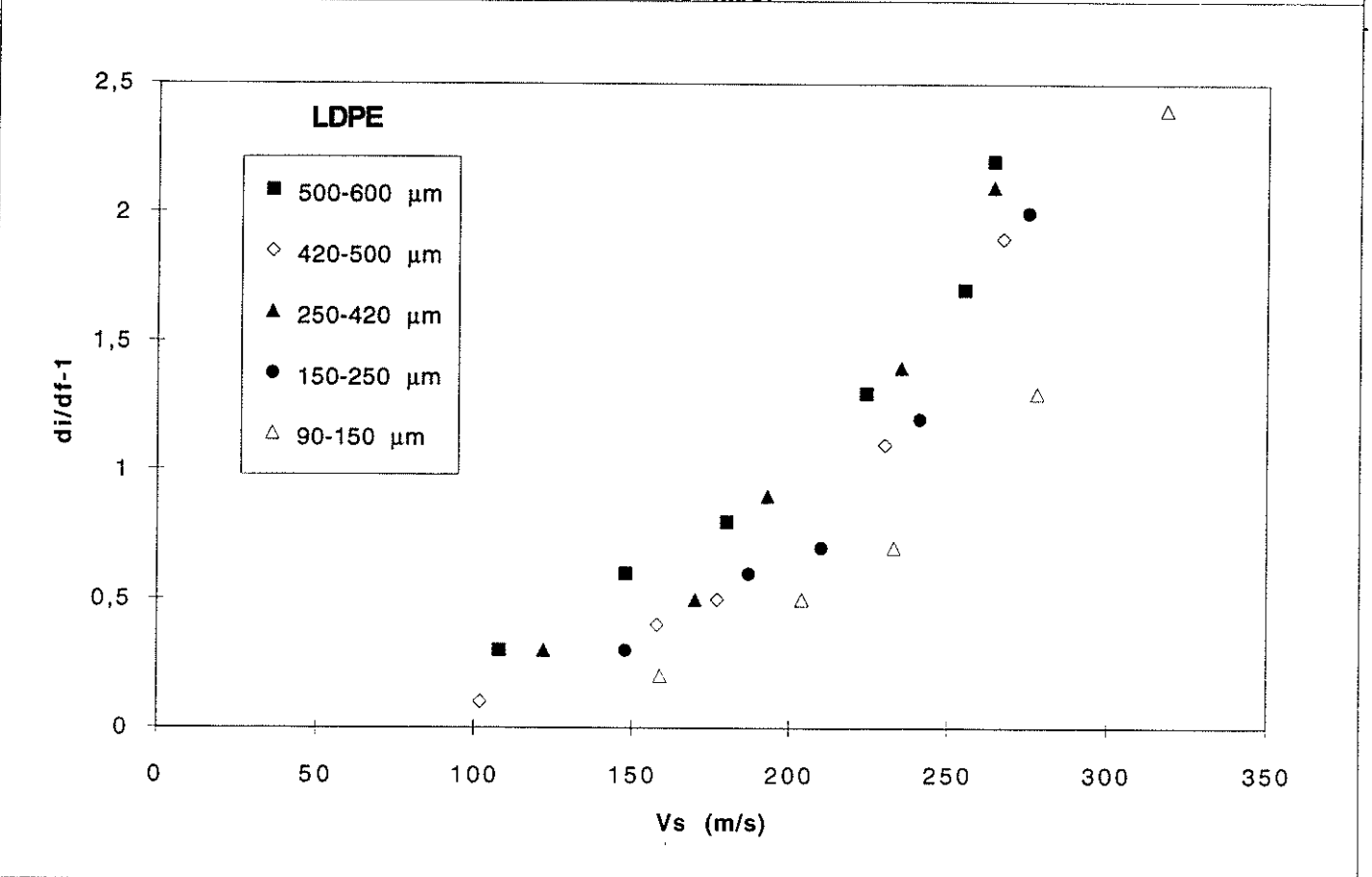
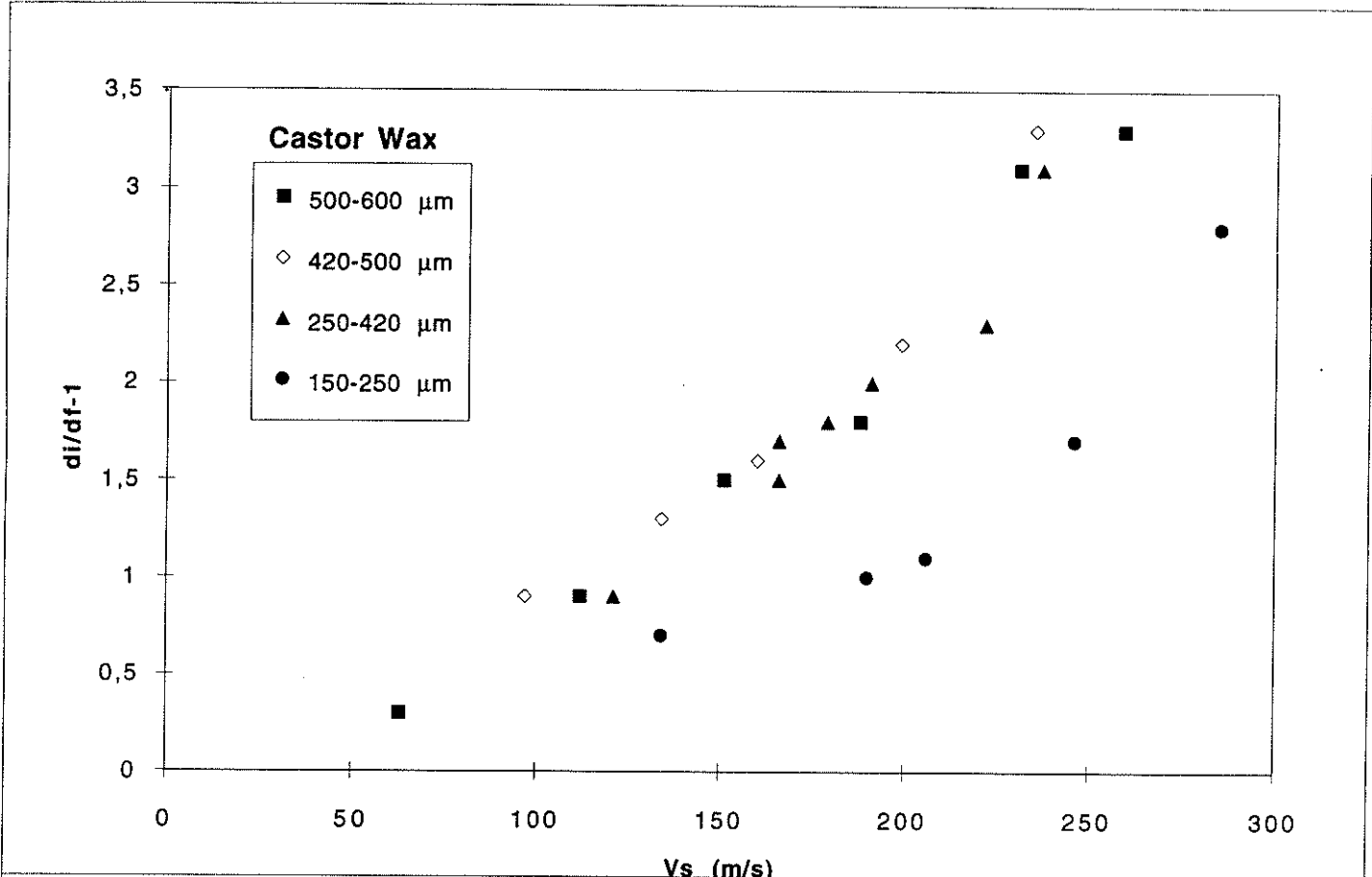
**ANNEXE 9 : Evolution des histogrammes de l'hydrargillite F**



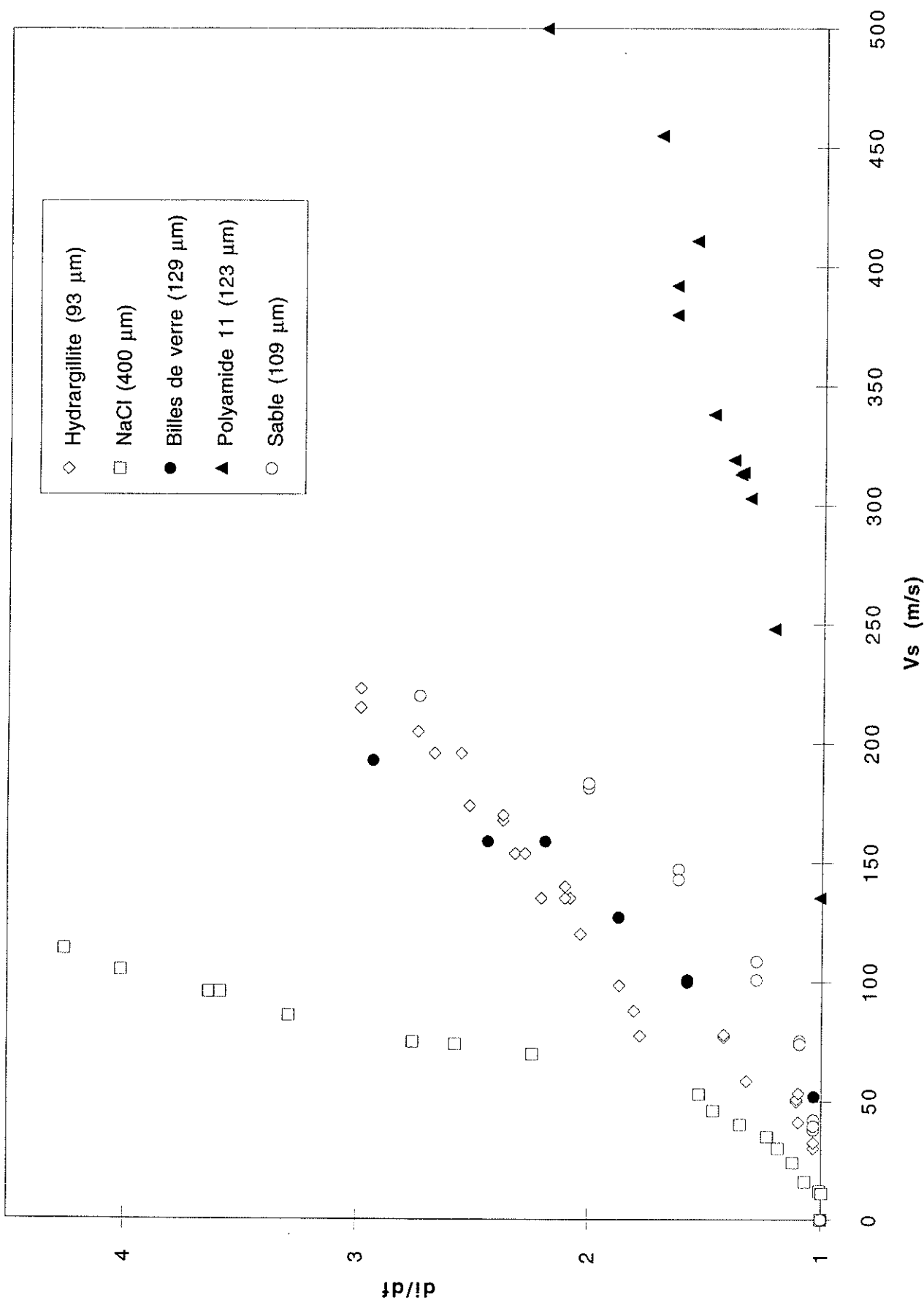
**ANNEXE 9 : Evolution des histogrammes de l'hydrargillite G**



**ANNEXE 9 : Profils de rupture du Castor Wax et du LDPE**

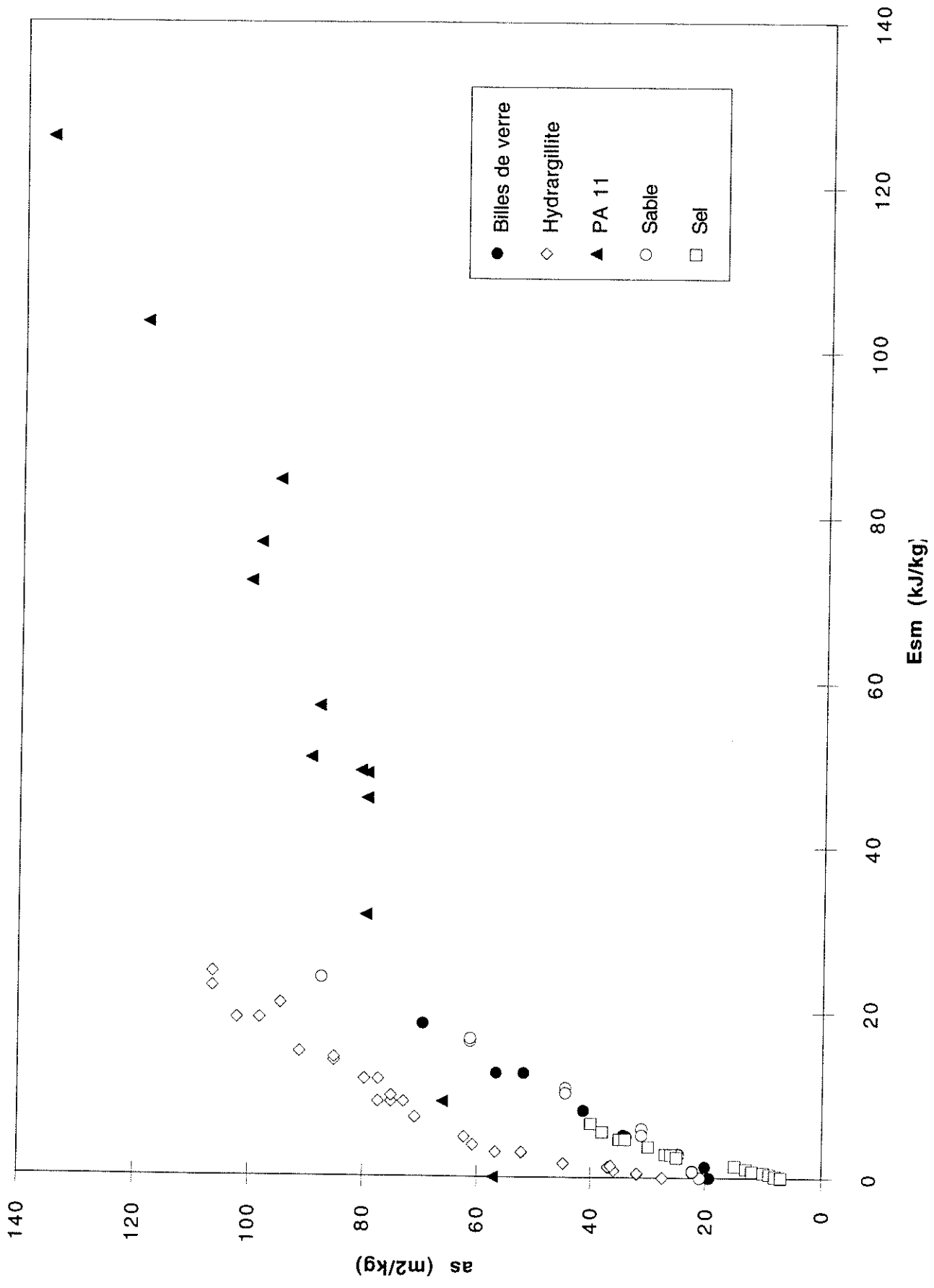


**ANNEXE 9 : Profils de rupture  $d_i/df$  vs.  $V_s$  pour 5 matériaux**





**ANNEXE 9 : Profils de rupture as vs. Esm pour 5 matériaux**



**ANNEXE 9 : Profils de rupture as vs. Esm pour 5 matériaux**

