N°d'ordre: 161 Année : 2011

Université de Technologie de Belfort-Montbéliard

Ecole Doctorale Sciences Pour l'Ingénieur et Microtechniques

THESE

Présentée pour obtenir le grade de

Docteur de l'Université de Franche-Comté et de l'Université de Technologie de Belfort-Montbéliard en Sciences pour l'ingénieur option Matériaux

Présentée et soutenue publiquement le 22 juillet 2011 par

Othmane KHATIM

Contribution à la compréhension et à la maîtrise du procédé d'atomisation de métal liquide

Rapporteurs

Monsieur **Ludovic HALLO**, chercheur CEA, Université de Bordeaux, Bordeaux
Monsieur **Arthur SOUCEMARIANADIN**, Professeur, Université Joseph Fourier, Grenoble

Examinateurs

Monsieur **Lüder GERKING**, Nanoval GmbH&Co. KG, Berlin, Allemagne
Monsieur **Jean-François GLEZ**, AUBERT & DUVAL, Imphy, France
Monsieur **Yannick BAILLY**, Professeur, Université de Franche Comté, Belfort
Monsieur **Christian CODDET**, Professeur, LERMPS-UTBM, Belfort
Madame **Marie-Pierre PLANCHE**, Maître de Conférences, HDR, LERMPS-UTBM, Belfort

Remerciement

J'adresse mes sincères remerciements à M. Christian Coddet, fondateur du Laboratoire d'Etude et de Recherche sur les Matériaux les Procédés et les Surfaces LERMPS), pour son accueil au sein du Laboratoire et pour ses qualités pédagogiques et scientifiques. Je lui adresse toute ma gratitude. J'associe à mes remerciements M. Ghislain Montavon, l'actuel directeur du laboratoire LERMPS.

J'adresse mes remerciements les plus chaleureux à Mme Marie-Pierre Planche pour son aide quotidienne tout au long de ce travail de thèse, et je lui suis reconnaissant pour tous les précieux conseils qu'elle m'a donnés et pour toute la confiance qu'elle m'a témoignée.

Je souhaite remercier également M. Yannick Bailly, de l'institut FEMTO-ST, pour sa disponibilité, son aide et sa précieuse contribution à la réalisation de ces travaux de recherche.

Je remercie les membres du jury qui m'ont fait l'honneur de juger ce travail, M. Hanlin Liao pour avoir présidé le jury de cette thèse, les rapporteurs M. Arthur SOUCEMARIANADIN et M. Ludovic HALLO, pour l'intérêt qu'ils ont porté à ces travaux, ainsi que M. Lüder GERKING et M. Jean-François GLEZ.

Ces années passées au sein du laboratoire n'auraient pas été celles qu'elles ont été sans Jean-Louis et son épouse, Rodolphe pour son aide précieuse dans la partie modélisation, Lucas pour sa vivacité et son aide à la réalisation des expériences, Nanan, Yoann, Marie-Alberic, Olivier, Fu, Martine, Pascale, Pierre, Imane, Farida, Soumia, Nouredine, Khaled, Amina, David, Victor, Camélia, Frédérique et tous mes amis chinois. L'environnement du LERMPS a été propice à un développement scientifique et personnel, grâce à une ambiance conviviale et chaleureuse, créée par l'ensemble de ses membres.

Merci à Si Nasr et Souad. C'est avec grand plaisir que vous êtes rentrés dans ma vie. Salima, Nadhir et Pascal du laboratoires M3M pour leur soutien et gentillesse sans fin.

Enfin je remercie mes parents, tout ma famille pour leur soutien tout au long de ces années d'études et sans lesquels je n'en serai pas là aujourd'hui.

A Mes parents, mes frères et sœurs

A Si Nasr, Souad et leur petite famille

Nomenclature

Symbole	**Signification**	**Unités**
Re	Nombre de Reynolds	[-]
We	Nombre de Weber	[-]
We_A	Nombre de Weber aérodynamique	[-]
Oh	Nombre d'Ohnesorge	[-]
ρ	Masse volumique	[kg/m^3]
ρ_G	Masse volumique du gaz	[kg/m^3]
ρ_l	Masse volumique du liquide	[kg/m^3]
ρ_M	Masse volumique du métal liquide	[kg/m^3]
h	Hauteur hydrostatique	[m]
h_M	Hauteur statique entre la surface du bain et la sortie de la buse de coulée	[m]
U	Vitesse du fluide	[m/s]
ΔU	Vitesse relative entre gaz et liquide	[m/s]
V_M	Vitesse de métal liquide	[m/s]
D	Diamètre de la buse d'atomisation	[m]
η	Viscosité dynamique du fluide	[Pa.s]
σ	Tension de surface	[N/m]
λ_R	Amplitude des ondes à l'interface	[m]
d_j	Diamètre du jet	[m]
d_M	Diamètre du monofil	[m]
$HPGA$	High Pressure Gas Atomization	[-]
M	Masse molaire du gaz d'atomisation	[kg/mol]
g	Constante de gravitation	[m/s²]
R	Rayon de courbure de monofil de métal liquide	[m]
ΔP	Dépression à l'extrémité de la buse de coulée	[Pa]
MMD	Diamètre moyen (d_{50})	[m]
K_D	Constante qui dépend des matériaux utilisés	[-]

$P_{Chambre}$	Pression de la chambre d'atomisation	[Pa]
$P_{Autoclave}$	Pression statique du flux libre	[Pa]
P_{amont}	Pression amont	[Pa]
P_{aval}	Pression en aval	[Pa]
$\dot{m}_l$	Débit massique du métal liquide	[g/s]
$\dot{m}_g$	Débit massique de l'écoulement gazeux	[g/s]
φ	Nombre de frottement de la buse	[-]
VOF	Volume Of Fluid	[-]
T	Température	[K]
M_a	Nombre de Mach	[-]
γ	Rapport des capacités calorifiques à pression constant et volume constant	[-]
κ	Coefficient isentropique du gaz	[-]
$\tau_{étalement}$	Taux d'étalement	[-]
p	Périmètre des gouttelettes étalées	[m]
A	Aire des gouttelettes étalées	[m²]
D_{eq}	Diamètre équivalent de la gouttelette écrasée	[m]
d_{moy}	Diamètre moyen de la gouttelette écrasée	[m]
h	Epaisseur de la gouttelette écrasée	[m]
PIV	Particle Image Velocimetry	[-]
Γ	Terme de diffusion	[-]
S	Terme source	[-]
$T_{statique}$	Température statique au col de la buse De Laval	[K]
$T_{ambiante}$	Température ambiante en sortie de la buse De Laval	[K]
$V_{sonique}$	Vitesse sonique en sortie de la buse De Laval	[m/s]
$V_{supersonique}$	Vitesse supersonique en sortie de buse	[m/s]
τ	Contrainte de cisaillement	[Pa]
x	Distance depuis la sortie de la buse	[m]
V_{80}	Vitesse mesuré à 80 mm en aval de la buse De Laval	[m/s]
V_{500}	Vitesse mesuré à 500 mm en aval de la buse De Laval	[m/s]
$V_{centerline}$	Vitesse de particule le long de l'axe de l'écoulement	[m/s]

Table des matières

Remerciement 3
Nomenclature 5
Table des matières 7
Introduction générale 11
Chapitre I 15
Etude bibliographique 15
I) Différents procédés de fabrication de poudre métallique 15
I 1. Procédé mécanique 15
I 2. Procédé chimique 17
I 3. Procédé physique 18
II) Atomisation de jets liquides 18
II 1. Qu'est-ce que l'atomisation ? 18
II 2. Atomisation des jets liquides dans un milieu gazeux au repos 20
II 2 a. Nombres adimensionnels caractéristiques d'un jet liquide 20
a. Nombres de Reynolds 21
b. Nombre de Weber 21
c. Nombre d'Ohnesorge Oh 22
II 2 b. Régimes de rupture d'un jet liquide 22
a. Régime de Rayleigh 22
b. Régime de rupture par 1ère action dynamique 23
c. Régime de rupture par 2ème action dynamique 23
d. Régime d'atomisation 23
II 3. Atomisation des jets liquides au sein d'un courant gazeux 24
II 3 a. Rupture de Rayleigh: ($We_A < 25$) 26
II 3 b. Rupture membranaire : ($25 < We_A < 80$) 26
II 3 c. Rupture de fibre : ($We_A > 80$) 26
II 3 d. Rupture superpulsant : ($Re/WeA0,5 < 100$) 26
III) Atomisation de métal liquide 27
III 1. Différents procédés d'atomisation 27
III 1 a. Atomiseur type Free Fall : 29
III 1 b. Atomiseur type Close-Coupled 30
III 2. Atomisation de métal liquide sous haute pression 31
III 2 a. Le système d'atomisation Nanoval 31
IV) Modélisation appliquée à l'atomisation de jets métalliques 34
IV 1. Ecoulement du gaz à proximité de l'unité d'atomisation 35

IV 2. Ecoulement du métal liquide à travers la buse de coulée 40
IV 3. Interaction de l'écoulement gazeux avec le métal liquide 42
IV 4. Techniques de diagnostics applicables à l'atomisation de jets liquides 43
IV 4 a. Strioscopie 43
IV 4 b. Ombroscopie 45
IV 4 c. DPV2000 46
IV 4 d. Vélocimétrie par Images de Particules 47
Conclusion 49
Chapitre II 50
Système Nanoval et dispositifs expérimentaux 51
I) Installation Nanoval® 51
I 1. Description de l'installation Nanoval ® 51
I 1 a. Creuset 53
I 1 b. Chauffage par induction 53
I 1 c. Unité d'atomisation 54
I 1 d. Chambre d'atomisation 55
I 1 e. Pots de récupération de la poudre 56
I 2. Fonctionnement de la tour d'atomisation 56
I 2 a. Phase de préparation 56
I 2 b. Phase de fusion 56
I 2 c. Phase de pressurisation 57
I 2 d. Phase de coulée 58
I 2 e. Phase d'atomisation 59
I 2 f. Phase de solidification 59
II) Moyen de diagnostic des particules in-situ dans la chambre d'atomisation 59
II 1. Diagnostic par Vélocimétrie par Image de Particules (PIV) 59
II 1 a. Principe de la méthode de mesure PIV 60
II 1 b. Dispositif expérimental du système PIV 60
II 1 c. Source lumineuse du système PIV 61
II 1 d. Dispositif d'enregistrement du système PIV 62
II 1 e. Synchroniseur du système PIV 63
II 1 f. Traitement des données PIV 63
II 1 g. Adaptation du système PIV à la tour d'atomisation 64
II 2. Collecte des gouttelettes de métal dans la chambre d'atomisation 68
II 2 a. Dispositif expérimental 68
II 2 b. Préparation des substrats 70
II 2 c. Observation et analyse des écrasements 70
II 2 d. Détermination du diamètre et de l'épaisseur des écrasements collectés sur un substrat en inox : 71
II 3. Taille et distribution de la poudre produite 73
Conclusion 74
Chapitre III 77
Résultats numériques 77

I) Introduction 77
II) Approche monophasique 83
II 1. Définition des paramètres de calcul 83
II 1 a. Description du domaine de calcul 83
II 1 b. Maillage du domaine de calcul 85
II 2. Résultats des calculs 86
II 2 a. Etude de la condition sonique 86
II 2 b. Evolution du champ de pressions, de vitesses et de températures de l'écoulement gazeux argon sous la buse De Laval pour différentes pressions d'atomisation 90
II 2 c. Evolution de la vitesse de l'écoulement gazeux à proximité de la buse De Laval à différentes débits massiques (pressions) du jet de gaz 93
II 2 d. Effet de la contre-pression sur la vitesse de l'écoulement gazeux 97
Conclusion 100
III) Approche diphasique 101
III 1. Définition des paramètres de calcul 101
III 1 a. Description du domaine de calcul 101
III 1 b. Maillage de la géométrie du domaine de calcul 102
III 1 c. Méthodologie de calcul en diphasique 104
III 2. Résultats des calculs 105
III 2 a. Etude de la constriction du filament de métal liquide à Mach < 1 107
III 2 b. Etude de la constriction du filament de métal liquide à Mach > 1 109
III 2 c. Evolution du rayon du filament de métal liquide en fonction des débits massiques 111
Conclusion 115
Chapitre IV 117
Résultats expérimentaux 117
Partie I : Résultats de vitesses des particules par technique PIV 117
I) Protocole d'exploitation des données PIV 117
I 1. Traitement préliminaire 117
I 2. Correction des données brutes 118
- Transposition des données dans le repère du laboratoire : 118
- Pour les observations basses à x ~ 500 mm : 118

I 3. Grandeurs retenus pour l'exploitation 119
- Les vitesses à x ~ 500 mm notées V500 : 119
- Les vitesses à x ~ 80 mm, notées V80 : 119
- L'amplitude de vitesse le long de l'axe Ox, noté $V_{centerline}$: 119
- Les profils de vitesse dans une section du jet : 119

I 4. Conditions opératoires 120
II) Résultats expérimentaux 120
II 1. Influence de la pression d'atomisation 120
II 1 a. Impact de la montée en pression au cours de l'atomisation 120

II 1 b. Evolution de la vitesse des particules sur la phase stabilisée pour différentes pressions d'atomisation 125
II 2. Influence de la nature du matériau 128
II 3. Influence de la contre–pression sur l'amplitude des vitesses des particules le long de l'axe principal d'atomisation 130
II 4. Influence du diamètre de la buse de coulée sur les vitesses moyennes des particules 132
Conclusion 134
Partie II : Résultats sur les analyses d'écrasement de particules 136
I) Morphologie des écrasements 136
I 1. Évolution des caractéristiques des écrasements en fonction de la durée d'atomisation ... 137
I 2. Évolution des caractéristiques des écrasements en fonction des pressions d'atomisation 139
I 3. Estimation de la taille des particules de cuivre à partir des analyses sur les facteurs d'écrasement 142
I 4. Évolution des diamètres des écrasements en fonction du diamètre de la buse de coulée : 144
I 5. Évolution du diamètre des écrasements en fonction de la nature du matériau à atomiser 147
Conclusion 149
Partie III : Résultats d'analyse de poudre 151
II) Choix de l'alliage FeAl 151
III) Protocole expérimental 152
IV) Résultats expérimentaux 152
IV 1. Analyse de composition de la charge métallique contenue dans le creuset 152
IV 2. Analyses de la morphologie des particules FeAl 154
IV 3. Analyse de la composition des poudres en fonction de la durée d'atomisation 155
IV 4. Effet de la contre-pression sur la distribution granulométrique 158
Conclusion 159
Conclusion générale 160
Conclusion générale 163
Références 168
Liste des figures 173

Introduction générale

La demande croissante en poudres métalliques dotées de compositions spécifiques utilisées en projection thermique ou en fabrication rapide (fusion laser), ouvre de nouveaux horizons tant en terme de développement de nouveaux procédés d'élaboration de poudre qu'en terme d'optimisation des procédés existants. Les pièces produites à partir des caractéristiques de ces poudres revêtent des niveaux de performance et de qualité élevés avec un coût et un temps de production réduits.

Plusieurs procédés d'élaboration de poudre existent tels que le procédé Sol-gel par voie chimique, le broyage mécanique et l'atomisation de métal liquide par voie physique. Actuellement, les poudres atomisées représentent plus de 60% en masse de toutes les poudres produites et les capacités mondiales sont estimées à un million de tonnes par an. Parmi les techniques d'atomisation de métal liquide, l'atomisation métallique sous jet gazeux émerge depuis la première moitié du XXème siècle et offre divers avantages (taille fine, morphologie sphérique, …). En revanche cette technique est consommatrice d'énergie si bien qu'à l'heure où la consommation énergétique est devenue un critère incontournable de développement des systèmes industriels, l'amélioration et l'optimisation de ces procédés d'atomisation nécessitent de répondre simultanément aux exigences liées à l'augmentation du rendement de l'atomisation, à la diminution de la consommation de gaz et à la parfaite maîtrise de la distribution granulométrique.

Le laboratoire LERMPS-UTBM possède une installation semi-industrielle de production de poudres métalliques équipée d'un système Nanoval (ajout d'une buse De Laval sous la buse de coulée). Ce procédé est considéré comme l'un des plus performants pour la production de poudre métallique en termes de distributions granulométriques et de consommation.

C'est dans ce contexte que s'inscrit ce travail de thèse : apporter une contribution à la compréhension et à la maîtrise du fonctionnement de la tour d'atomisation Nanoval. Deux approches accompagnent cet objectif de travail :

- Une approche modélisation qui s'intéresse au développement d'un modèle numérique relatif aux mécanismes engendrés par ce procédé sur le plan monophasique avec une description de la dynamique du jet de gaz dans la chambre d'atomisation et sur le plan diphasique avec une étude de l'interface métal liquide/gaz à proximité de la buse de coulée ;
- Une approche expérimentale qui s'intéresse à la mise en place d'outils de diagnostics in-situ adaptés au procédé d'atomisation et permettant des mesures au cours de l'atomisation.

Ainsi, l'apport combiné du diagnostic in-situ et de la modélisation doit permettre d'établir des relations entre les phénomènes physiques opérant en cours du procédé et les paramètres opératoires et devrait aboutir à terme à choisir les orientations en matière d'amélioration et d'optimisation du système.

Cette thèse s'organise en quatre chapitres :

- Le premier chapitre est consacré à l'étude bibliographique des divers procédés de production de poudres métalliques, essentiellement ceux travaillant sous jets gazeux. Les différentes unités d'atomisation fonctionnant sous haute pression sont largement détaillées. Ensuite, les différents travaux et résultats obtenus soit par expérimentation soit par modélisation sont présentés avec une part importante dédiée aux modèles et aux différents systèmes de mesure applicables à ce procédé ;
- Le deuxième chapitre concerne la présentation de l'installation d'atomisation Nanoval ® présente au Laboratoire LERMPS et la présentation des outils de diagnostic utilisés pour la caractérisation des poudres produites ;
- Le troisième chapitre se focalise sur le développement d'un modèle numérique sous Fluent permettant de prendre en compte l'approche monophasique et diphasique du procédé d'atomisation. Ce chapitre est divisé en deux parties : une première partie est consacrée aux calculs monophasiques précisant les caractéristiques de l'écoulement de gaz dans l'unité d'atomisation et à sa sortie dans la chambre d'atomisation à proximité de la buse De Laval et permettant de définir les profils de vitesse, température, pression en fonction des conditions opératoires. Une deuxième partie s'intéresse aux calculs diphasiques par l'étude de l'interface métal

liquide/gaz à proximité de la buse de coulée. Les interactions entre les deux fluides sont étudiées et permettent de simuler la désintégration et l'atomisation du jet liquide sous la buse De Laval pour différents paramètres opératoires ;

- Le quatrième chapitre finalise ce travail et présente les principaux résultats expérimentaux. Trois parties composent ce chapitre : la première partie présente les résultats de la dynamique du jet d'atomisation par des vitesses de particules à proximité de la buse De Laval ; la deuxième partie expose les résultats d'écrasements obtenus dans la chambre d'atomisation ; la troisième et dernière partie est consacrée à l'analyse de la poudre produite. L'objectif de ce chapitre est de déterminer, d'un point de vue expérimental, l'effet des paramètres opératoires sur les caractéristiques des particules à l'impact sur une surface mais cherche aussi à faire le lien avec les résultats numériques.

La conclusion met en avant les originalités de ce travail et récapitule les principaux résultats obtenus en expérimental et en numérique. Des perspectives sont finalement proposées.

Chapitre I
Etude bibliographique

Chapitre I

Etude bibliographique

Cette étude bibliographique porte sur les divers procédés de production de poudres métalliques. Une attention spéciale est donnée aux procédés d'atomisation et en particulier à ceux travaillant sous jets gazeux. Dans ce cadre, les différentes unités d'atomisation fonctionnant sous haute pression sont largement abordées. Ensuite, les différents travaux et résultats obtenus soit par modélisation soit par expérimentation visant à améliorer la compréhension des mécanismes mis en jeu par ces procédés sont présentés. Pour la partie numérique, les modèles mono et diphasiques sont successivement décrits. Finalement, la partie expérimentale concerne d'une part les différents systèmes de mesure mis en place pour une caractérisation des phénomènes physiques et d'autre part les résultats obtenus par ces techniques.

I) Différents procédés de fabrication de poudre métallique

Les poudres métalliques élémentaires (pures), ou sous forme d'alliages, sont la matière première de nombreuses applications industrielles (projection thermique, fusion laser…). L'élaboration de ces poudres métalliques peut être réalisée par plusieurs méthodes de fabrication. On distingue trois grandes familles d'élaboration de poudre métallique : les procédés mécaniques, essentiellement par broyage ou mécanosynthèse, les procédés chimiques, et enfin les procédés physiques essentiellement par atomisation. Chacune de ces méthodes d'élaboration a un impact sur les caractéristiques des poudres produites (distribution de particules, morphologie, microstructure…).

I 1. Procédé mécanique

Le broyage mécanique est un procédé utilisé depuis la préhistoire pour réduire en poudre des matériaux. Souvent utilisé pour les métaux fragiles, le broyage permet la synthèse de composés sous forme de poudre de taille variant de quelques millimètres à quelques nanomètres. Depuis les années 80, la mécanosynthèse, ou broyage à haute énergie, est développée pour la fabrication de nouveaux matériaux nanostructurés tels que les composites ou les intermétalliques à mémoire de forme **[Li 98 ; Kleiner 05]**. La Figure I.1 illustre une unité de broyage à haute énergie. Le

principe du broyage à haute énergie consiste à appliquer une pression mécanique sur des particules qui subissent des forces de compression, de cisaillement, de laminage et d'usure par frottement.

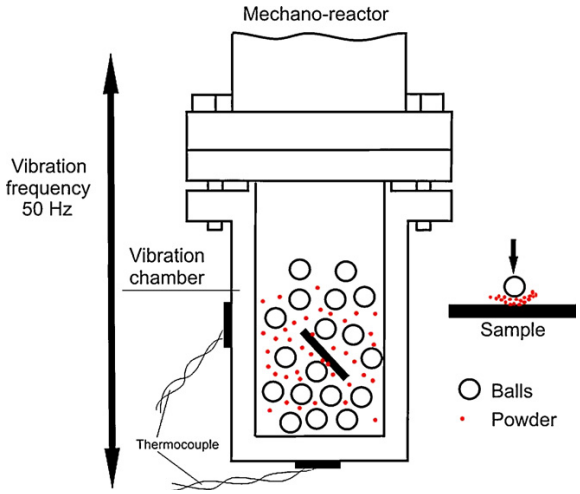


Figure I.1 : Schéma de principe d'une unité de broyage à haute énergie **[Romankov 2009]**

Le broyage à haute énergie permet aussi l'incorporation de nanoparticules de type céramique ou intermétallique par exemple dans des particules de matériaux ductiles **[Gaffet 98]**. Ce procédé permet l'enrobage partiel ou complet d'une poudre par une autre. La Figure I.2 présente un schéma de principe d'incorporation de nanoparticules par mécanosynthèse.

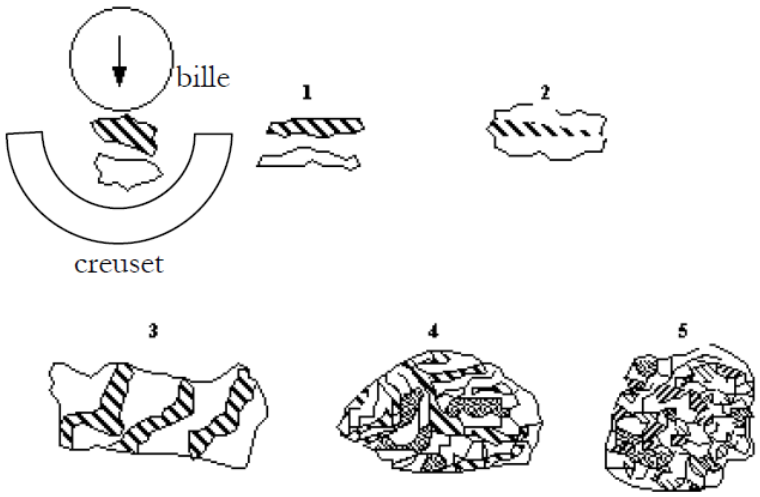


Figure I.2 : Schéma de principe d'incorporation de particules par mécanosynthèse, ou alternance de déformations plastiques, fractures, collages **[Gaffet 98]**

Dans ce cas de figure, il y a alternance de plusieurs mécanismes tels que la déformation plastique (Figure I.2-3), les fractures (Figure I.2-4) et enfin le collage

(Figure I.2-5). L'enrobage dépend de plusieurs paramètres liés aux caractéristiques des poudres initiales (taille, nature et morphologie), ainsi qu'aux paramètres opératoires du procédé mécanique **[Gaffet 98]**.

I 2. Procédé chimique

La voie chimique reste la voie la plus efficace pour l'élaboration de poudres de propriétés et de caractéristiques spécifiques. Le principe des méthodes d'élaboration par voie chimique consiste à faire intervenir un réactant et un réactif. Le procédé sol-gel s'impose comme la méthode d'élaboration des matériaux métalliques par voie chimique. On définit un sol comme étant constitué de particules métalliques en suspension dans un solvant organique **[Livage 00]**. Ces particules en suspension vont subir deux transformations successives. La première étape est la solvatation (polymérisation) : les particules vont être entourées de molécules du solvant formant ainsi un gel. La stabilité du sol est conditionnée par plusieurs types d'interactions : physique (force de Van der Waals), chimique (liaison hydrogène..), et enfin électrostatique. La seconde étape, après évaporation du solvant par séchage (conventionnel) dans des conditions normales de température et de pression, génère un effondrement de la structure et on obtient une poudre (Figure I-3) **[Livage 00]**.

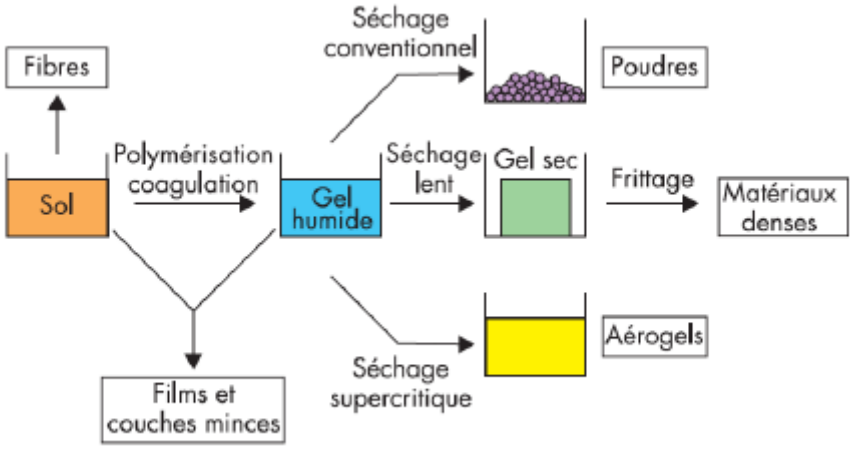


Figure I.3 : Représentation des différentes étapes du procédé sol-gel **[Livage 00]**

Cette technique permet l'élaboration de poudres fines, de taille nanométrique, avec une morphologie sphérique. Ce procédé d'élaboration, dit de chimie douce, possède plusieurs avantages :

- La production de matériaux, tels que les céramiques et les silicates, à des températures relativement basses ;
- La synthèse de poudres avec des composés en solution tout au long des différentes étapes du procédé. Ceci permet une homogénéité des mélanges à l'échelle moléculaire, voire atomique, et donc une homogénéité de la poudre produite ;
- La possibilité de synthétiser et de produire des poudres métalliques à des puretés élevées ;
- Le faible coût des installations nécessaires dans le cas d'un procédé chimique en phase liquide comparativement aux procédés d'élaboration physiques.

En revanche, les procédés sol-gel ne sont évidemment pas compétitifs pour la production en grande quantité. A titre d'exemple, un kg de verre produit par la méthode sol-gel revient au moins cent fois plus cher que la même quantité de verre produite par procédés physiques **[Livage 00]**.

I 3. Procédé physique

Les procédés physiques sont essentiellement des procédés d'atomisation dont le principe consiste à faire couler un métal en fusion à travers une buse, et de le soumettre aux jets d'un fluide (eau, gaz, huile), dans le but de le pulvériser en fines gouttelettes.

II) Atomisation de jets liquides

II 1. Qu'est-ce que l'atomisation ?

Par définition, c'est l'ensemble des processus physiques qui participent à la transformation d'un fluide continu en un nuage de gouttelettes. Ce phénomène est rencontré dans des processus naturels, tels que les embruns ou les geysers. La Figure I.4 présente les embruns produits dans les crêtes des vagues sous l'effet de la vitesse du vent. Dans l'industrie, l'atomisation occupe une place très importante dans de nombreuses applications. En automobile, les moteurs diesel à injection directe sont équipés d'injecteurs de carburant qui le pulvérisent en fines gouttelettes dans la chambre de combustion. Elle intervient dans des applications du type sprays

pharmaceutiques ou produits de ménage (pistolets pulvérisateurs de produits d'entretien,…). On la trouve enfin en agriculture dans les arroseurs d'eau automatiques ou de produits chimiques.



Figure I.4 : Formation d'embruns sur les rivages sous l'effet du vent

Dans le cas d'un métal, la solidification de ces gouttelettes donne naissance aux particules de poudre. De nombreux procédés d'atomisation sont développés pour produire des poudres métalliques élémentaires (pures) ou sous forme d'alliages (atomisation par jet de gaz, atomisation par jet d'eau **[German 94]**, atomisation par ultrasons **[Fritsching 97]** et atomisation par centrifuges **[Liu 00]).**

De nombreuses études portent sur les mécanismes qui amènent à la formation de ligaments, et par la suite de gouttelettes. On distingue deux grandes théories sur la formation des gouttelettes par atomisation. La première théorie suppose la formation de tourbillons au sein de l'écoulement de la phase liquide **[Reitz 78]**. Cette turbulence apporte une énergie, en amont de l'unité d'atomisation, suffisamment grande par rapport à la tension de surface de la phase liquide, pour déformer l'interface liquide/gaz, et créer des ligaments qui donneront, par la suite, des gouttelettes. La deuxième théorie porte sur l'effet de la phase gazeuse dans le cas d'un écoulement diphasique liquide/gaz (écoulement parallèle). L'énergie cinétique apportée par le liquide et le gaz est suffisamment élevée par rapport à la tension de surface du liquide et permet la formation de gouttelettes.

Les premières études expérimentales ont commencé avec Savat en 1833, sur la taille des bulles sortant d'un orifice d'un jet circulaire **[Savat 33]**. Plateau et Rayleigh, dans les années 1873 et 1877, ont démontré l'existence d'une instabilité menant à la formation de gouttelettes à faible débit de la phase liquide. Weber a apporté une amélioration à la théorie de Rayleigh en introduisant la notion de viscosité du liquide **[Rayleigh 77]**. Il a montré que la viscosité apporte une stabilité au jet liquide. D'autres travaux ont suivi ces études, en partant du cas le plus simple, la pulvérisation des liquides dans les milieux gazeux stationnaires (au repos) au cas le plus complexe en ajoutant un écoulement gazeux amplifiant ainsi les phénomènes d'atomisation **[Weber 31 ; Ohnesorge 36 ; Liu 00 ; Chigier 92]**.

II 2. Atomisation des jets liquides dans un milieu gazeux au repos

Dans le cas de l'atomisation liquide sans action du gaz, Liu ***et al.*** ont résumé les différents modes de désintégration des jets liquides, en fonction de la vitesse du liquide dans les milieux gazeux stationnaires (gaz au repos) **[Liu 05]**.
On distingue plusieurs régimes de rupture d'un jet liquide sortant d'une buse d'atomisation dans un milieu gazeux au repos, en fonction des forces d'inertie du liquide. Ces différents régimes sont caractérisés par des nombres adimensionnels qui peuvent être introduits pour délimiter les différents régimes de rupture du jet liquide.

II 2 a. Nombres adimensionnels caractéristiques d'un jet liquide

Afin de qualifier les différents phénomènes physiques que peut rencontrer un jet liquide lors de son développement dans la chambre d'atomisation, les principales forces/énergies rencontrées par un jet liquide doivent être détaillées.

Il y a tout d'abord la notion de force aérodynamique ou force d'inertie du fluide, qui revient à caractériser la quantité de mouvement du jet. La phase liquide possède une certaine résistance à la rupture, qui dépend de la tension de surface du liquide. Ensuite, la notion de viscosité de la phase liquide ou de la phase gazeuse, permet de prendre en compte les effets de dissipation de l'énergie cinétique.

Ainsi, l'étude des différentes forces mises en jeu lors de l'atomisation d'un jet liquide permet de définir les différents régimes de fractionnement. C'est dans cette optique

que sont définis les nombres adimensionnels : nombre de Reynolds (Re), nombre de Weber (We) et nombre d'Ohnesorge (Oh).

a. Nombres de Reynolds

Le nombre de Reynolds est défini par la relation suivante:

$$\mathrm{Re} = \frac{\rho U d}{\mu} \qquad \textbf{(Eq. I.1)}$$

Avec

ρ : masse volumique du fluide (kg/m^3)

U : vitesse du fluide (m/s)

d : diamètre de la buse d'atomisation (m)

μ : viscosité dynamique du fluide (Pa.s)

Ce nombre représente le rapport entre les forces d'inertie et les forces visqueuses ou encore le rapport entre le transfert convectif et le transfert diffusif de la quantité du mouvement du fluide **[Reynolds 71]**.

b. Nombre de Weber

Le nombre de Weber du fluide est défini de la façon suivante :

$$We = \frac{\rho U^2 d}{\sigma} \qquad \textbf{(Eq. I.2)}$$

Avec

ρ : masse volumique du fluide (kg/m^3)

U : vitesse du fluide (m/s)

d : diamètre de la buse d'atomisation (m)

σ : tension de surface (N/m)

Ce nombre de Weber représente le rapport entre les forces aérodynamiques et les forces de tension interfaciale **[Weber 31]**.

c. Nombre d'Ohnesorge Oh

Le nombre d'Ohnesorge est défini par la relation suivante :

$$Oh = \frac{\sqrt{We}}{\mathrm{Re}} \qquad \textbf{(Eq. I.3)}$$

Avec

We : nombre du Weber

Re : nombre de Reynolds

Ce nombre d'Ohnesorge représente le rapport entre la force de viscosité interne de la goutte et les forces de tension superficielle et aérodynamique **[Ohnesorge 36]**.

II 2 b. Régimes de rupture d'un jet liquide

Ces nombres adimensionnels permettent de séparer les zones de différents régimes de rupture d'un jet liquide.

a. Régime de Rayleigh

Rayleigh, de par ses connaissances en acoustique, a posé les bases de l'instabilité de l'interface des jets cylindriques menant à la formation de gouttelettes, dans le cas d'un liquide non visqueux. Seules les forces de tension de surface créent des ondes à l'interface du jet ($\boldsymbol{\lambda_R}$), qui vont s'amplifier le long du jet de diamètre $\mathbf{d_j}$.

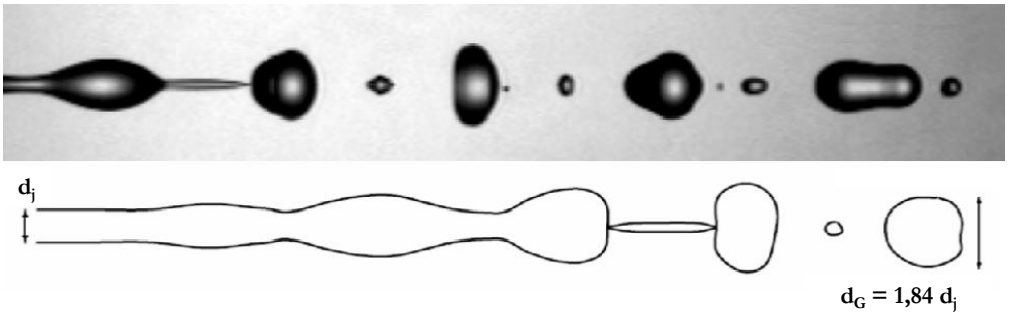


Figure I.5 : Schéma de la rupture de Rayleigh d'un jet cylindrique **[Marmottant 01]**.

Lorsque les ondes créées atteignent une amplitude suffisante ($\boldsymbol{\lambda_R}$ **=** 4,508 $\mathbf{d_j}$), Figure I.5, le jet se casse en son extrémité en des gouttes de diamètre supérieur au diamètre du jet **[Marmottant 01]**.

b. *Régime de rupture par 1ère action dynamique*

Le régime de rupture par première action dynamique intervient lorsque la vitesse critique (vitesse à partir de laquelle on sort du régime de goutte à goutte) est atteinte. Dans ce cas, la longueur d'onde de l'instabilité à l'interface du liquide/gaz diminue. Les forces aérodynamiques commencent à jouer un rôle non négligeable. Les forces de tension de surface ont maintenant une fonction d'atténuation. On observe la formation d'ondes de surface de grande longueur d'onde à la surface du jet et la rupture aboutit à la formation de gouttes dont le diamètre est de l'ordre de celui du jet **[Liu 00]**.

c. *Régime de rupture par 2ème action dynamique*

Des instabilités, de petite longueur d'onde, se développent à la surface du jet et sont arrachées à cause des forces aérodynamiques dues à la différence de vitesse entre le jet liquide et le gaz environnant. Les gouttes ainsi formées sont d'un diamètre inférieur à celui du jet **[Liu 00]**.

d. *Régime d'atomisation*

Le régime d'atomisation est atteint, lorsque la longueur d'onde de rupture n'augmente plus et le jet se désintègre en un nuage de gouttelettes. Ce phénomène résulte de la combinaison des forces aérodynamiques, de la turbulence, de la cavitation et de l'effet de l'éclatement **[Liu 00]**. La Figure I.6 présente ces différents régimes en fonction des nombres adimensionnels (Re et Oh). On différencie quatre régimes de fractionnement d'un jet liquide à section circulaire selon la vitesse du liquide.

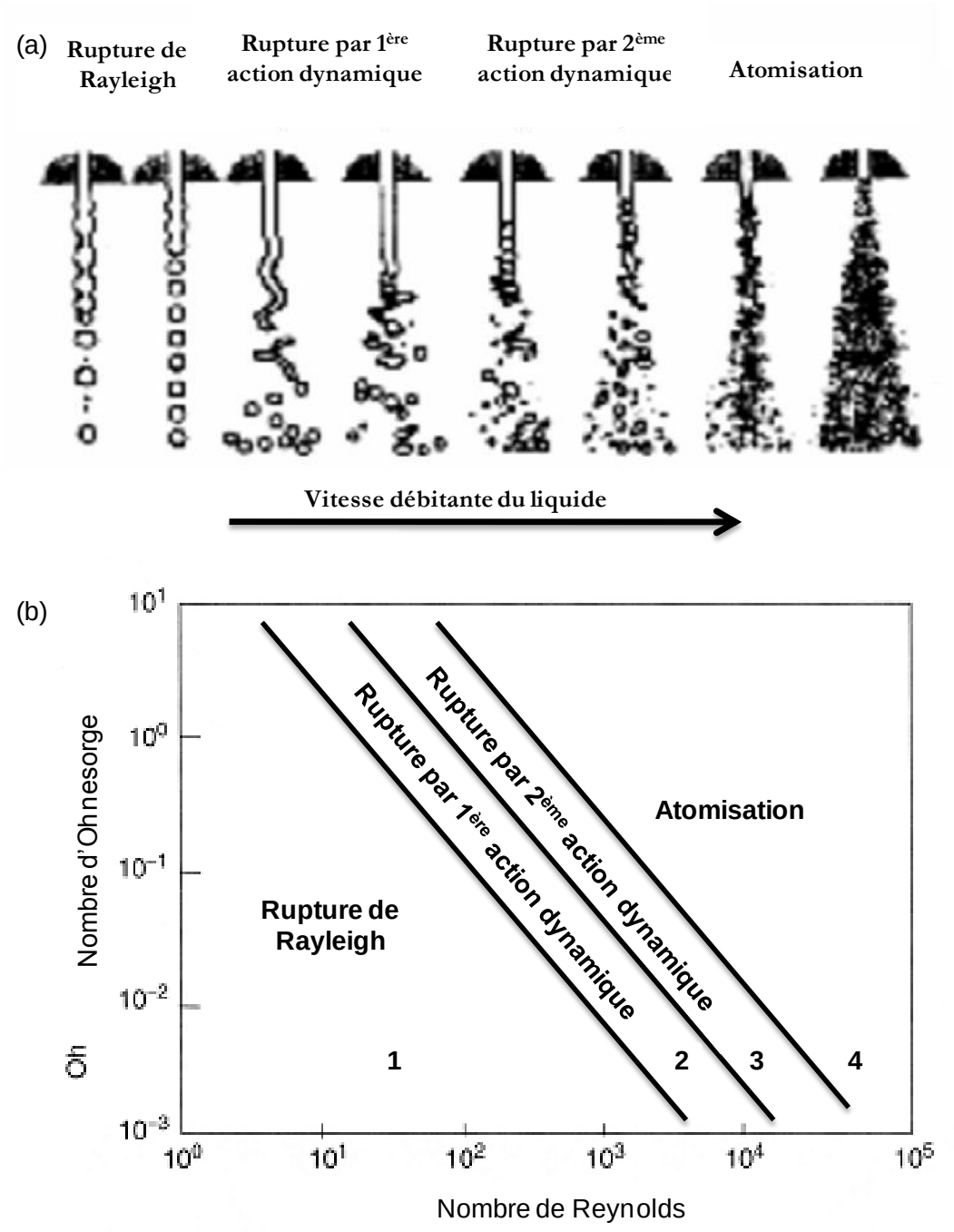


Figure I.6 : Répartition des différents régimes de rupture en fonction des nombres de Reynolds et d'Ohnesorge **[Liu 00]**

II 3. Atomisation des jets liquides au sein d'un courant gazeux

Les procédés d'atomisation de jet liquide sous jet gazeux se caractérisent par leur complexité, tant en termes de mécanismes de rupture, qu'en termes de systèmes d'atomisation. On dénombre de nombreux procédés d'atomisation sous jet gazeux avec une grande variété de types de buses d'atomisation (atomiseurs). De

nombreuses études ont été menées pour comprendre les mécanismes qui contrôlent l'atomisation liquide dans les milieux gazeux. Chigier **et al.** ont travaillé sur les ruptures du jet liquide sous l'effet d'un courant gazeux **[Chigier 92]**. La Figure I.7 présente la rupture d'un jet d'eau (1mm de diamètre) avec et sans courant gazeux. Les résultats de leurs observations montrent la contribution de l'écoulement gazeux à la rupture du jet liquide qui se traduit par la réduction de la longueur de rupture du jet liquide pour une même vitesse initiale de jet liquide.

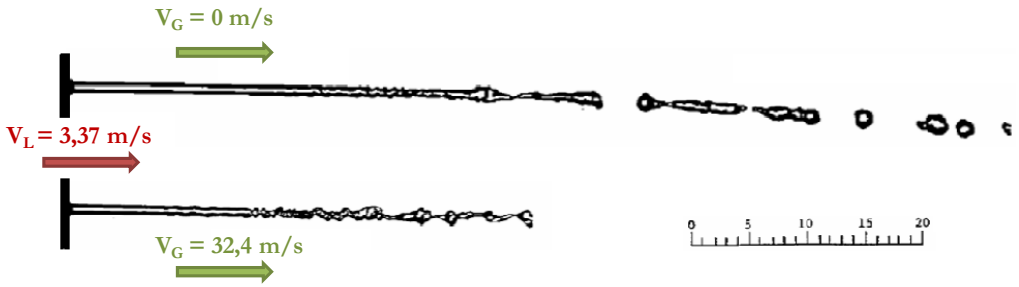


Figure I.7 : Effet de la vitesse d'un écoulement gazeux coaxial sur le mode de rupture d'un jet d'eau circulaire **[Liu 00]**.

Ces travaux ont permis d'établir un classement des différents modes de rupture d'un jet liquide en fonction de la vitesse de l'écoulement gazeux. Pour cela, le nombre de Weber aérodynamique We_A (**Eq. I.4**) est utilisé.

Le nombre de Weber aérodynamique est défini comme le rapport des forces d'inertie sur les forces interfaciales en tenant compte de la différence de vitesse entre les deux phases liquide et gaz.

$$We_A = \frac{\rho_G (\Delta U)^2 d}{\sigma} \qquad \textbf{(Eq. I.4)}$$

Avec

ρ_G : masse volumique du gaz (kg/m^3)

d : diamètre de la buse d'atomisation (m)

σ : tension de surface du fluide (N/m)

ΔU : vitesse relative entre gaz et liquide (m/s)

Dans le cas d'une atomisation à faible nombre d'Ohnesorge, ce sont essentiellement les nombres de Weber et de Reynolds du liquide qui conditionnent le mode

d'atomisation (Chigier et Farago 1992). Selon la valeur de ces nombres caractéristiques, quatre régimes d'atomisation peuvent être mis en évidence. On distingue ainsi quatre régimes de ruptures : Rupture de Rayleigh (We_A < 25) ; Rupture par formation de membranes (25 < We_A < 80) ; Rupture par formation de fibres (We_A > 80), et enfin Rupture superpulsant ($Re/We_A^{0,5}$ < 100) **[Liu 00]**.

II 3 a. Rupture de Rayleigh: (We_A < 25)

La rupture du jet liquide est essentiellement pilotée par une instabilité de type Rayleigh. Les gouttes formées sont d'une taille proche de celle du diamètre du jet liquide. Les forces aérodynamiques ne sont pas assez importantes pour provoquer l'atomisation secondaire. Selon la forme des gouttes formées, les auteurs distinguent un mode d'atomisation axisymétrique **[Liu 00]**.

II 3 b. Rupture membranaire : (25 < We_A < 80)

Dans le régime membranaire, l'épaisseur du jet liquide se rétrécit sous l'effet des forces aérodynamiques pour laisser place à une feuille mince de liquide (membrane) qui se détache sous forme de filaments puis de gouttes. L'atomisation secondaire permet d'obtenir des tailles de gouttes environ dix fois inférieures au diamètre du jet liquide **[Liu 00]**.

II 3 c. Rupture de fibre : (We_A > 80)

Dans ce régime, le jet liquide est tout d'abord effleuré par l'écoulement gazeux, ce qui conduit à la formation de fibres d'épaisseur très faible. Plus en aval, l'accroissement des instabilités forme des structures de grosse taille qui sont à leur tour rompues en petites gouttes **[Liu 00]**.

II 3 d. Rupture superpulsant : (Re/WeA0,5 < 100)

Pour ce régime, l'atomisation est instantané, le jet liquide est tronqué et n'a pas le temps de se développer (formation d'un brouillard de gouttelettes). L'alternance de zones de forte concentration en liquide et de faible concentration (visible en stroboscopie) confère au jet un aspect pulsant **[Liu 00]**. En effet, l'apparition de poches de gaz, en aval du cône liquide, crée des zones où les plus petites gouttes recirculent **[Lasheras 00]**.

Ces différents régimes de rupture sont récapitulés dans les deux figures ci-dessous (Figure I.8 et Figure I.9).

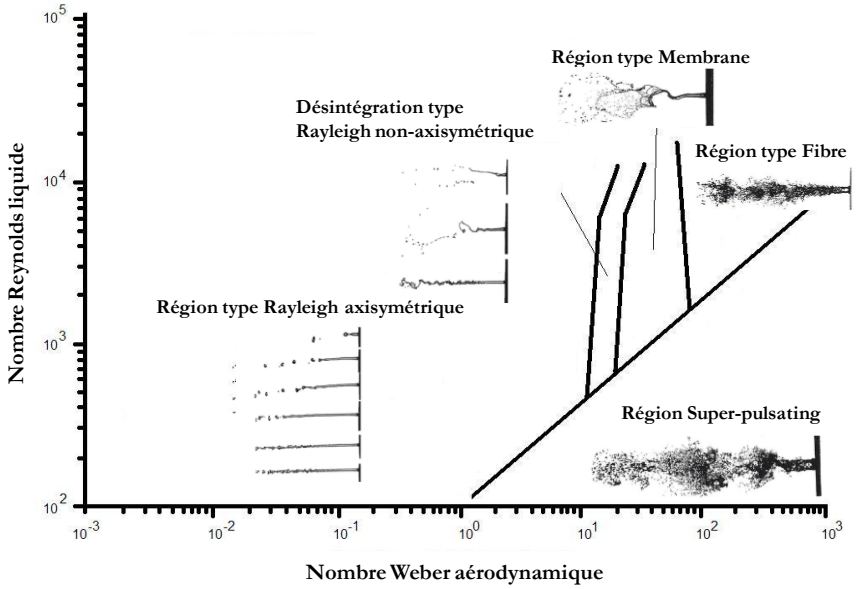


Figure I.8 : Répartition des différents régimes de rupture en fonction des nombres de Reynolds et de Weber aérodynamique **[Chigier 92]**

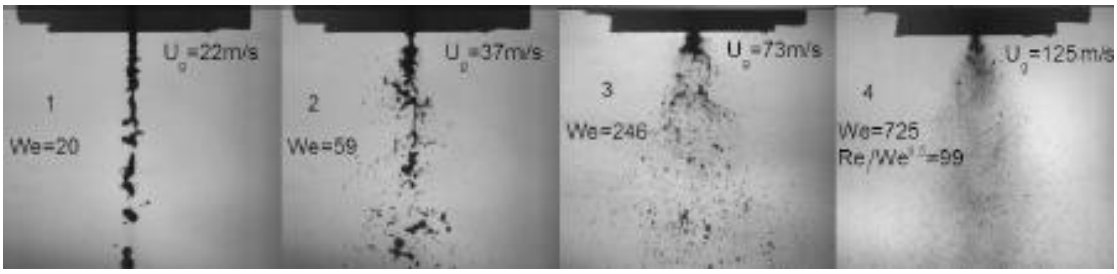


Figure.I.9 : Régimes de désintégration d'un jet coaxial eau-air, D_l = 3mm; e = 0:75mm.1-Régime de Rayleigh non axisymétrique ; 2-Régime membrane ; 3-Régime fibre ; 4-Régime superpulsant **[Guézennec 10]**.

Les travaux concernant l'étude des différents régimes sont souvent consacrés à des fluides non-visqueux ou à faible viscosité. Cependant, peu de travaux ont traité des procédés d'atomisation de métal liquide. Les paragraphes suivants visent à présenter les principales recherches dans le domaine de l'atomisation métal liquide sous jet gazeux.

III) Atomisation de métal liquide

III 1. Différents procédés d'atomisation

Le métal liquide peut être pulvérisé par atomisation centrifuge **[Liu 00]**, par atomisation ultrasons **[Fritsching 97],** ou par atomisation sous pression (buse à

simple fluide) **[Stobik 00]**. La Figure I.10 présente le schéma de principe de l'atomisation pour ces différentes méthodes.

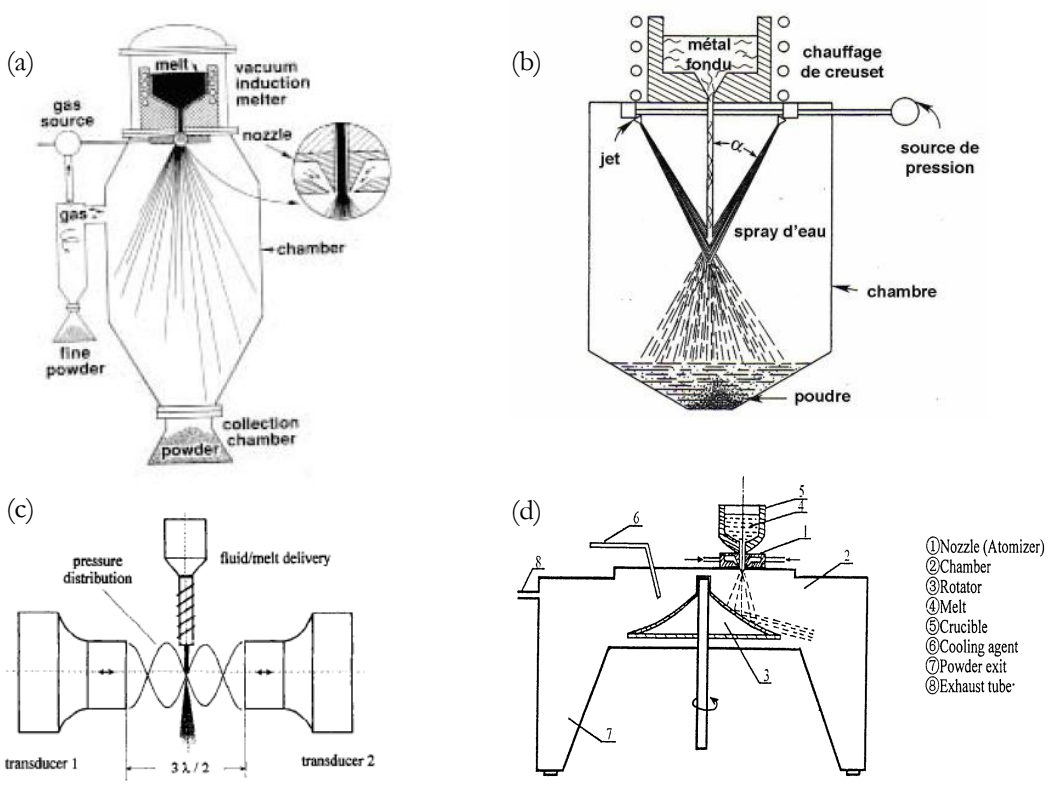


Figure.I.10 : Schémas de principe des méthodes d'élaboration de poudre métallique ((a) atomisation par jet de gaz **[German 94]**, (b) atomisation par jet d'eau **[German 94]**, (c) atomisation par ultrasons **[Fritsching 97]** et (d) atomisation par centrifuge **[Liu 00]**) par atomiseur Free Fall

Dans chacune de ces méthodes, les paramètres opératoires déterminent les caractéristiques de la poudre produite : la taille des particules produites, leur distribution granulométrique, leur trajectoire, leur vitesse.

L'atomisation gazeuse est la technique la plus utilisée pour la production de poudres métalliques **[Gerking 05 ; Stobik 03]**. Dans ce procédé d'atomisation, le métal est pulvérisé au moyen d'un gaz (air, azote, argon ou hélium) à grande vitesse. Le premier paramètre influençant le procédé d'atomisation est l'unité d'atomisation car elle joue un rôle crucial dans l'efficacité de la désintégration du filament de métal liquide.

Selon les effets souhaités en liaison avec le procédé industriel, les unités d'atomisation correspondent à des buses d'atomisation ou des injecteurs (noms plutôt réservés au cas de jets liquides non métalliques du domaine de l'aéronautique) et sont le sujet de nombreuses études sur l'optimisation de leurs performances et de la pulvérisation en particulier.

On distingue deux grandes familles d'atomiseur pour la production de poudre métallique. Les atomiseurs à mélange interne et les atomiseurs à mélange externes. Les atomiseurs à mélange externe sont les plus utilisés. Les deux buses les plus utilisées sont Free-Fall (chute libre) et Close-coupled (mode confiné). La Figure I.11 illustre ces deux types de buses ainsi que les caractéristiques de conception de chacune (α : l'angle formé par la chute libre du métal liquide en fusion et le jet (de gaz ou d'eau) d'atomisation, D : le diamètre de la buse de coulée de métal liquide et h : la différence de hauteur entre la buse de coulée et la buse d'atomisation). **[Wagner 10].**

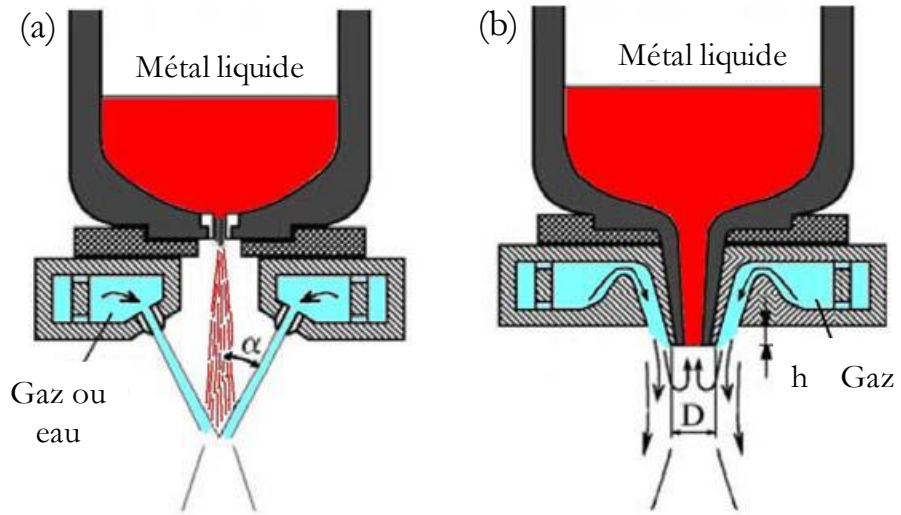


Figure.I.11 : Types d'atomiseurs (a) Free-Fall et (b) Close-Coupled **[Neikov 09]**

III 1 a. Atomiseur type Free Fall :

Cette buse est composée de deux parties (Figure I.11-(a)) :

- la première partie dans laquelle un filet de métal liquide (fondu par différents moyens : induction, arc électrique, torche plasma, …) s'écoule à travers une buse de coulée par gravité ;
- la deuxième partie souvent située en aval de la buse de coulée sous forme annulaire vise à frapper l'écoulement de métal liquide par un ou plusieurs jets de gaz **[Espina 98]**.

La Figure I.12 présente des exemples d'atomiseurs type « Free-Fall ».

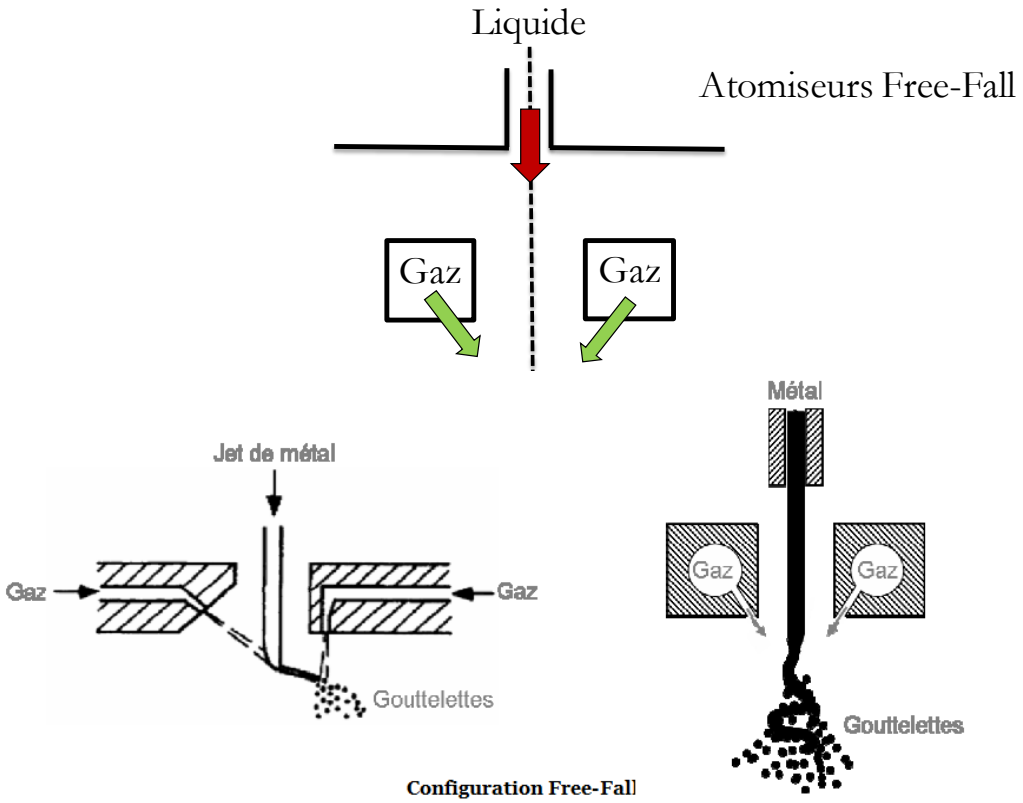


Figure.I.12 : Configuration Free Fall **[Espina 98]**

III 1 b. Atomiseur type Close-Coupled

Les buses Close-Coupled **[Mueller 72 ; Ting 02]** diffèrent de celles dites « Free-Fall » par le positionnement de la partie relative à l'injection du jet gazeux. En effet, le filament de métal liquide se retrouve entouré par les jets gazeux dès sa sortie de la buse de coulée. On distingue une grande variété de buses Close-Coupled (procédé "HPGA", procédé "SIGMA", système "Nanoval"…) (Figure I.13).

Ce type de système d'atomisation affiche une capacité à produire des poudres plus fines avec un rendement très important par rapport au système d'atomisation Free Fall. Ceci est attesté par la distribution granulométrique plus étroite de la poudre produite **[Stobik 03]**. Plusieurs travaux concluent que l'obtention d'une taille de poudre de diamètre plus petit est liée à la géométrie des atomiseurs conçus pour permettre un contact physique maximum entre la phase gazeuse et la phase liquide **[Lefebvre 89 ; Lefebvre 91 ; Mansour 90 ; Mansour 91 ; Fraser 63 ; Dombrowski 63]**. En revanche, l'inconvénient de ce type de système est son colmatage assez fréquent à la sortie du métal liquide.

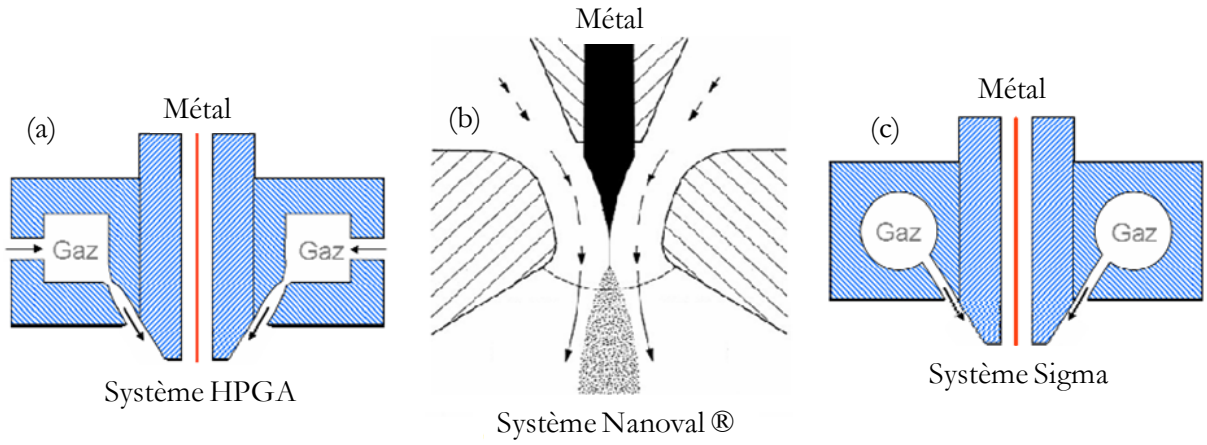


Figure I.13 : Différents exemples de configuration du système Close-Coupled ((a) **[Anderson 01]**, (b) **[Stobik 03]** et (c) **[Osella 91]**

III 2. Atomisation de métal liquide sous haute pression

Récemment, une nouvelle génération de buse de type Free Fall et Close-Coupled a émergé **[Czisch 08]** par combinaison des avantages de plusieurs procédés d'atomisation. La Figure I.14 présente une buse de type Free Fall associée à un disque rotatif utilisant ainsi à la fois une buse d'atomisation de type Free Fall et le principe du procédé d'atomisation centrifuge.

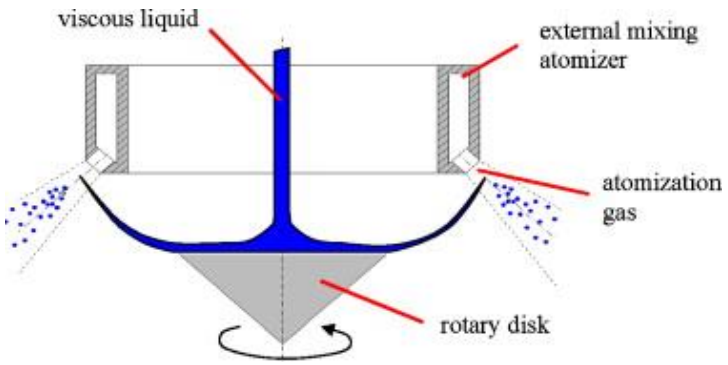


Figure I.14 : Configuration Free Fall modifiée **[Czisch 08]**

III 2 a. Le système d'atomisation Nanoval

Parmi les procédés d'atomisation sous haute pression **[Stobik 00 ; Gerking 05]**, le système Nanoval est constitué d'une buse De Laval positionnée en dessous de la buse de coulée, Figure I. 15. Ce procédé Nanoval se différencie de celui nommé « Close Coupled » par le fait que l'écoulement à une accélération simultanée du gaz et du métal fondu **[Gerking 05]**. De cette manière, l'écoulement est seulement

déformé par les contraintes de cisaillement causées par le gaz à la surface du métal fondu, s'accompagnant de l'atténuation progressive du diamètre du monofilament de métal, et par la suite à sa désintégration en fines gouttelettes **[Gerking 05]**.

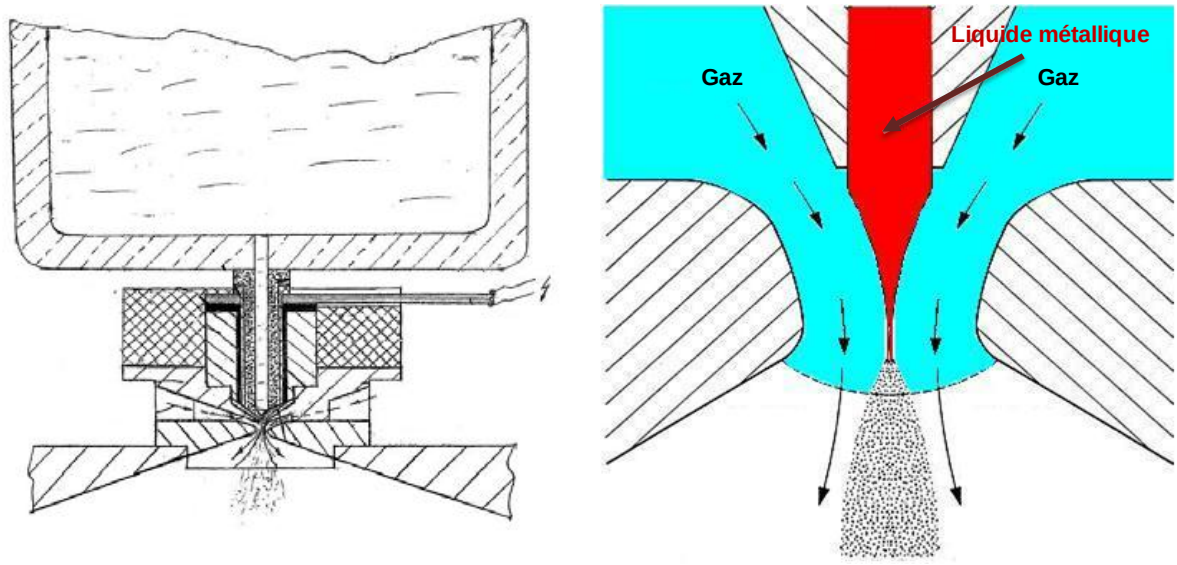


Figure I.15: Champ d'écoulement dans une buse De Laval avec un filet de matière fondue au centre et entouré de gaz **[Gerking 05]**

Deux avantages principaux du procédé Nanoval sont présentés par rapport aux autres atomiseurs de type « close-coupled »:

- la taille des particules est beaucoup plus fine avec une distribution granulométrique très resserrée (Figure I.16) **[Stobik 00]** ;
- l'écoulement gazeux est maintenu laminaire ce qui favorise un meilleur contact avec l'écoulement du métal liquide et permet une économie considérable en consommation de gaz (Figure I.17) **[Stobik 00]**. La Figure I.17 présente le résultat des travaux de Stobik **[Stobik 00]** relatifs à la consommation de gaz de différents procédés d'atomisation. Plusieurs métaux purs et alliages (Acier, FeCrAl, Alliage de Cobalt...) ont été testés afin d'obtenir des poudres de diamètre moyen d_{50} de 30 µm. Les courbes donnant les diamètres moyens des particules en fonction du rapport gaz/métal, montrent une différence notable en consommation de gaz entre le procédé Nanoval et les autres.

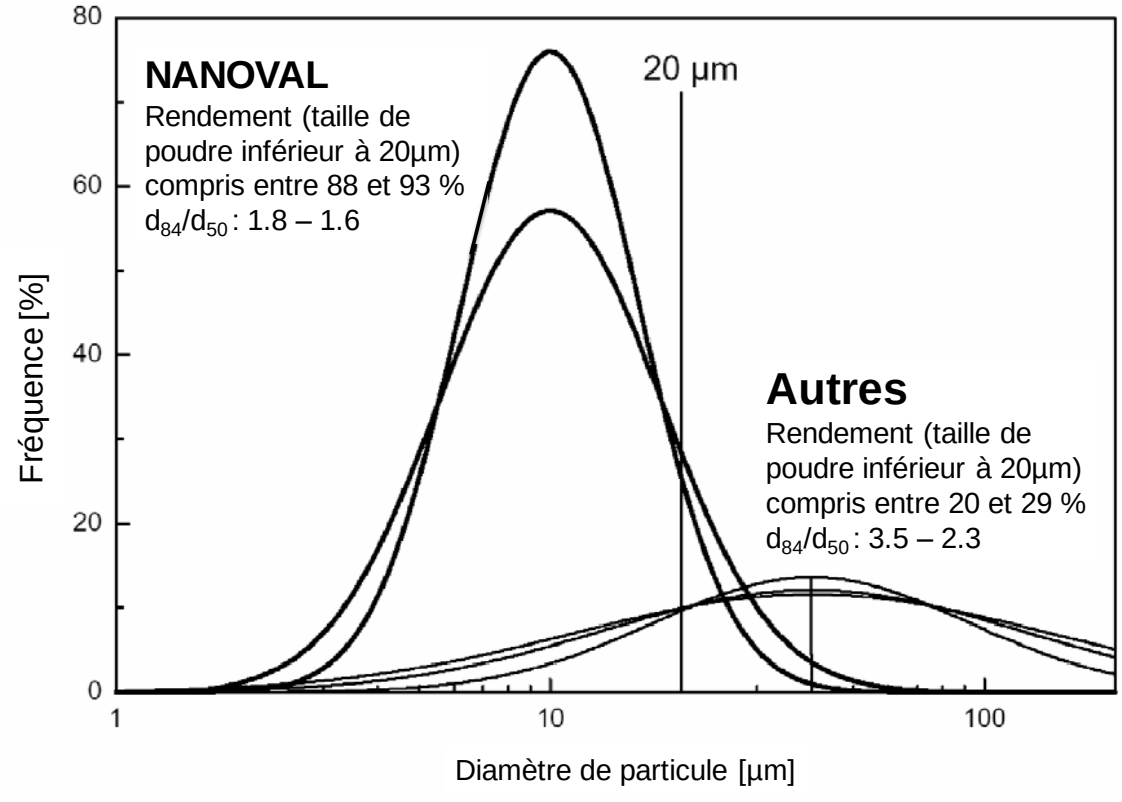


Figure I.16 : Rendement du procédé Nanoval pour une taille de poudre inférieure de 20µm en fonction de la distribution en taille **[Stobik 00]**

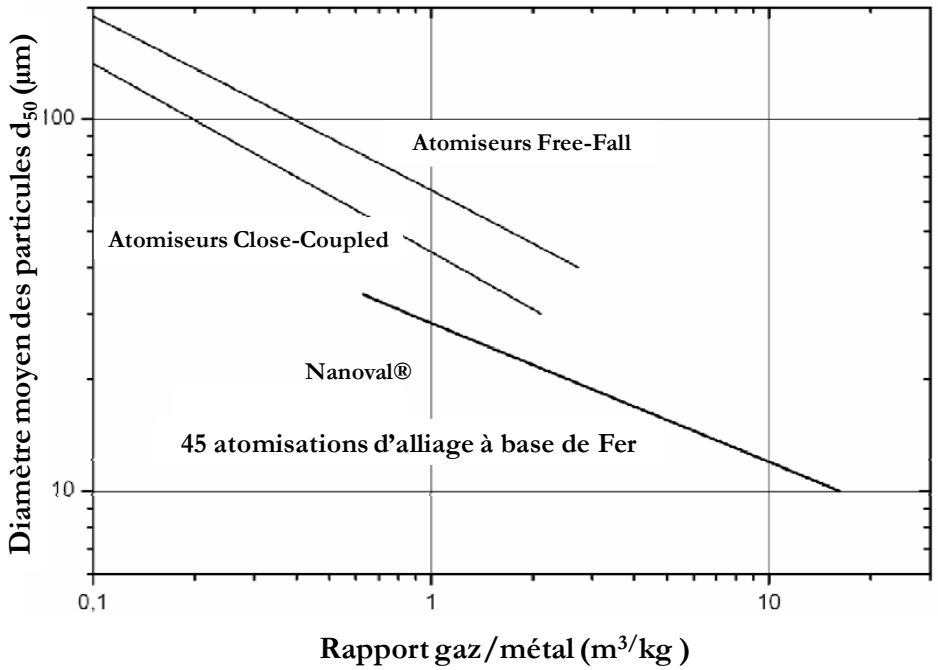


Figure I.17 : Consommation de gaz pour les différents types d'atomiseurs **[Stobik 00]**

Ainsi devant l'importance du processus d'atomisation dans la production de la poudre métallique et le souhait de maîtriser la taille des particules produites,

plusieurs études ont concerné l'effet des paramètres influençant l'atomisation de métal liquide sous haute pression **[Wolf 02 ; Anderson 01].** Les paramètres qui affectent la taille des particules sont :

- La pression d'atomisation
- Le débit de métal liquide
- La géométrie de la buse d'atomisation

En effet, Anderson ***et al.*** ont trouvé des relations entre les paramètres opératoires du procédé d'atomisation et les propriétés des particules. D'après eux, l'écart type des tailles des particules est sensible au rapport des débits de gaz et de métal liquide Gaz/Liquide noté (G/M) (Figure I.17). En effet, si le rapport G/M augmente la taille moyenne des particules diminue. En revanche, Hackett ***et al.*** ajoutent l'effet de la température du bain métallique (une surchauffe de la charge métallique est indispensable pour la maintenir fondue durant le processus d'atomisation) aux paramètres influençant l'atomisation sans oublier les irrégularités morphologiques des particules qui sont dues aux collisions des gouttelettes/particules après atomisation **[Hackett 00]**.

IV) Modélisation appliquée à l'atomisation de jets métalliques

L'objectif de cette partie est de faire un bref récapitulatif des différents travaux de modélisation sur les jets d'atomisation de métal. En partant des modèles les plus simples donnant les équations du débit de métal liquide à la sortie des buses de coulée jusqu'aux modèles qui permettent de prédire la taille de particules après pulvérisation du filament de métal liquide, ces étapes élémentaires peuvent être réparties sur trois zones selon leur position par rapport au point d'atomisation :

- l'écoulement du gaz à proximité de l'unité d'atomisation ;
- l'écoulement du métal liquide à travers la buse de coulée ;
- l'interaction de l'écoulement gazeux avec le métal liquide et son incidence sur l'atomisation primaire et secondaire.

IV 1. Ecoulement du gaz à proximité de l'unité d'atomisation

Une grande partie des travaux de modélisation sur le processus d'atomisation de métal liquide est focalisée sur l'écoulement du jet de gaz à proximité de l'unité d'atomisation essentiellement à mélange externe (Free-Fall, Close-Coupled). En effet, ces travaux de modélisation (en monophasique) ont pour but l'optimisation de l'action du jet gazeux sur le jet de métal fondu. Lorsque le gaz d'atomisation rencontre le jet de métal liquide, il convient d'obtenir des vitesses les plus élevées sur l'axe du jet de métal liquide dans la zone d'atomisation pour optimiser l'effet du gaz sur le jet métallique. Fritsching **et al.** ont travaillé sur la production de poudre métallique en utilisant une buse de type Free-Fall, et ont étudié la dynamique de l'écoulement gazeux en fonction de la forme de la buse à débit massique de la phase gazeuse identique **[Fritsching 2005],** Figure I.18. A gauche, on trouve un écoulement gazeux sous-détendu « under-expanded » où l'écoulement de la phase gazeuse passe à travers des trous cylindriques droits. A droite, on observe un écoulement gazeux avec une augmentation idéale de la vitesse du gaz. Dans ce cas, la buse d'écoulement gazeux possède une forme de convergent/divergent (Figure I.18).

En conséquence de ce changement de buse, une augmentation de la vitesse du gaz de plus de 10-20% a été observée entre eux (Figure I.19).

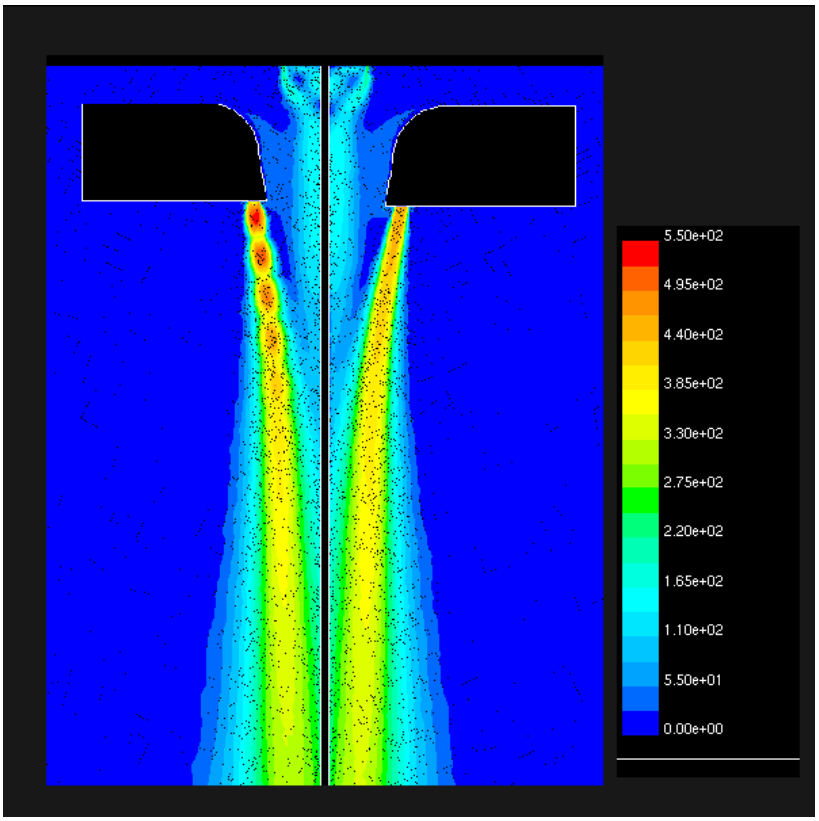


Figure I.18 : Distribution du gaz d'atomisation à proximité de l'unité d'atomisation type Free-Fall pour deux configurations de buse **[Fritsching 05]**

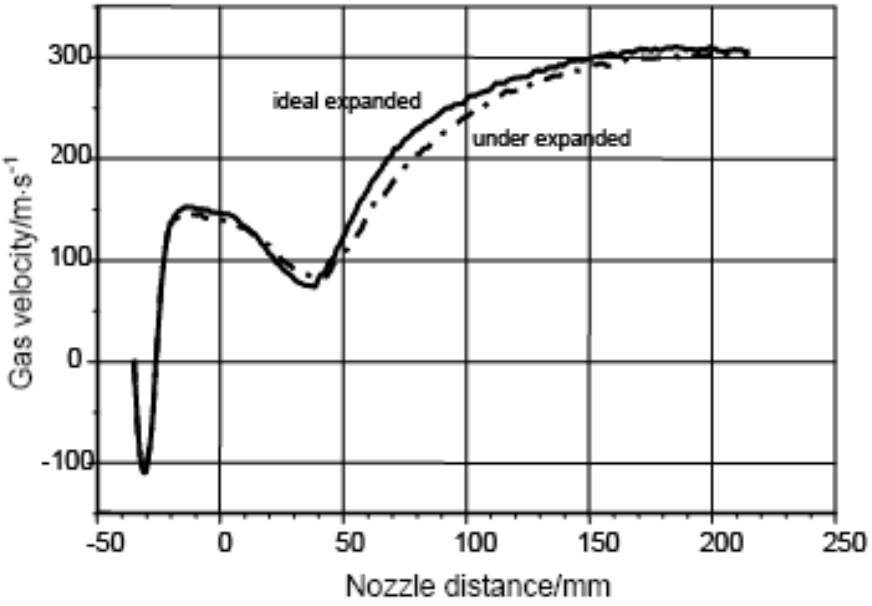


Figure I.19 : Vitesse sur l'axe de la buse Free-Fall pour un écoulement annulaire P_0/P_a=5 **[Fritsching 05]**

La Figure I.20 présente des géométries de buse d'atomisation de type Close-Coupled conçus pour l'atomisation de métal liquide. On distingue clairement les profils de la buse de l'écoulement gazeux (cercles en rouge) avec les profils convergent et convergent/ divergent.

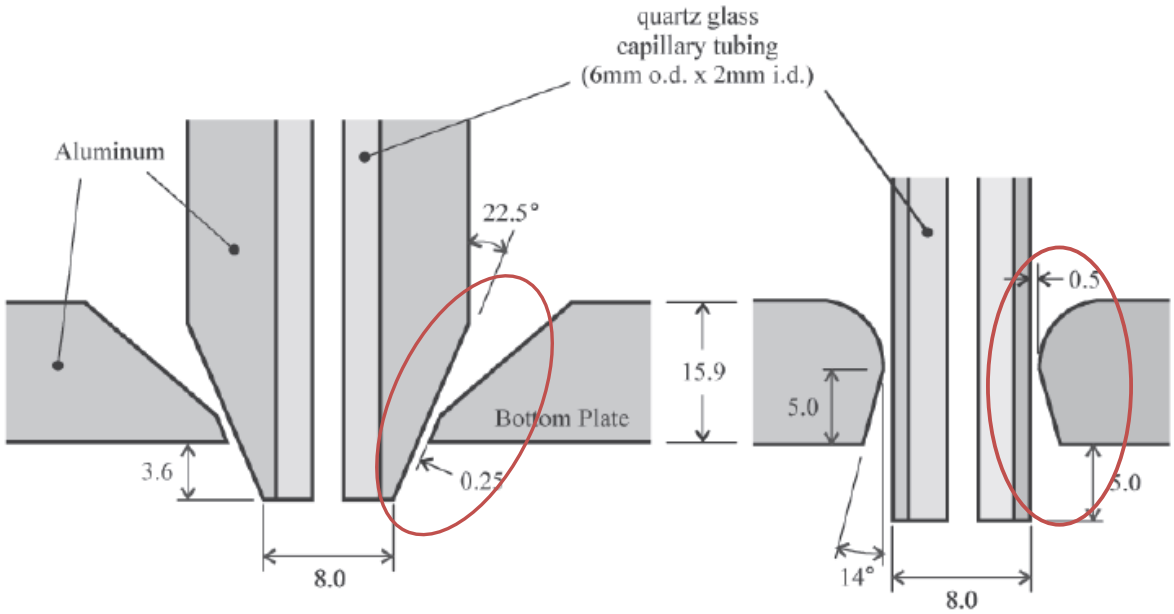


Figure I.20 : Configurations de buses d'atomisation de métal liquide de type Close Coupled (Convergent et convergent/divergent **[Mates 05]**

Les systèmes de buse de type convergent/divergent sont plus efficaces que le simple système convergent **[Mates 05]**.

D'autres travaux ont montré l'effet de la pression de gaz d'atomisation sur la vitesse en sortie de buse d'atomisation. **[Stobik 02 ; Allimant 09]**. Allimant **et al.** ont travaillé sur le système utilisant une buse De Laval et ont modélisé l'écoulement gazeux dans le domaine de calcul présenté sur la Figure I.21.

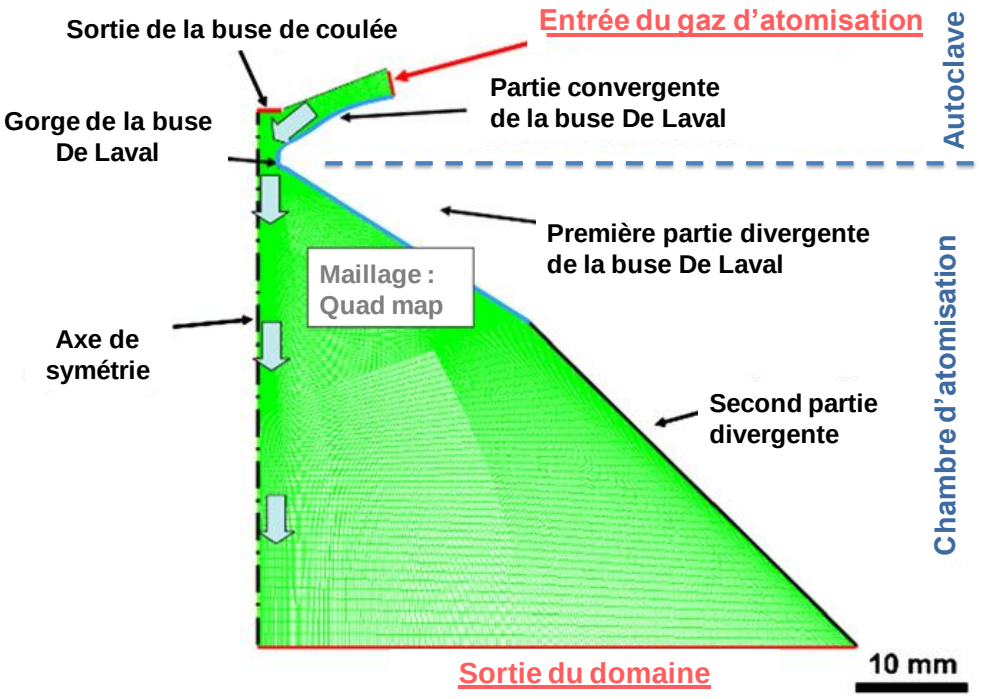


Figure I.21 : Domaine de calcul 2D axisymétrique utilisé pour les calculs sous Fluent 6.3 (buse De Laval) **[Allimant 09]**

Dans un premier temps ils ont fait varier le débit massique du gaz en entrée du domaine qui est une fonction linéaire de la pression du gaz d'atomisation dans l'autoclave. Les résultats de ces travaux ont montré un effet significatif de l'augmentation de cette pression du gaz d'atomisation sur la vitesse de l'écoulement gazeux ainsi que sur le profil des zones d'expansion et de stagnation du gaz en aval de la buse De Laval. La Figure I.22 présente ces évolutions, la vitesse sonique/supersonique est atteinte en sortie du col de la buse De Laval. La pression absolue dans l'autoclave atteint une valeur de 26 bars soit 93 g/s à 15°C.

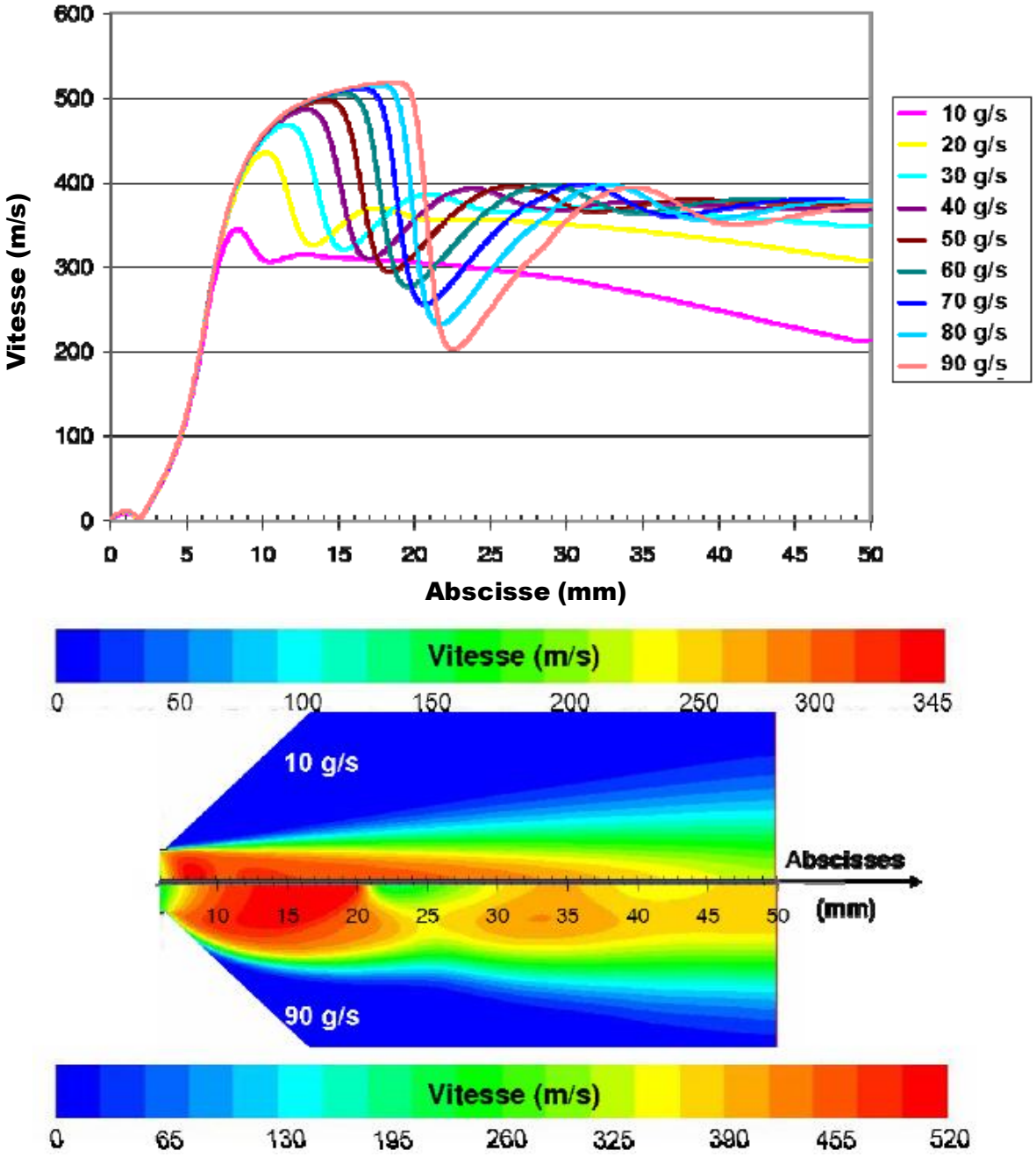


Figure I.22 : Profils et champs de vitesse de l'écoulement gazeux à travers la buse De Laval **[Allimant 09]**

Le débit de gaz (argon) en entrée augmente donc la pression de l'autoclave et s'accompagne d'une augmentation de la vitesse maximale lors de la première détente. Les zones de compression et de détente sont alors beaucoup plus marquées, plus la pression d'atomisation est importante, plus les zones de compression et de détente sont allongées en aval De Laval (Figure I.22) **[Allimant 09]**. Ceci démontre la relation directe entre la structure du jet et la pression d'atomisation.

Lorsque le débit massique d'argon passe de 90 à 10 g/s, la baisse de vitesse est importante puisqu'elle est de l'ordre de 40 m/s pour le débit de 10 g/s alors qu'elle atteint 320 m/s en 3 mm pour le débit de 90 g/s. Les profils de jets présentés en Figure I.22 montrent les nettes différences de structure entre les jets d'argon à ces deux débits. La détente est plus longue à 90 g/s et la chute de vitesse après le point d'arrêt beaucoup plus marquée **[Allimant 09]**.

IV 2. Ecoulement du métal liquide à travers la buse de coulée

En atomisation de métal liquide, le métal en fusion est continuellement dirigé vers la sortie de la buse de coulée. L'écoulement du métal liquide peut avoir lieu sous l'effet de la gravité seule, son expression est donnée par (Eq. I.5).

$$\dot{m}_l = \varphi \mathrm{A}_{out} \rho_l \sqrt{2gh} \qquad \textbf{(Eq. I.5)}$$

Avec

$\dot{m}_l$: débit massique [kg/s]

φ : nombre de frottement de la buse

A_{out} : surface de sortie du métal liquide [m²]

ρ_l : masse volumique du liquide [kg/m^3]

h : hauteur hydrostatique [m]

g : constante de gravitation, g = 9,81 m/s^2

Le nombre de frottement φ traduit la perte en charge due au frottement et à la création d'un vortex en aval de la buse.

L'expression de la vitesse V_M peut être simplifiée sous la forme (éq : I.6) sans tenir compte des différents paramètres tels que le rayon de courbure du métal liquide en sortie de la buse de coulée ou le diamètre du monofil du métal liquide.

$$V_M = \sqrt{\frac{2\Delta P}{\rho_M} + 2gh_M} \qquad \textbf{(Eq. I.6)}$$

En effet, dans un domaine de temps relativement réduit, la hauteur statique h_M et la densité ρ_M peuvent être considérées comme constantes. Ainsi, le seul paramètre variable dans l'expression de la vitesse de métal liquide est la différence de pression. Cette équation permet de décrire avec une précision suffisante la vitesse du métal liquide **[Stobik 02]**. Des travaux récents d'Allimant ***et al.*** **[Allimant 06],** dans le cas du procédé Nanoval ont montré que la dépression sous l'extrémité de la buse de coulée est fonction de la pression dans l'autoclave. En effet, les relations entre le flux de gaz d'atomisation et la dépression en aval de la buse de coulée semblent linéaires. La Figure I.23 présente l'évolution de la dépression sous la buse de coulée en fonction de la pression relative de l'autoclave.

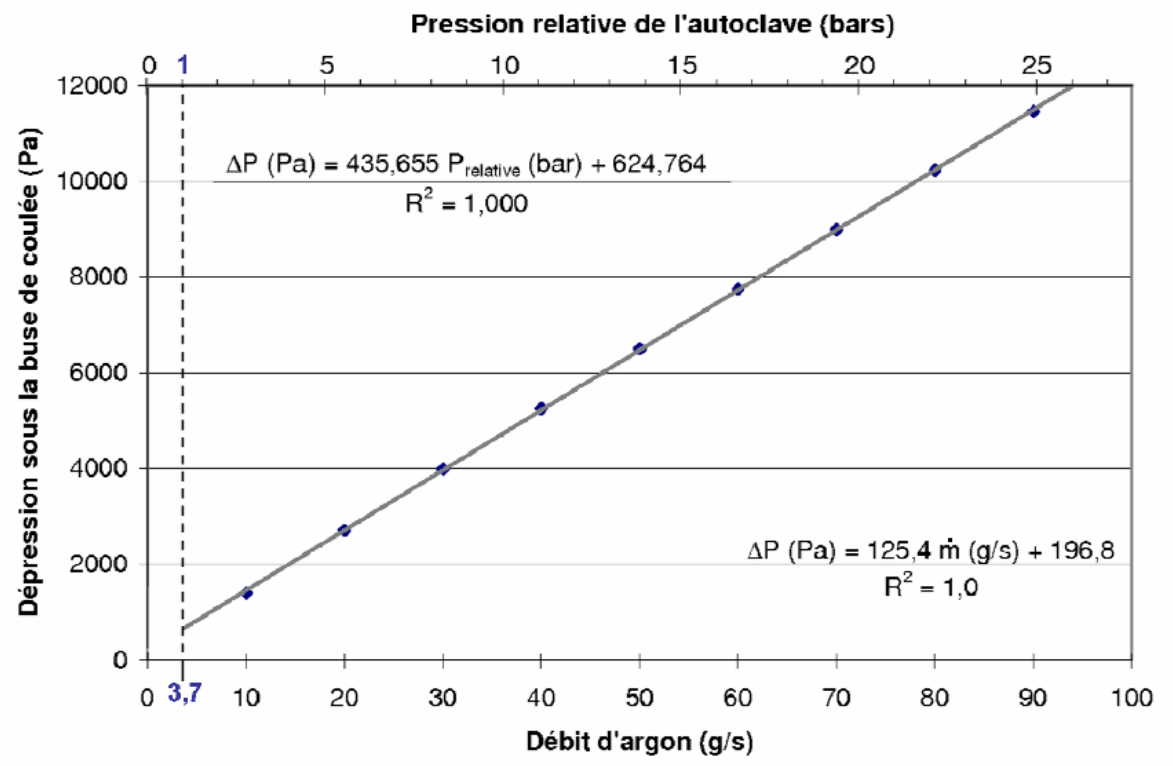


Figure I.23 : Relation entre la dépression à l'extrémité de la buse de coulée et le flux de gaz à 15°C (cas d'un balayage des débits d'argon de 10 à 90 g/s) **[Allimant 06]**

La dépression régnant ainsi sous la buse de coulée permet l'aspiration du liquide métallique vers la buse De Laval. En revanche, Allimant ***et al.*** ont montré que la température du gaz d'atomisation ne conduit pas à une élévation de la dépression

significative (à peine de 1% lorsque la température varie de 15 à 150 °C) sous la buse de coulée **[Allimant 06]**.

IV 3. Interaction de l'écoulement gazeux avec le métal liquide

La plupart des travaux sur l'influence du débit de métal liquide sur les caractéristiques des poudres produites est typiquement empirique. Lubanska propose dans le cas des buses d'atomisation de type Free Fall une corrélation entre les paramètres opératoires du procédé, les propriétés du matériau et le diamètre moyen d_{50} des gouttelettes (MMD), par la relation suivante **[Lubanska 70]**:

$$\frac{MMD}{d_0} = k_D \left[\left(1 + \frac{\dot{m}_l}{\dot{m}_g} \right) \frac{v_l}{v_g . W_e} \right]^{1/2} \qquad \textbf{(Eq. I.7)}$$

Avec

d_0 : diamètre de la buse de coulée (m)

k_D : constante qui dépend des matériaux utilisés (sa valeur a été trouvée comprise entre 40 et 50 pour une variété de matériaux métalliques et inorganiques)

$\dot{m}_l$: débit massique du métal liquide [kg/s]

$\dot{m}_g$: débit massique du gaz (kg/s)

υ_g : viscosité cinématique du gaz (kg/m s)

υ_l : viscosité cinématique du métal liquide (kg/m s)

En atomisation de métal liquide, le rapport entre $\frac{\dot{m}_l}{\dot{m}_g}$ représente le rapport des débits métal sur gaz (G/M). Plusieurs études se sont intéressées à la description de l'interaction entre les deux fluides et au changement topologique de l'interface entre les deux phases. Le thème du suivi d'interface dans le cas des jets liquides est traité dans de nombreux articles depuis plusieurs années particulièrement depuis le

développement des codes de calculs capables de décrire l'évolution de l'interface entre deux fluides non miscibles entre eux du type liquide/ gaz. On distingue deux classes de méthodes pour le suivi d'interface, la méthode dite lagrangienne et la méthode dite eulérienne. Le principal avantage des méthodes de suivi est la localisation précise de l'interface. La reconnexion ou la rupture des deux interfaces se produit alors à l'intérieur d'une maille. Cependant, le raffinement du maillage joue un rôle important dans le suivi de l'interface ce qui implique l'utilisation d'un grand nombre de mailles. Dans le cadre de notre étude, on s'est intéressé à la reconstruction de l'interface liquide/gaz depuis la sortie de la phase liquide de la buse de coulée jusqu'à la phase supersonique de la buse De Laval correspondant à la partie atomisation primaire. Dans le chapitre III, nous présenterons les différentes équations et les différentes étapes qui ont permis la résolution de ce type de problème.

IV 4. Techniques de diagnostics applicables à l'atomisation de jets liquides

Souvent utilisés comme des systèmes de suivis et/ou de contrôles des procédés, les moyens de diagnostics apportent des informations permettant d'étudier et d'optimiser les paramètres opératoires si bien qu'il existe un grand nombre de méthodes de visualisation des écoulements en aérodynamique. On distingue deux catégories : les méthodes intrusives telles que les sondes de température, les sondes anémométrique à fil chaud, etc. et les méthodes non intrusives généralement optiques telles que, en particulier, les méthodes de vélocimétrie, la strioscopie ou encore l'ombroscopie. **[Delery 06]**.

Cependant, un nombre réduit de ces systèmes de diagnostics sont applicables aux procédés d'atomisation liquide métallique. Les paragraphes suivants présentent les principales méthodes de diagnostics utilisées pour la caractérisation des procédés d'atomisation de métal liquide, leurs principes et leurs résultats.

IV 4 a. Strioscopie

La strioscopie (ou Schlieren) est une technique de diagnostic et de contrôle non intrusive souvent utilisée pour les écoulements monophasiques (écoulement compressible) **[Mates 95]**. Cette technique consiste à mettre en évidence les fluctuations d'indice de réfraction du milieu, fluctuations liées aux variations de

température, de densité et de pression. Les variations de ces grandeurs dans la zone d'observation peuvent être caractérisées par des modulations d'intensité lumineuse dans le plan image. Ainsi, la déflexion des rayons lumineux qui traversent la zone observée et qui est due aux variations de densité de l'écoulement est directement liée à la vitesse de cet écoulement. Grâce à une caméra type CCD, il est possible de visualiser une partie des faisceaux déviés, Figure I.29. Les images obtenues présentent des zones d'obscurcissement et d'éclairement selon le sens de déviation des faisceaux à la traversée de l'écoulement. L'intensité du signal lumineux capté par la caméra peut être réglée en manipulant le miroir parabolique de réception, de sorte que le couteau de réception coupe plus ou moins l'image du couteau d'émission. Une illustration des images obtenues par cette technique est donnée Figure I.30.

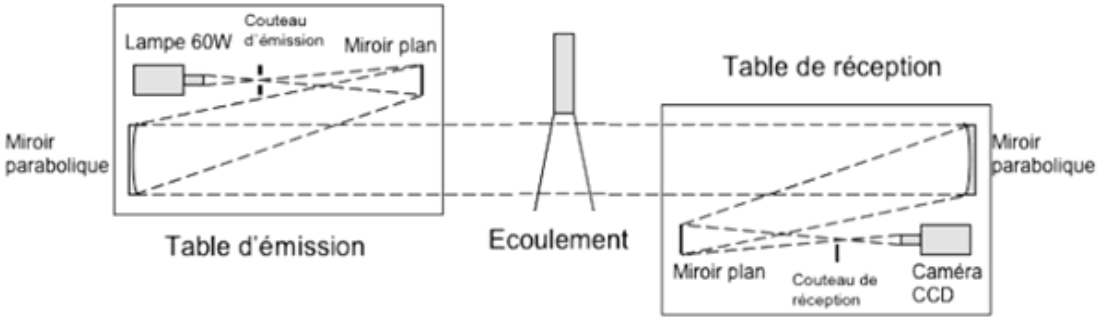


Figure I.24 : Banc de visualisation Strioscopie de type Z

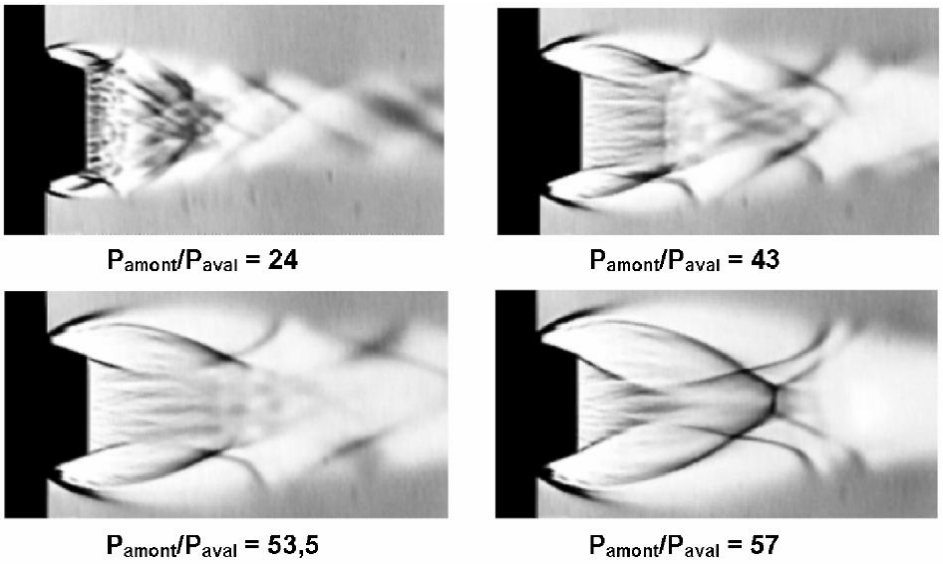


Figure I.25 : Visualisation par strioscopie des écoulements de gaz d'une buse HPGA pour différents rapports de pression (P_{amont}/P_{aval}) **[Mates 95]**

Cette méthode permet de visualiser ainsi les ondes de choc et la turbulence du jet. La Figure I.31, présente une évolution du nombre de Mach dans l'axe d'atomisation en dessous de la buse de coulée dans les buses Close Coupled (type HPGA : High Pressure Gaz Atomization) pour différentes valeurs de pression. Dans le cas des buses convergentes, Mates ***et al.*** ont observé une augmentation considérable du nombre de Mach avec l'augmentation de la pression d'atomisation.

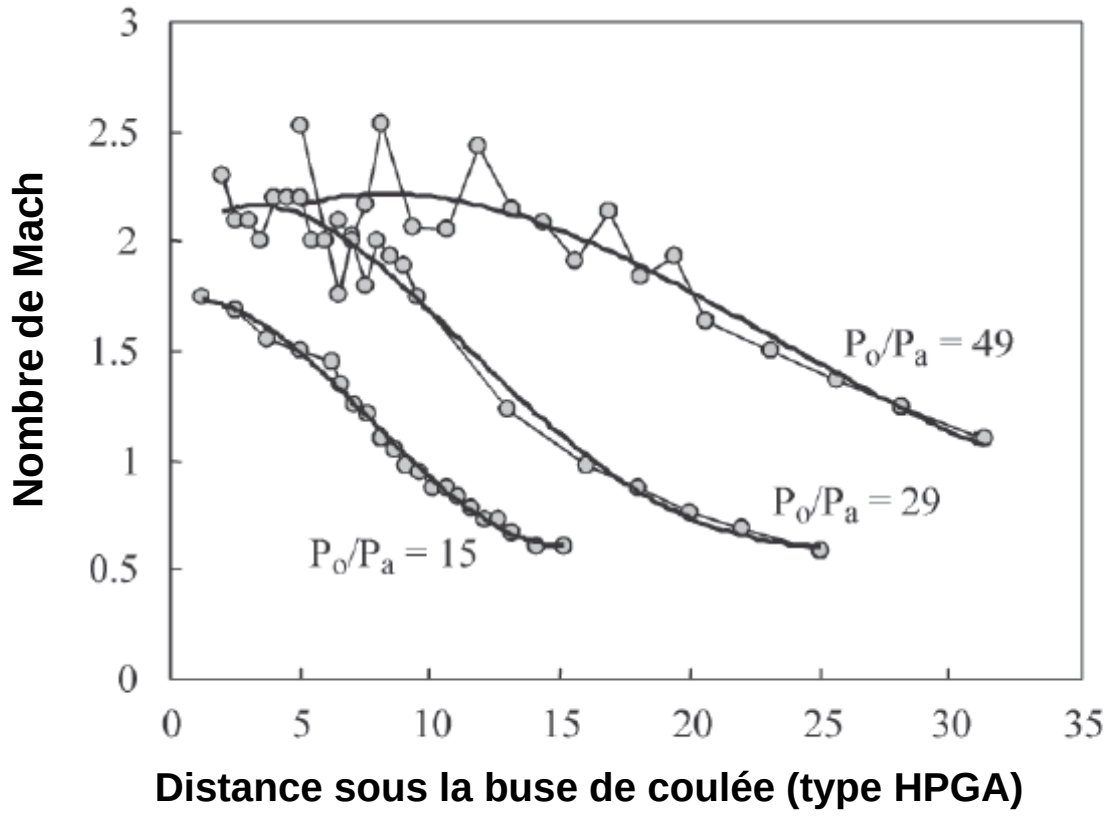


Figure I.26 : Variation du nombre de Mach en fonction de la pression du gaz d'atomisation **[Mates 95]**

IV 4 b. Ombroscopie

L'ombroscopie se base sur le même principe que la strioscopie. C'est une technique optique de visualisation des jets les plus simples. Son principe consiste à observer l'ombre du jet illuminé par une lumière placée de l'autre côté du jet. Cette technique permet de visualiser les variations spatiales du jet (longueur de pénétration, largeur et angle du jet) et donc de visualiser les ombres des gouttelettes du jet d'atomisation en particulier sur les grandes structures formées par l'atomisation primaire **[Guézennec 10]**. La Figure I.32 présente un exemple d'une vue d'un jet d'atomisation prise par ombroscopie.



Figure I.27 : Image d'un jet d'atomisation par ombroscopie **[Guézennec 10]**

IV 4 c. DPV2000

Le DPV 2000 est un instrument optique qui détecte le rayonnement lumineux des particules en vol. Il permet de mesurer la vitesse, la taille, la température des particules individuellement ainsi que la trajectoire du jet de particules. Plusieurs facteurs sont importants : la température de fusion et la taille des particules, leurs émissivités réelles. Au préalable à toute expérimentation, une calibration du système est nécessaire pour le matériau à analyser. Le schéma de principe de cette technique est donné en Figure I.33.

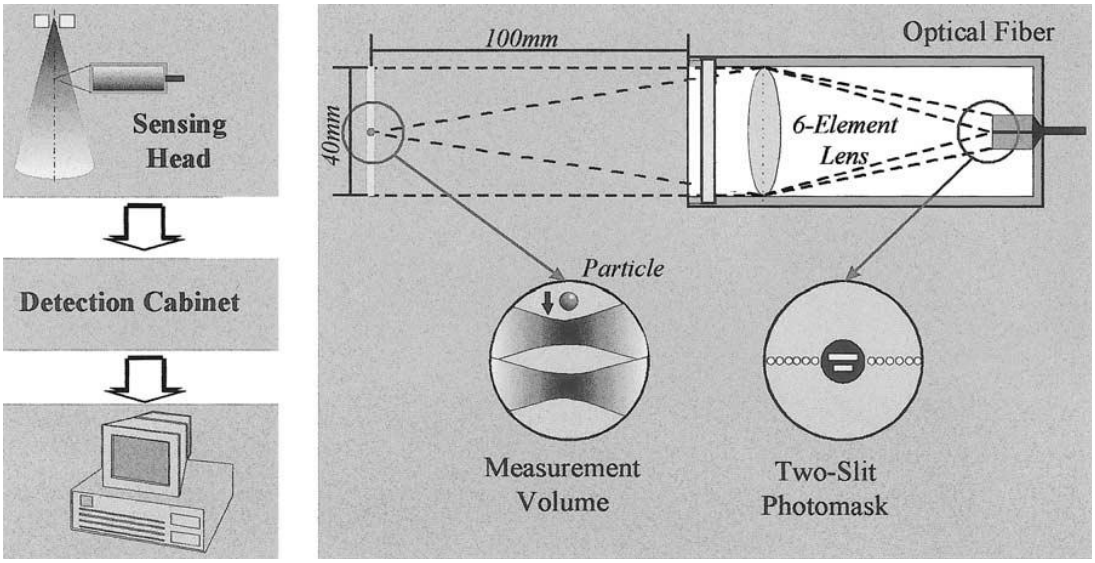


Figure I.28 : Composants et orientation du système de détection **[Krauss 02]**

Les travaux de Krauss ***et al.*** ont montré que, dans le cas d'une atomisation d'acier pauvre en carbone (Ck35) sous jet d'azote (pression d'atomisation variant de 0,25 MPa à 0,5 MPa, diamètre de la buse de coulée d_0 égale à 4mm), le gradient d'émissivité des particules dépend fortement de leurs structures extérieures (état de solidification), des propriétés matérielles, de leur température et de leur taille [Krauss 02]. En effet, les problèmes caractéristiques de détection résultent de la faible émissivité des petites particules solides (<10µm) et de l'émissivité élevée des grosses gouttelettes encore liquides (>>300 µm). La gamme actuelle des températures mesurables avec cet appareil est comprise entre 1200 - 4000°C due à la sensibilité des détecteurs photoélectriques utilisés. La Figure I.34 présente les mesures de vitesse, température et diamètre de particules pour différentes positions le long de l'axe d'atomisation **[Krauss 02]**.

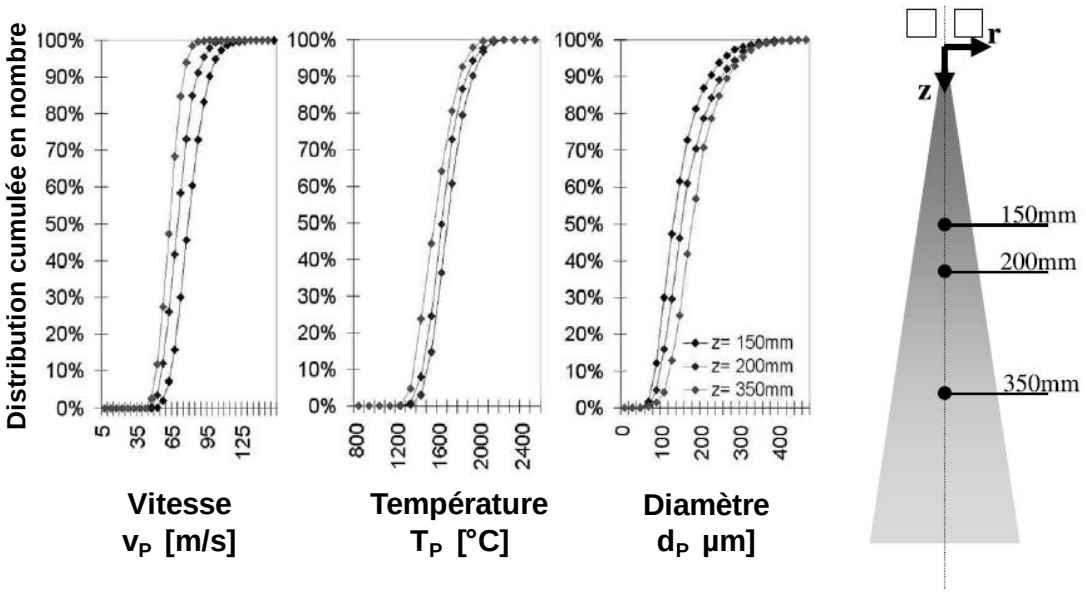


Figure I.29 : Distribution en nombre en fonction de la vitesse des particules, la température, et le diamètre pour différentes positions de mesure par rapport à la sortie de la buse de coulée (d_0 = 4 mm) (150, 200 et 300 mm) (atomisation obtenue par procédé de dépôt par atomisation (spray forming))**[Krauss 02]**

IV 4 d. Vélocimétrie par Images de Particules

La Vélocimétrie par Images de particules est une technique optique non intrusive largement utilisée pour étudier la dynamique des fluides **[Allimant 09 ; Marchand 09 ; Husted 95]**. Réalisée par tomographie, la visualisation d'une coupe d'un écoulement conduit à déterminer essentiellement des aspects qualitatifs de celui-ci (présence de vortex, de décollement, etc..) et à quantifier quelques particularités

(taille du tourbillon, position du décollement, etc..). En revanche, deux visualisations successives à intervalle de temps contrôlé de cette même coupe vont, par le biais d'une analyse d'images appropriée, permettre de déterminer l'évolution de l'écoulement. S'appuyant sur ce dernier principe, la vélocimétrie laser par images de particule est une technique de visualisation qui permet de dégager un champ de vitesses instantanées au sein d'un écoulement. La mise en œuvre de cette technique non-intrusive, se fait sur un écoulement (liquide, gazeux ou diphasique) préalablement ou naturellement ensemencé, Figure I. 35. Une première nappe de lumière éclaire une 'tranche' de l'écoulement étudié à l'instant t et une seconde nappe est générée un instant plus tard dans le même plan à t +Δt. Les particules présentes diffusent cette lumière reçue dans toutes les directions et servent ainsi de traceurs. Un système optique souvent placé à 90° du plan lumineux est chargé de recueillir la lumière diffusée et d'enregistrer les deux scènes successives. L'analyse des deux clichés instantanés par le biais d'un algorithme basé sur l'intercorrélation permet de déterminer l'évolution (déplacements) des particules durant l'intervalle de temps Δt.

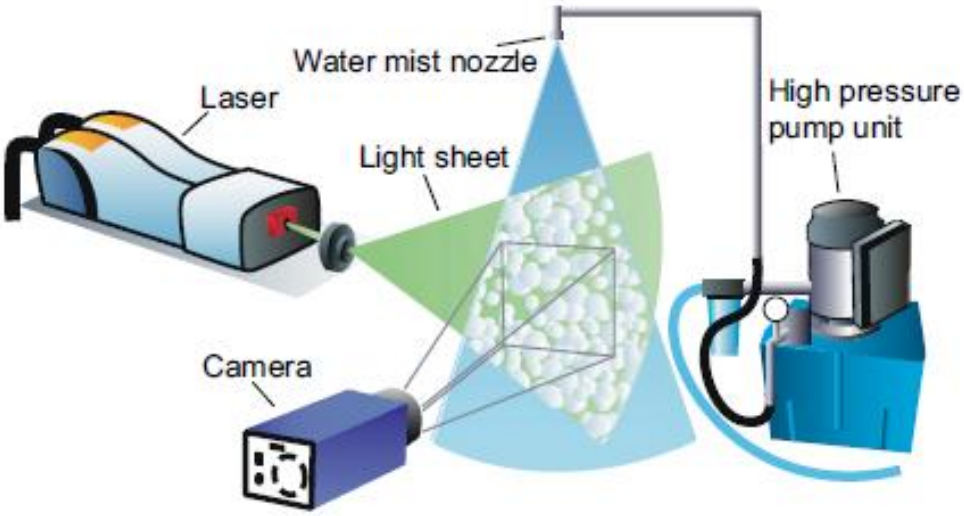


Figure I.30 : Dispositif de mesures par PIV **[Husted 09]**

Cette méthode de calcul a permis de mettre en évidence l'influence des paramètres opératoires sur la vitesse des particules. Allimant ***et al.*** ont montré l'évolution de la vitesse des particules atomisées par procédé Nanoval en fonction des paramètres opératoires. Dans le cas de l'atomisation de l'aluminium liquide pour laquelle seule la pression d'atomisation a été changée, la vitesse maximale de particules augmente de 107 m/s pour une pression d'atomisation de 4 bars jusqu'à atteindre 200 m/s pour

une pression d'atomisation de 14 bars, et plus la pression d'atomisation est élevée plus la taille de poudre est faible **[Allimant 06]**. En effet, lorsque la pression relative d'argon passe de 4 bars à 14 bars, la taille des particules diminue respectivement de 59.3 µm à 44 µm.

Dans ce travail de thèse, la technique PIV a été choisie pour l'étude de la dynamique du jet de particules proche de la sortie de la buse De Laval. Dans le chapitre suivant, nous présenterons le dispositif expérimental mis en place pour caractériser le fonctionnement du procédé d'atomisation Nanoval avec cette technique.

Conclusion

Plusieurs études ont été d'ores et déjà menées sur des procédés d'atomisation de métal liquide pour la production de poudre métallique. Ces études ont eu pour objectif commun d'améliorer la compréhension des phénomènes physiques mis en jeu par ces procédés. Les principaux résultats expérimentaux ou numériques font état que :

- l'atomisation des jets liquides est un phénomène complexe. Elle résulte de l'interaction de plusieurs phénomènes physiques dépendant entre autre à la fois de la nature du liquide à atomiser, du type de procédé d'atomisation et de son unité d'atomisation, du milieu environnant régnant autour du jet liquide (milieu au repos ou mouvement…) et des paramètres opératoires d'atomisation ;

- dans le cas de l'atomisation gazeuse des jets de métal liquide, il est nécessaire de prendre en compte les propriétés spécifiques du métal liquide à atomiser et son fort gradient en température avec le gaz d'atomisation ;

- le type de buse d'atomisation (cas de l'atomisation gazeuse) à mélange interne ou à mélange externe de type « close-coupled » ou « free-fall », joue un rôle important à la fois sur le mode de rupture des jets liquides et sur la taille des particules produites.

En ce qui concerne le procédé Nanoval, peu de travaux tant sur le plan expérimental que sur le plan de la modélisation (modélisation monophasique) sont aujourd'hui à mentionner. Les quelques études portant sur ce sujet ont démontré que :

- le procédé Nanoval se différencie des autres procédés d'atomisation gazeux à mélange externe par sa capacité à produire une poudre métallique plus fine ;

- les paramètres opératoires (en matière de pression, de géométrie des buses, de diamètre de buse de coulée et De Laval, etc.) jouent un rôle important sur la variation de la taille des particules ainsi que la distribution granulométrique obtenue.

L'objectif de cette thèse a consisté à étudier le fonctionnement du procédé d'atomisation Nanoval et à approfondir le rôle des paramètres opératoires responsables des caractéristiques du jet et donc des propriétés de la poudre produite. Deux volets ont composé ce travail de thèse :

- un volet diagnostic pour lequel la mise en place de moyens de diagnostic adaptés au procédé a fait l'objet d'un premier travail puis l'analyse des résultats l'objet d'un deuxième travail ;
- un volet modélisation pour permettre de développer les codes numériques relatifs aux mécanismes engendrés par ce procédé.

La suite de ce manuscrit est présentée de la manière suivante :

- après un premier chapitre relatif à l'état de l'art sur les procédés d'atomisation, le deuxième chapitre décrit la tour d'atomisation (utilisant le procédé Nanoval ®) présente au LERMPS, les dispositifs mis en place pour les différentes études expérimentales ainsi que les techniques de caractérisation mises en œuvre ;
- le troisième chapitre se focalise sur les différents travaux de modélisation. Une première partie traite la modélisation monophasique, écoulement du gaz d'atomisation seul à travers l'unité d'atomisation. Une deuxième partie traite la modélisation diphasique, la constriction du monofilament du métal liquide à la sortie de la buse de coulée et à son passage à travers de la buse De Laval ;
- le quatrième chapitre s'attache à présenter les résultats expérimentaux. Il donne des résultats de vitesse obtenus par technique PIV, des caractéristiques des particules écrasées sur substrats et des analyses des propriétés des poudres ;
- Enfin, une conclusion de ce travail est présentée ainsi que les perspectives envisagées pour la poursuite de cette étude.

Chapitre II

Système Nanoval et dispositifs expérimentaux

Ce chapitre est destiné à la présentation de l'installation d'atomisation Nanoval® du laboratoire LERMPS, utilisée pour la production de poudre métallique ainsi qu'à la présentation des outils de diagnostic utilisés pour la caractérisation des poudres produites avec ce procédé ; c'est-à-dire les dispositifs expérimentaux qui ont été conçus de manière à s'adapter à cette installation d'atomisation et qui ont permis des mesures par technique de Vélocimétrie par Images de Particules (PIV) et des résultats d'écrasements de particules sur lamelles.

I) Installation Nanoval®

I 1. Description de l'installation Nanoval ®

Le LERMPS dispose d'une installation semi-industrielle d'atomisation de métal liquide munie d'une unité d'atomisation dite De Laval. Le système Nanoval® est basé sur le brevet de Walz déposé à la fin des années 80 pour un système d'atomisation permettant la production de poudre fine de morphologie sphérique **[Walz 89]**. Le schéma de principe de cette installation est donné en Figure II.1. On distingue cinq parties dans cette installation:

- l'autoclave situé dans la partie supérieure de la tour d'atomisation ;
- l'unité d'atomisation ;
- la chambre d'atomisation (lieu de la pulvérisation du liquide métallique) ;
- le système de distribution de gaz ;
- les pots de récupération de la poudre sur la partie basse de l'installation.

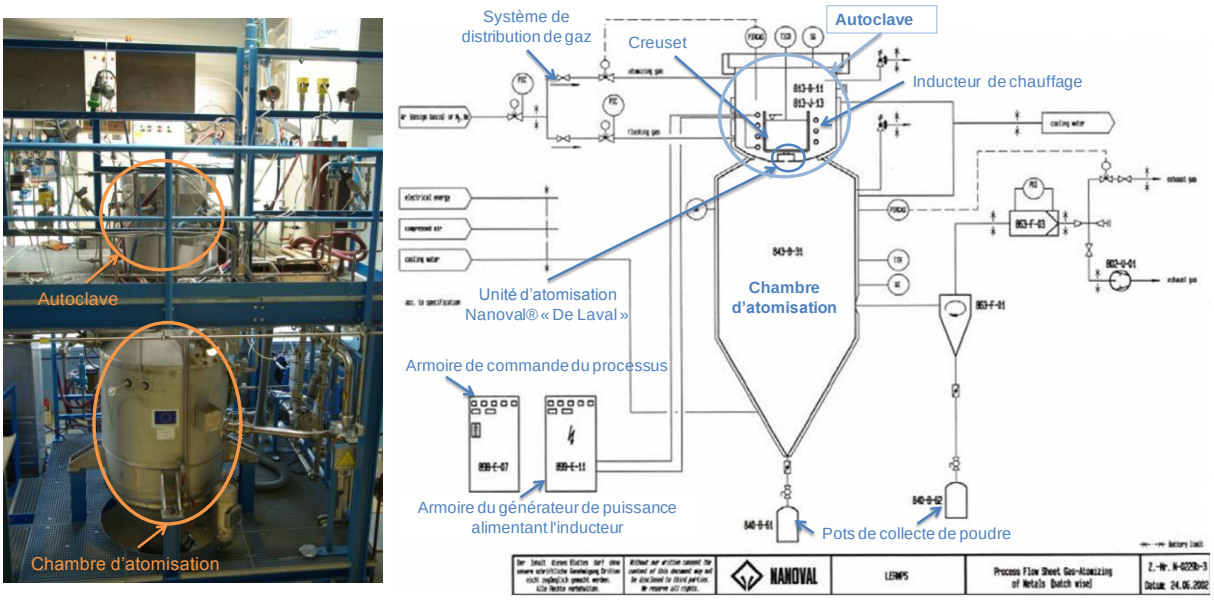


Figure II.1 : Vue d'ensemble de l'installation d'atomisation Nanoval® présente au LERMPS

- le creuset isolé thermiquement dans lequel est placée la charge métallique;
- le système de chauffage par induction qui permet de fondre la charge métallique ;
- le système de diffusion de gaz.

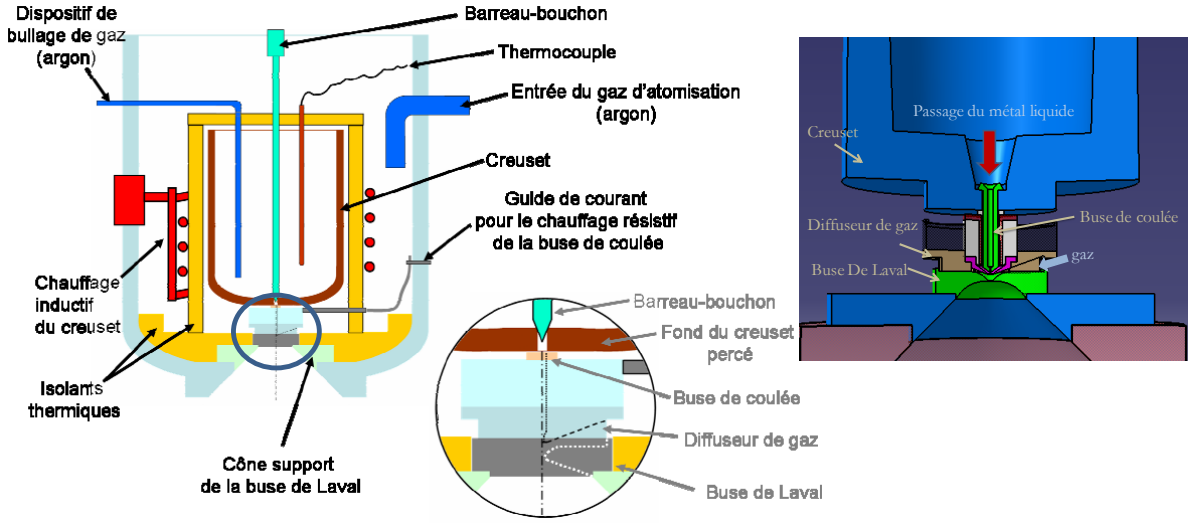


Figure II.2 : Schéma des éléments de l'autoclave

I 1 a. Creuset

Le creuset placé au centre de l'autoclave contient la charge métallique à fondre. On utilise deux types de creuset selon la nature de la charge métallique à fondre, les creusets céramique (alumine, zircone) et les creusets graphite. Ils font partie des éléments consommables et doivent être remplacés périodiquement après usage, en particulier, les parties en contact direct avec le métal fondu sont souvent à usage unique. Par exemple, les creusets en céramique, sensibles aux contraintes thermiques, se fissurent fréquemment au refroidissement. Les creusets en graphite et en nitrure de bore sont, quant à eux, réutilisables.

I 1 b. Chauffage par induction

La charge métallique est portée à la température de fusion en utilisant un chauffage par induction. Les inducteurs, dont la taille est adaptée à celle du creuset, créent un champ électromagnétique qui permet le chauffage de la matière. La puissance du système est limitée à 60 kW et elle permet d'obtenir la fusion de matériaux dont le point de fusion ne dépasse pas la température de 2000°C. Dépendant de la nature du creuset, céramique - isolant ou métallique - conducteur, le chauffage de matière s'effectue différemment, à savoir que le flux électromagnétique induit se développe directement ou non dans la charge métallique. Dans le cas des creusets conducteurs (graphite), les courants de Foucault induits se développent dans les parois du creuset et c'est le creuset lui-même qui s'échauffe, l'énergie thermique étant transmise à la charge par conduction. Dans le cas des creusets isolants (céramique), les courants de Foucault se développent directement dans la charge et provoquent son échauffement et sa fusion. Le Tableau II.1 ci-dessous donne un exemple de matière première atomisée et la correspondance du creuset à choisir. Par exemple, l'acier inoxydable 316L est porté en fusion dans les creusets céramique, la poudre de cuivre ou d'aluminium est placée dans des creusets graphite.

Tableau II.1 : Type de creusets en fonction des principaux métaux atomisés pendant ces travaux de thèse.

Métal	Type de creuset
Aluminium	Graphite
Cuivre	Graphite
Acier inox 316L	Céramique
Fe-28wt% Al	Céramique (Al_2O_3)
CoCr	Céramique

L'alimentation en gaz d'atomisation est assurée via un système de diffusion intégré dans l'autoclave comme indiqué dans la Figure II.2.

I 1 c. Unité d'atomisation

L'unité d'atomisation se situe entre l'autoclave et la chambre d'atomisation, c'est la pièce maîtresse de l'installation d'atomisation (Figure II.3). Cette unité d'atomisation est constituée de plusieurs éléments disposés chronologiquement comme suit :

- une buse de coulée,
- un manchon isolant en nitrure de bore,
- une résistance de chauffage de la buse de coulée,
- un bloc isolant en nitrure de bore,
- un corps diffuseur,
- un déflecteur,
- un diffuseur de gaz,
- une buse De Laval.

En accord avec le choix du creuset céramique ou graphite, les buses de coulée seront de même nature. Les buses de coulée sont positionnées à l'extérieur sous la partie centrale percée du creuset.

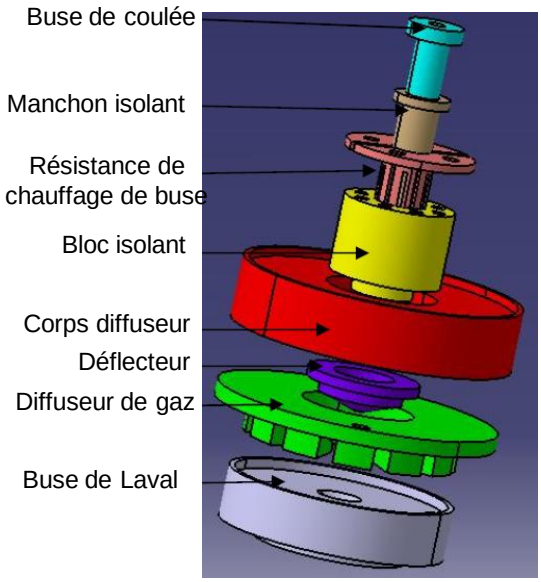


Figure II.3 : Eléments constitutifs de l'unité d'atomisation

Le manchon isolant en nitrure sépare la buse de coulée et la résistance de chauffage qui joue le rôle d'une barrière thermique. Afin d'éviter les problèmes de colmatage du métal liquide pendant l'atomisation, on chauffe la buse de coulée juste avant l'atomisation à l'aide de la résistance de chauffage. Le bloc isolant protège le corps diffuseur de la partie chauffée. Le déflecteur, ainsi que le diffuseur du gaz, permettent de guider l'écoulement gazeux vers la buse De Laval. La buse De Laval permet enfin la constriction du monofil de métal liquide jusqu'à sa pulvérisation en fines gouttelettes.

I 1 d. Chambre d'atomisation

La chambre d'atomisation est connectée à l'autoclave par l'intermédiaire de l'unité d'atomisation dont l'extrémité basse est la buse De Laval. C'est le lieu de la pulvérisation du filament métallique en fines gouttelettes. Elle est constituée, d'une part, d'une enveloppe métallique en acier inoxydable 316L qui assure une résistance à la pression du gaz d'atomisation dans la chambre allant du vide jusqu'à une pression interne absolue de 13 bars, et d'autre part, d'une double enveloppe permettant la circulation de l'eau de refroidissement. La chambre d'atomisation est équipée de hublots d'observation. Elle est équipée aussi d'un système d'évacuation de gaz, permettant de réguler la pression d'atomisation dans la chambre.

En partie basse de cette enceinte, on trouve les pots de récupération de la poudre métallique.

I 1 e. Pots de récupération de la poudre

Constitués en acier inoxydable 316L, les pots de récupération collectent la poudre au cours de chaque atomisation. Ces pots peuvent être utilisés pour garder la poudre sous vide dans le cas des poudres sensibles à l'oxydation.

I 2. Fonctionnement de la tour d'atomisation

Le fonctionnement de la tour d'atomisation peut se découper en plusieurs étapes en commençant par la phase de préparation avec le choix des consommables (creuset, buse de coulée, etc.), suivie par les phases de fusion de la matière première et d'atomisation jusqu'à la phase finale de collecte de la poudre produite.

I 2 a. Phase de préparation

La phase de préparation est une étape qui consiste à choisir les différents éléments consommables (creuset, buse de coulée, barreau bouchon, joints, etc.) en fonction du matériau à atomiser. Le choix du creuset est basé sur deux facteurs. Le premier dépend de la réactivité de la charge métallique avec le creuset. Le deuxième dépend de la charge métallique elle-même et de sa réactivité avec le système de chauffage. L'opérateur vérifie l'alignement des différents éléments avec l'orifice de la buse De Laval. L'autoclave est mis sous vide avant le lancement de la phase de fusion pour éviter toute contamination de la charge métallique par l'oxygène présent dans l'enceinte autoclave.

I 2 b. Phase de fusion

La charge métallique est mise en fusion par le système d'induction. Le suivi de la montée en température de la charge métallique est contrôlé par thermocouples et pyromètre. Avec ce contrôle, le problème de dégradation du creuset, ou la mise en évidence d'une réaction avec la charge métallique due à un chauffage trop important, peuvent être évités. Une fois la charge métallique fondue, l'homogénéité du bain métallique peut être contrôlée. En effet, on coupe le chauffage et on vérifie que la température ne chute pas trop rapidement. Toutefois, un dispositif de bullage du gaz d'argon peut être utilisé pour améliorer l'homogénéisation du bain métallique grâce à l'immersion d'un tube dans le bain métallique pour l'injection du gaz. Pour éviter les problèmes de colmatage de la charge métallique au contact avec l'écoulement gazeux, le bain métallique est porté à une température supérieure de 50 à 300 °C

(température de surchauffe) à celle correspondant à la température de fusion de la charge.

I 2 c. Phase de pressurisation

La phase de pressurisation de l'autoclave est déclenchée une fois que la température de surchauffe du bain métallique est atteinte. L'objectif de cette phase est d'une part de produire une dépression au nez de la buse de coulée, de manière à faciliter la coulée du métal fondu, et d'autre part d'atteindre la pression souhaitée (pression de consigne) pour la phase d'atomisation. Il est parfois nécessaire de pressuriser aussi la chambre d'atomisation afin de réduire la vitesse du gaz d'atomisation. En effet, comme indiqué dans le chapitre I, la vitesse du gaz d'atomisation joue un rôle important dans la constriction du filament de métal liquide. Le rapport entre la pression en amont (pression d'atomisation dans l'autoclave) et la pression en aval (pression dans la chambre d'atomisation appelée aussi « contre-pression ») varie en fonction de la nature du gaz. En aérodynamique à haute vitesse, on définit le rapport critique de pression de part et d'autre de la buse De Laval par (Eq. II 1).

$$\left(\frac{P_1}{p_2}\right)_{critique} = \left(\frac{\kappa+1}{2}\right)^{\frac{\kappa}{\kappa+1}} \qquad \text{(Eq. II 1)}$$

Avec

P_1 : pression en amont de la buse De Laval

P_2 : pression en aval de la buse De Laval

κ : coefficient isentropique du gaz

Si le rapport de pression (P_1/P_2) dépasse le rapport critique, dans ce cas la buse De Laval fonctionne en mode sonique. la vitesse de l'écoulement gazeux dans la partie convergente atteint la vitesse sonique défini par l'équation (Eq. II 2).

$$v_{Gs} = \sqrt{\frac{2\kappa}{\kappa+1}\frac{R}{M}T_1} \qquad \text{(Eq. II 2)}$$

Avec

T_1 : température en amont de la buse De Laval (K)

M : masse molaire du gaz d'atomisation (kg/mol)

R : constante des gaz parfaits (8.314J/mol.K)

κ : coefficient isentropique du gaz

Le tableau II.2 donne un récapitulatif des propriétés des gaz d'atomisation et le rapport de pression critique à atteindre (dans les conditions normales, 273K et 1. 013 x 10^5 Pa) **[Stobik00]**.

Tableau II.2 : Propriétés des gaz d'atomisation dans les conditions normales **[Stobik00]**

Gaz	Coefficient Isentropique	Masse molaire	Masse volumique	Viscosité dynamique	Vitesse sonique	Rapport pression critique
	κ	M	ρ	η	v_{Gs}	$(P_1/P_2)_{critique}$
	[-]	[kg/mol]	[kg/m^3]	[µPa*s]	[m/s]	[-]
Argon	1.65	39.95 x 10^{-3}	1.784	21.2	266	2.04
Azote	1.4	28.02 x 10^{-3}	1.251	16.5	307	1.89
Hélium	1.65	4.00 x 10^{-3}	0.176	18.7	841	2.04
Hydrogène	1.41	2.02 x 10^{-3}	0.09	8.4	1147	1.9

I 2 d. Phase de coulée

Après la fusion de la charge métallique et la période de pressurisation, le barreau bouchon est soulevé, le métal fondu s'écoule à travers la buse de coulée sous l'effet de la gravité et de la dépression formée au nez de la buse de coulée dans la région subsonique de la buse De Laval. Pour éviter le problème du colmatage de la buse au moment de la coulée, celle ci est chauffée à l'aide d'une résistance en graphite. Par analogie à la distinction faite entre les creusets céramiques et les creusets graphite, le chauffage de la buse de coulée est réalisé selon le type de buse utilisée : Pour les buses en graphite, l'étape de chauffage de la buse de coulée peut être lancée quelques minutes avant le soulèvement du barreau bouchon. Dans le cas des buses en céramique, pour éviter les problèmes de rupture, de fissure et de colmatage, la buse de coulée est chauffée en même temps que le creuset.

I 2 e. Phase d'atomisation

Le filament de métal liquide, à la sortie de la buse de coulée, possède un diamètre initial d_0 égal au diamètre de la buse de coulée. Le diamètre du filament de métal diminue progressivement sous l'effet des forces de friction du jet de gaz. Lorsque les forces de friction dépassent les tensions de surface du métal liquide, le filament de métal liquide se pulvérise et se désintègre en gouttelettes et/ou ligaments. Ce processus est appelé atomisation primaire. Sous l'effet du jet de gaz constamment accéléré en sortie de l'unité d'atomisation, les gouttelettes et les ligaments subissent d'autres ruptures, conduisant ainsi à la formation de fines gouttelettes, et par la suite à la formation de fines particules. Ce processus est appelé atomisation secondaire.

I 2 f. Phase de solidification

Les gouttelettes refroidissent et se solidifient au cours de leur descente dans la chambre d'atomisation sous l'effet de la différence importante de température avec le gaz environnant et sous l'effet du passage dans la zone de détente supersonique produite par l'écoulement gazeux. Les gouttelettes produites possèdent une morphologie sphérique et cette morphologie ne varie pas après refroidissement, les particules collectées dans les pots réceptacles conservant cette morphologie.

II) Moyen de diagnostic des particules in-situ dans la chambre d'atomisation

Afin de caractériser le fonctionnement de la tour d'atomisation, et de mettre en évidence l'influence des paramètres opératoires sur les propriétés des poudres, la tour d'atomisation a été instrumentée par le système de diagnostic PIV. Ce système de mesure de vitesses des particules a été mis en œuvre par l'équipe MIE du département ENISYS de l'institut FEMTO-ST de Belfort, et a nécessité la conception d'éléments optiques particuliers pour permettre l'étude de la dynamique du jet d'atomisation à proximité du nez de la buse De Laval.

II 1. Diagnostic par Vélocimétrie par Image de Particules (PIV)

La vélocimétrie par Image de Particules (PIV) a été utilisée comme moyen de diagnostic pour la caractérisation de la dynamique des particules en vol produites par le procédé Nanoval. Ce paragraphe propose de présenter les différents détails de la mise en place de ce système dans la tour d'atomisation.

II 1 a. Principe de la méthode de mesure PIV

La PIV est basée sur l'hypothèse suivante : il est possible de connaître la vitesse locale d'un écoulement ou des particules dans un écoulement, en mesurant leurs déplacements dans un plan. Le principe est d'enregistrer à deux instants rapprochés Δt sur le capteur d'une caméra positionnée avec un angle de 90°, deux images successives dans une zone de mesure prédéfinie. Il est nécessaire de noter que la qualité de la mesure est liée aux propriétés des particules produites en termes de diffusion de la lumière. La source lumineuse continue ou pulsée doit assurer une forte intensité lumineuse qui sera par la suite diffusée par les particules au moment de leur passage dans la nappe laser.

II 1 b. Dispositif expérimental du système PIV

Le dispositif de la PIV est constitué des éléments suivants : une source lumineuse, un système de génération de nappe, un dispositif d'enregistrement, une électronique de synchronisation des signaux et un logiciel d'acquisition et de traitement d'images. Le schéma de principe d'un tel système est donné sur la Figure II.4.

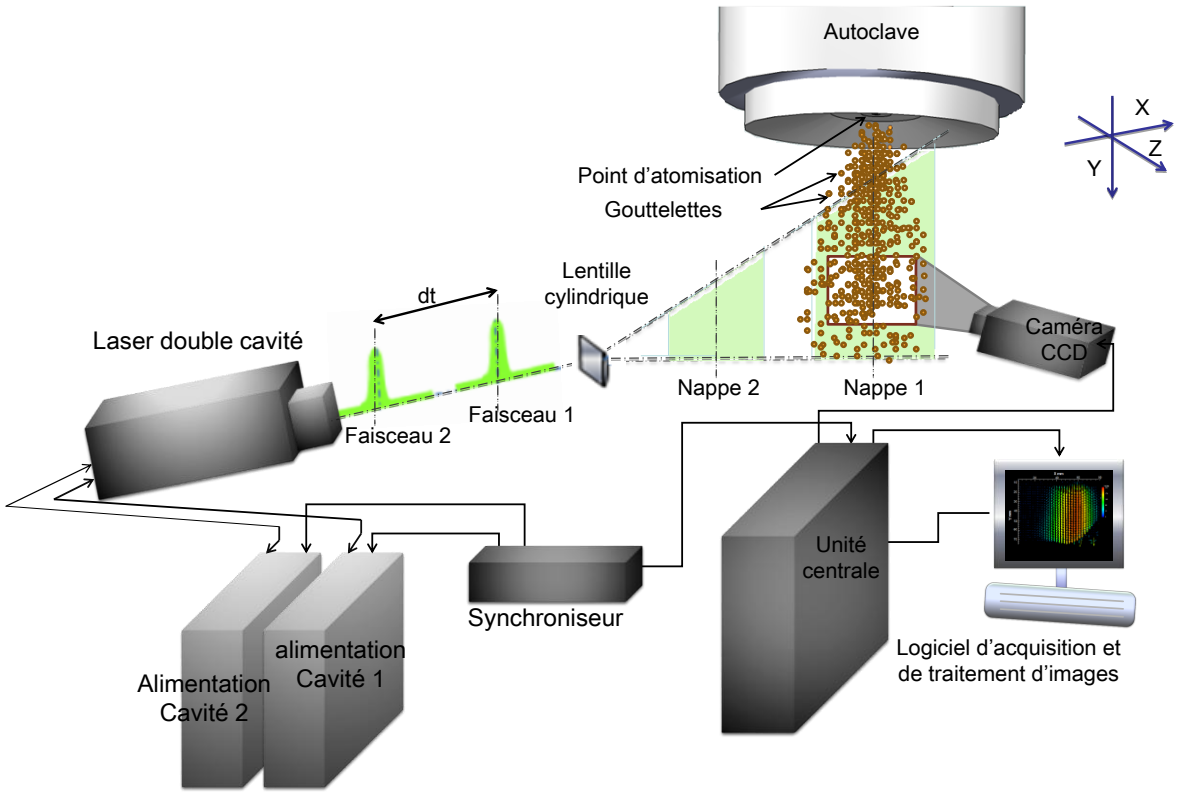


Figure II.4 : Schéma de principe du système PIV

Dans le cas où le faisceau lumineux est suffisamment énergétique pour que les particules diffusent de la lumière en direction du système d'enregistrement, le temps d'exposition pour l'obtention des clichés instantanés peut être fixé par la durée de l'éclairage.

II 1 c. Source lumineuse du système PIV

La source lumineuse (Laser) est un élément qui joue un rôle important dans les mesures. En effet, elle permet avec la sensibilité de la caméra CCD de déterminer la taille minimale des particules exploitables dans la zone d'observation.

Dans notre étude, la source lumineuse utilisée est un laser Néodyme-YAG double cavité qui délivre des impulsions intenses de quelques centaines de mJ et très brèves de quelques µs.

Le temps entre deux impulsions est spécifique à chaque cavité laser et est fourni par le constructeur. Le système est un laser double cavité de la gamme « Twins Big Sky Laser 200 », fabriqué par la société Quantel (Figure II.5).



Figure II.5 : Photo du laser double cavité de la gamme « Twins Big Sky Lazer ».

Dans notre cas d'étude, ce laser a permis de délivrer par cavité une impulsion de 200 mJ sur une durée de 8 µs, soit une puissance moyenne de 25 kW sur la durée de l'impulsion à une fréquence maximale de 15 Hz. Les deux têtes laser sont associées à un module de recombinaison qui permet de travailler en sortie suivant le même axe optique. Un doubleur de fréquence est disposé sur le trajet optique, afin de passer de l'émission naturelle (1er harmonique à 1064 nm située dans l'infrarouge) à une onde

lumineuse visible, dont la longueur d'onde est 532 nm (2ème harmonique dans le vert).

Les faisceaux laser sont quasiment gaussiens et légèrement divergents. La transformation de ce type de pinceau lumineux en nappe est réalisée au moyen d'une lentille cylindrique. Une seconde lentille de type sphérique est utilisée pour contrarier la divergence naturelle du faisceau et agir ainsi sur l'épaisseur de la nappe. Le choix de sa distance focale définit la distance avec l'axe de la zone d'étude et fixe la longueur où la nappe est fine (profondeur de champ de la nappe). Une nappe dont l'épaisseur est de l'ordre du millimètre a été retenue sur toute la zone d'étude.

II 1 d. Dispositif d'enregistrement du système PIV

Le système d'enregistrement est composé d'une caméra numérique, dite doubles trames, capable d'enregistrer deux clichés séparés par un temps très court. En effet, comme l'extraction des données s'adosse à un algorithme d'intercorrélation, le système d'enregistrement doit pouvoir stocker séparément et rapidement deux images successives. La caméra PCO Sensicam utilise une matrice CCD de 1280 x 1024 pixels de 6.7µm de côté (Figure II.6). Le temps entre la fin de la première trame et le début de la deuxième trame est de 500 ns. La fréquence maximale d'acquisition des paires d'images est 8 Hz.

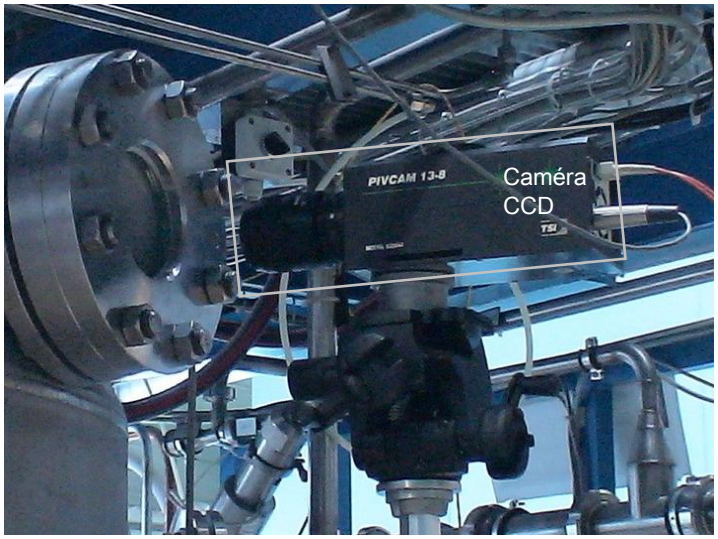


Figure II.6 : Caméra PCO Sensicam à matrice CCD

II 1 e. Synchroniseur du système PIV

Le synchroniseur est un générateur de signaux TTL qui permet de piloter les lasers et la caméra suivant un chronogramme défini par l'opérateur grâce à un logiciel. L'objectif est de positionner le premier pulse laser juste avant la fin de la première trame de la caméra et d'émettre le second pulse sur la deuxième trame à l'instant précis où l'on obtient le Δt souhaité. La conjugaison des fréquences liées aux systèmes d'émission et de réception autorise un fonctionnement théorique du système complet à une fréquence maximale de 4 Hz. Pour notre étude, nous avons acquis nos paires d'images à une fréquence de 2.5 Hz.

L'écart temporel entre les deux émissions laser est fonction de la vitesse réelle de l'écoulement et du grandissement objet/image du système optique d'enregistrement. Le traitement d'images n'est possible que si les particules se sont déplacées de quelques pixels entre les deux prises de vue. Pour réaliser le chronogramme, le synchroniseur produit un signal pour le déclenchement de la caméra et des signaux qui activent les lampes flash et les cellules de Pockels (Q-Switch) de chaque cavité laser.

II 1 f. Traitement des données PIV

Le traitement des paires d'images instantanées est fait par le calcul de la fonction d'intercorrélation. Pour ce faire, une première étape consiste à définir un maillage des images en petites zones d'interrogation dont la taille, identique pour toutes les zones, est fixée par rapport au déplacement maximum attendu. Le processus algorithmique est appliqué entre les fenêtres d'interrogation situées aux mêmes coordonnées que celles de la matrice CCD pour les deux images d'une même paire. S'appuyant sur l'intensité mesurée de chaque pixel, le résultat mathématique fournit des pics d'intercorrélation. L'un d'entre eux, décalé du centre du graphique d'intercorrélation (si la vitesse est non nulle), doit avoir une amplitude dominante. Le décalage entre l'axe de ce pic et le centre du graphique est représentatif du déplacement des particules contenues dans la fenêtre d'interrogation entre la première et la deuxième image.

Pendant l'intervalle de temps Δt, certaines particules en mouvement, présentes sur la première image, franchissent la frontière définie par la fenêtre d'observation et ne peuvent être présentes sur la seconde image. De même, des particules absentes sur le premier cliché peuvent entrer dans la fenêtre d'interrogation sur le second. Pour

réduire ce défaut, la fenêtre d'interrogation, prise en compte au niveau de la deuxième image, sera une fenêtre décalée en coordonnée, ceci afin de 'rattraper' le plus grand nombre de particules 'disparues' et de recueillir le pic d'intercorrélation de plus forte amplitude. Par glissement de cette fenêtre autour de la fenêtre initiale, le pic d'intercorrélation est obtenu, qui traduit le déplacement en pixels le plus probable affecté à toute la zone d'interrogation. Finalement, l'ensemble du traitement appliqué à toutes les zones d'interrogation conduit à la définition du champ instantané des déplacements les plus probables.

Le passage d'un déplacement instantané, en pixels, dans le repère du CCD à un déplacement, en mètres, dans le repère du laboratoire, se fait au moyen d'une calibration qui consiste à placer un objet de dimensions connues dans le champ observé, afin de définir le coefficient de conversion exprimé en m/pixel. La vitesse instantanée est calculée pour chaque zone d'observation en divisant le déplacement par le Δt fixé. La fonction d'intercorrélation fournit toujours un résultat qui sera retenu ou abandonné selon certains critères tels que celui du rapport signal sur bruit.

II 1 g. Adaptation du système PIV à la tour d'atomisation

La PIV a été appliquée pour l'évaluation de la dynamique du jet en dessous de la buse De Laval. Pour cela, il a fallu réaliser des modifications sur la tour d'atomisation. En effet, la tour d'atomisation n'était initialement équipée que de deux hublots séparés d'un angle 120° autour de l'axe de révolution de la tour d'atomisation. Une première modification a été réalisée pendant les travaux de thèse d'Alain Allimant **[Allimant 06]** pour ajouter deux hublots supplémentaires séparés d'un angle de 90° et placés directement sous le cône de séparation entre l'autoclave et la chambre d'atomisation. La Figure II.7 montre la zone observable à l'intérieur de la chambre d'atomisation suite à cette modification. L'environnement dans la chambre d'atomisation n'étant pas compatible avec l'intégration du matériel optique nécessaire à la technique de PIV (problème de poussière, d'encombrement, de chaleur, etc.), il a été décidé de réaliser les mesures depuis l'extérieur de la chambre d'atomisation. Les premières mesures ont ciblé une zone comprise entre 130 et 260 mm en dessous de la buse De Laval.

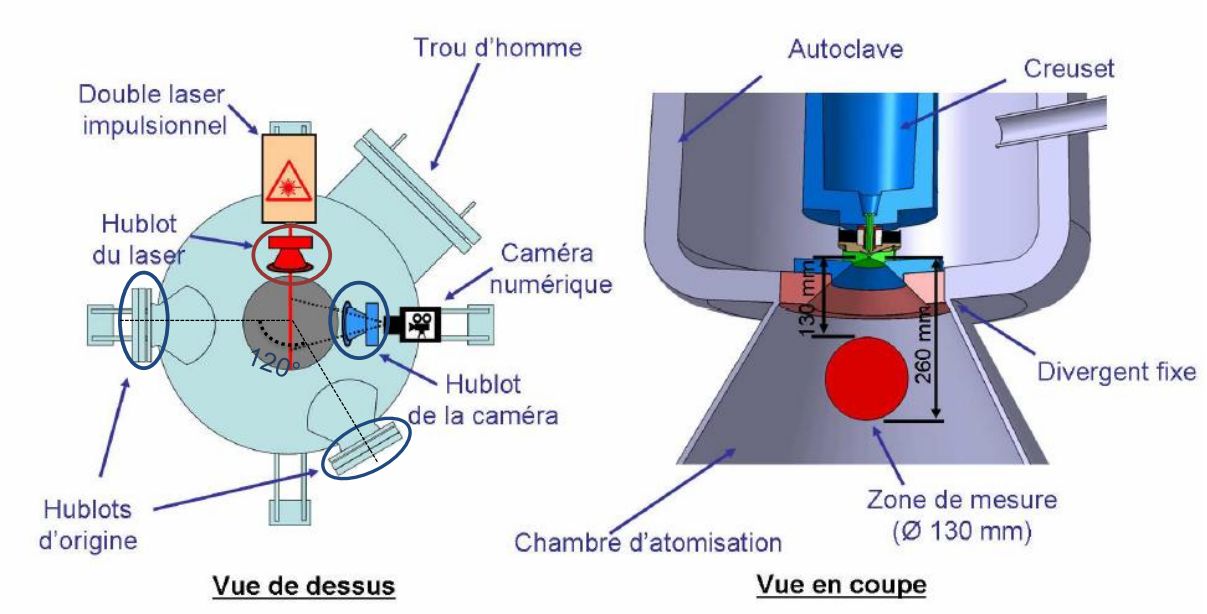


Figure II.7 : Zone d'observation et positionnement du banc PIV **[Allimant 06]**

Dans le cadre de cette thèse, il était important de réaliser des mesures dans une zone proche de la buse De Laval, de manière à approcher la zone initiale de l'atomisation du jet métallique et obtenir des données pour aider au développement et au calage du code numérique décrivant l'écoulement diphasique. Pour cette raison et afin d'accéder à cette nouvelle zone d'observation, un système optique additionnel a été conçu et mis en place. Une première étude théorique a consisté à définir la déviation des faisceaux optiques incidents à l'aide d'un jeu de miroirs à l'intérieur de la chambre d'atomisation. Une simulation des trajets optiques obtenus par ce jeu de miroirs montre le champ d'observation en-dessous de la buse De Laval, Figure II.8.

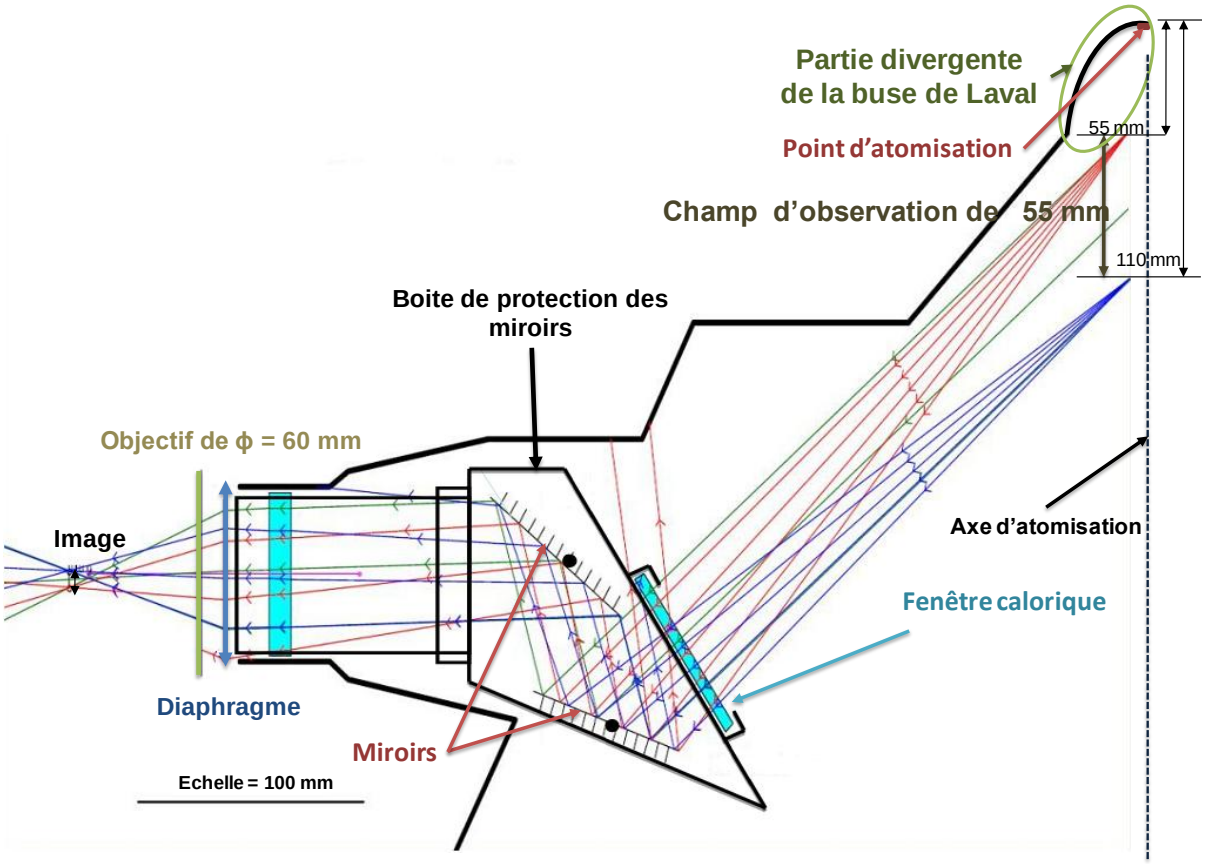


Figure II.8 : Trajectoire optique des champs d'observation

En correspondance, la Figure II.9 présente le dispositif expérimental conçu pour dévier le champ optique vers la zone souhaitée. Le dispositif optique est composé des éléments suivants :

- deux miroirs de dimension (70 x 30 x 3 mm^3) ;
- un support miroir en acier inoxydable ;
- une fenêtre calorique ;
- l'ensemble est logé dans une boîte en inox.

Le support miroir conçu sous CATIA (R18) et réalisé par fusion laser au laboratoire, permet de contrôler et positionner les miroirs dans le champ d'observation souhaité. L'objectif est d'obtenir une zone de mesure la plus proche de la sortie de buse De Laval et la plus étendue possible. Le dispositif « miroirs » est placé à l'intérieur de la chambre d'atomisation comme montré sur la Figure II.9. Le positionnement d'un tel dispositif à l'intérieur de la chambre d'atomisation l'expose à la pollution par la poudre si bien que des joints en silicone ont été utilisés et que la boîte de protection (en acier inoxydable) possède une étanchéité quasi parfaite. Enfin, un verre de

protection est utilisé pour protéger la fenêtre calorique contre l'éventuelle déposition de gouttelettes encore en fusion.

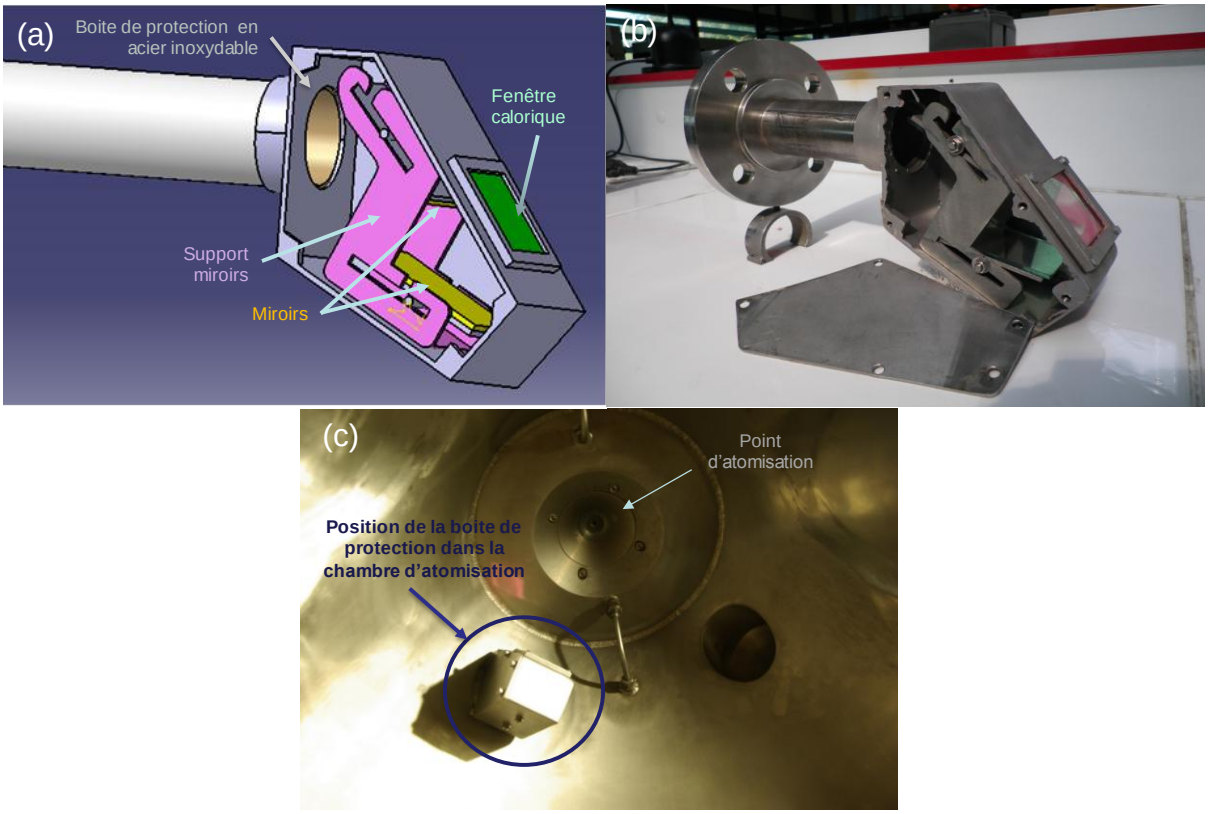


Figure II.9 : Dispositif expérimental pour l'observation de la zone 50 – 110 mm en aval de la buse De Laval (a) Dispositif en conception sous Catia ; (b) Photo du système de déviation du champ d'observation (protection des miroirs) et (c) Position de la boîte de protection des miroirs dans la chambre d'atomisation

La mise en place de ce système de déviation du champ d'observation a permis le balayage d'une zone comprise entre 50 et 110 mm. Un exemple d'images obtenues à l'aide du dispositif optique est donné en Figures II.10 et 11.

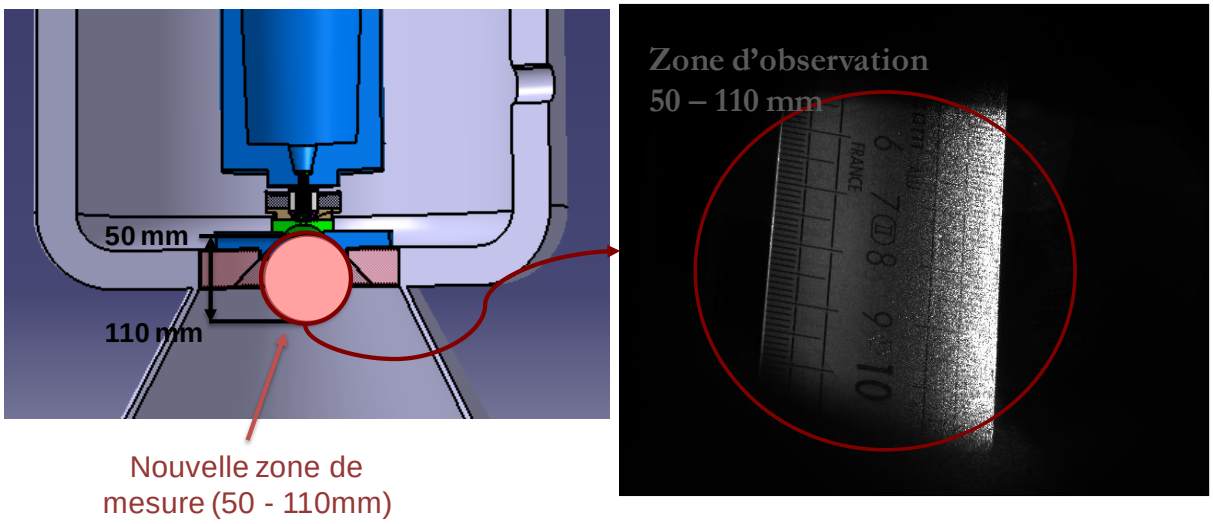


Figure II.10 : Image de la zone d'observation à 50 mm en aval de la sortie de la buse De Laval

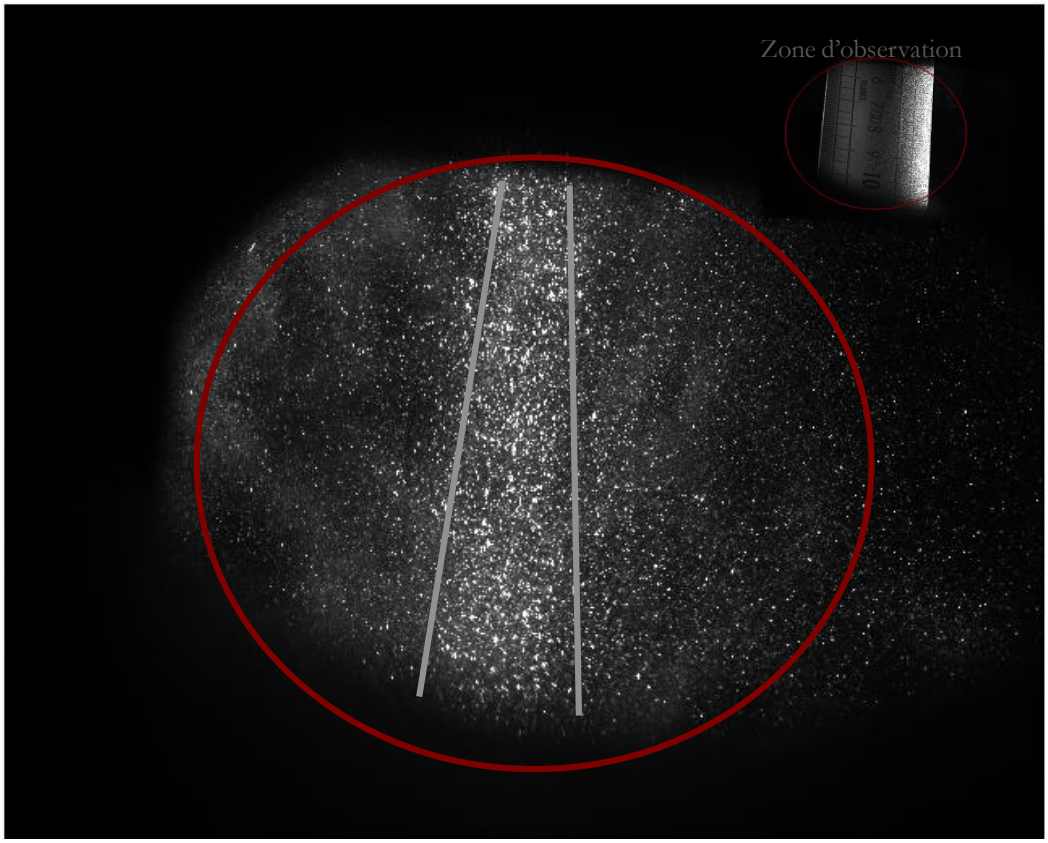


Figure II.11 : Image obtenue par PIV avec le dispositif des miroirs

II 2. Collecte des gouttelettes de métal dans la chambre d'atomisation

II 2 a. Dispositif expérimental

Parallèlement à cette installation du système PIV, un autre dispositif expérimental a été mis en place pour la collecte au cours de l'atomisation des écrasements (splats)

de gouttelettes liquides sur substrats verre et métalliques. Ce système de collecte est constitué d'un porte-échantillon de dimensions 150 x 350 mm² sur lequel viennent se placer les substrats, et d'un cache rectangulaire en inox coulissant de même dimension que le porte-échantillon, comportant des ouvertures rectangulaires aux dimensions et à la position des substrats situés en dessous sur le porte-échantillon. Ce système est placé à une distance de 500 mm de la sortie de la buse De Laval (Figure II.12).

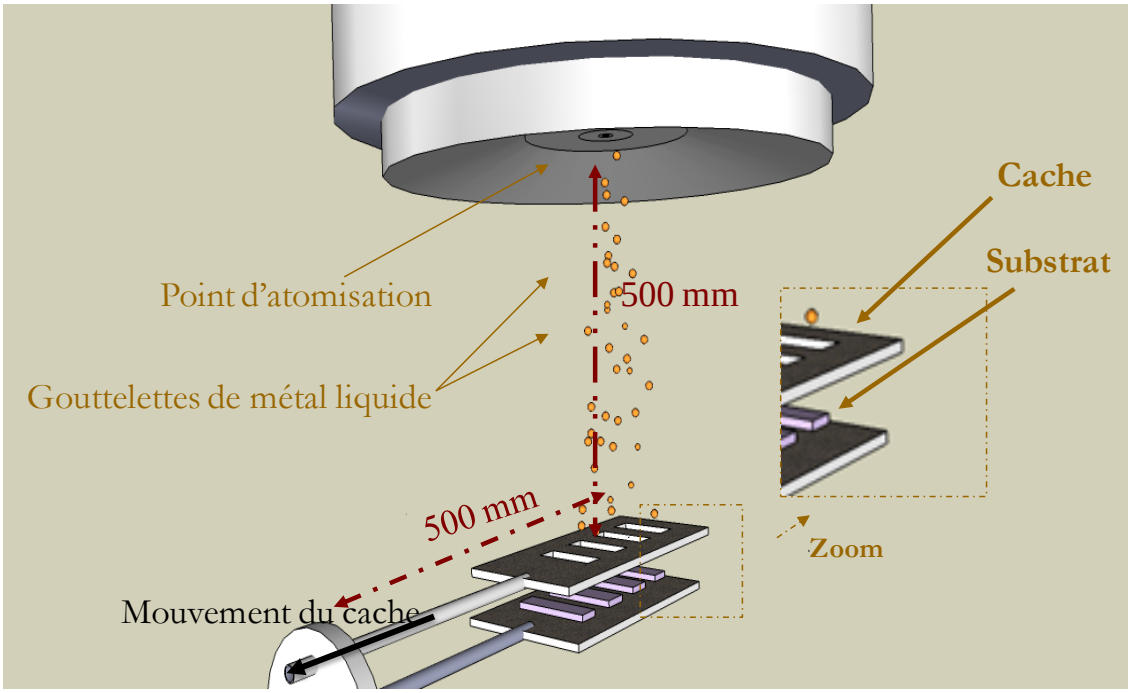


Figure II.12 : Schéma du dispositif expérimental de collecte des écrasements au cours de l'atomisation

Les substrats utilisés pour collecter les particules écrasées sont en inox 316L ou sont des lamelles de verre de taille standard. Les deux types de substrats possèdent les dimensions 25 x 70 mm² et une épaisseur de 2mm. Les substrats sont placés sur le porte-échantillon, comme indiqué sur la Figure II.12. Ils sont séparés l'un de l'autre d'une distance de 25 mm et l'un des côtés du substrat central affleure l'axe d'atomisation. Ainsi, par leur positionnement et en supposant que l'atomisation présente un caractère axisymétrique, les substrats permettent de recueillir radialement des écrasements de l'axe du jet de matière à sa périphérie. Au moment de la collecte des écrasements, le bras du cache coulisse de 25 mm, de façon à laisser la surface du substrat se recouvrir d'un nombre limité d'écrasements de gouttelettes. Le temps d'exposition entre le jet de matière et les substrats est

d'environ 2 secondes. La température des substrats et du cache est mesurée in situ à l'aide de thermocouples de type K. Quelle que soit la nature du matériau collecté, il a été constaté que la température des substrats atteint au plus une centaine de degrés pendant la durée d'exposition de la pièce au jet de matière, et que seuls les deux substrats dont les positions restent les plus proches de l'axe d'atomisation comportent des écrasements.

II 2 b. Préparation des substrats

Les substrats en inox sont polis à l'aide d'une polisseuse mécanique afin d'atteindre de faibles valeurs de rugosité (Ra<0.5 µm). Les lames de verre sont utilisées sans modification de leurs caractéristiques. Les substrats sont préalablement nettoyés à l'alcool (éthanol) pour supprimer tous les polluants organiques.

II 2 c. Observation et analyse des écrasements

La morphologie des écrasements est observée par microscope optique. Leur topographie et leur épaisseur sont mesurées à l'aide d'un profilomètre 3D (ALTISURF 500). Une série de 30 images au moins (768 x 576 pixels², avec 255 niveaux de gris), prises au grossissement x10 ou x20, ont été traitées pour chaque jeu de paramètres d'atomisation. Les analyses d'images ont été effectuées avec le logiciel ImageJ et ont permis de réaliser une étude statistique pour identifier l'influence des conditions d'atomisation sur le diamètre équivalent des splats et sur leurs taux d'éclaboussures. Le processus d'analyse s'effectue par seuillage de l'image. Seuls les pixels sombres et qui correspondent aux contours des écrasements, sont retenus. Les surfaces fermées sont par la suite remplies, l'image finale donne une lamelle noire sur un fond blanc. Enfin, le logiciel ImageJ mesure l'aire de la surface sombre et le périmètre des écrasements. Chaque image a été traitée pour obtenir des informations morphologiques (aire et périmètre des écrasements) qui permettent de déduire le diamètre équivalent des écrasements (D_{eq}) et le taux d'éclaboussures. La Figure II.13 résume les différentes étapes du processus d'analyse pour chaque image traitée.

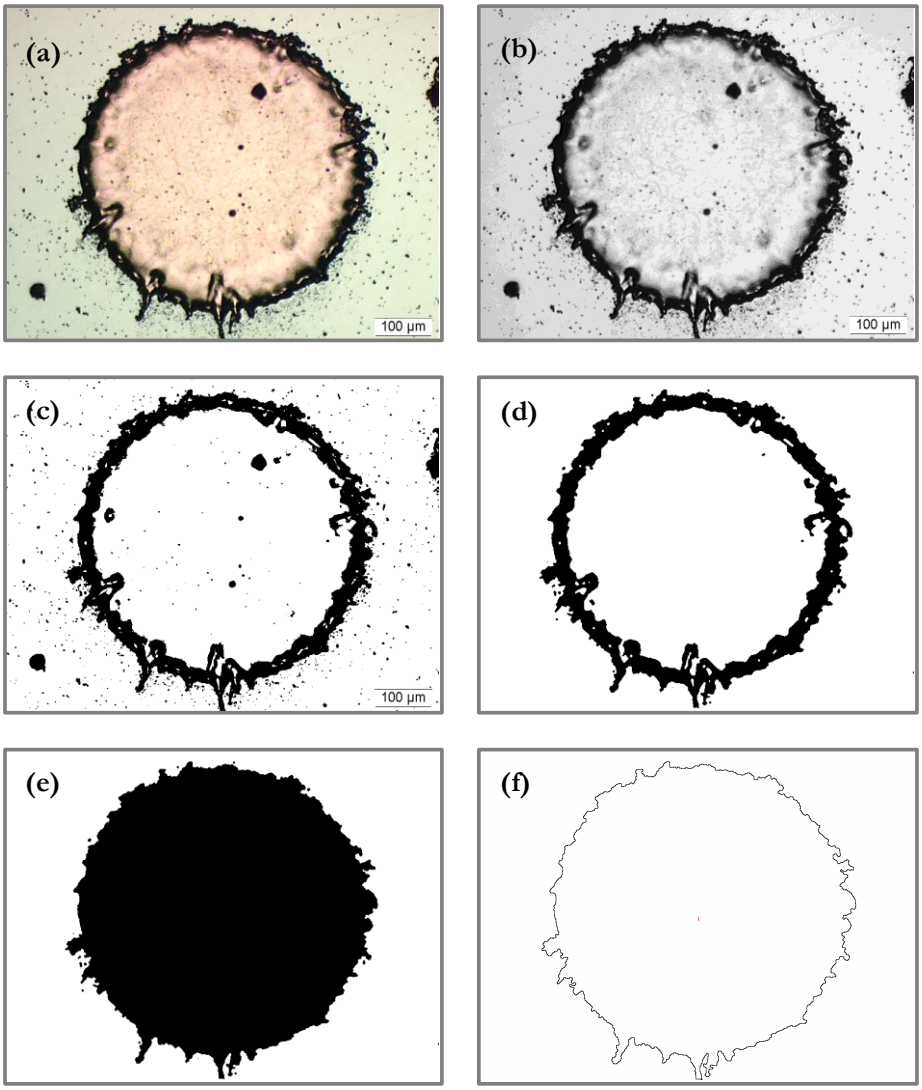


Figure II.13 : Processus d'analyse d'images d'un écrasement de particule par ImageJ ((a) : Image obtenue par microscope optique, (b) : Image type 8bit, (c) : Image binarisée, (d) : Image dé-bruitée, (e) : Image avec la surface fermée remplie, (f) : Contour de la lamelle après analyse,

Cas d'une gouttelette de cuivre, pression d'atomisation absolue 1 MPa, Diamètre de buse De Laval 4 mm et Diamètre de buse de coulée 2 mm

II 2 d. Détermination du diamètre et de l'épaisseur des écrasements collectés sur un substrat en inox :

La forme des gouttelettes écrasées, leur taille et leur taux d'écrasement ont pu être quantifiés par analyse d'images. On admet que la morphologie des gouttelettes atomisées sont sphériques. On définit le taux d'étalement et le taux d'éclaboussures d'après les équations (Eq. II.2) et (Eq. II.3)

$$\tau_{éclaboussure} = \frac{1}{4\pi}\frac{p^2}{A} \qquad \text{(Eq. II.2)}$$

Avec

$\tau_{étalement}$: taux d'étalement [-],

p : périmètre des gouttelettes étalées [m],

A : aire des gouttelettes étalées [m²].

$$\tau_{étalement} = \frac{D_{éq}}{d_{moy}} = \frac{\sqrt{\frac{4A}{\pi}}}{d_{moy}} \qquad \text{(Eq. II.3)}$$

Avec

$D_{éq}$: diamètre de la particule écrasée $= \left(\sqrt{\frac{4A}{\pi}}\right)$ [m],

d_{moy} : diamètre de la particule initiale [m],

En utilisant les informations obtenues sur les écrasements (son diamètre $D_{éq}$ et son épaisseur h), le diamètre des gouttelettes avant leur écrasement sur le substrat a pu être déduit en assimilant une gouttelette avant impact à une sphère de diamètre d (par conservation du volume de la goutte en vol sans éclaboussure).

$$d = \left(\frac{3}{2} h D_{eq}^2\right)^{\frac{1}{3}} \qquad \text{(Eq. II.3)}$$

La Figure II.14 présente une topographie et le profil d'une gouttelette écrasée d'un splat de cuivre sur un substrat en acier inoxydable 316L, ainsi que la mesure de l'épaisseur correspondante.

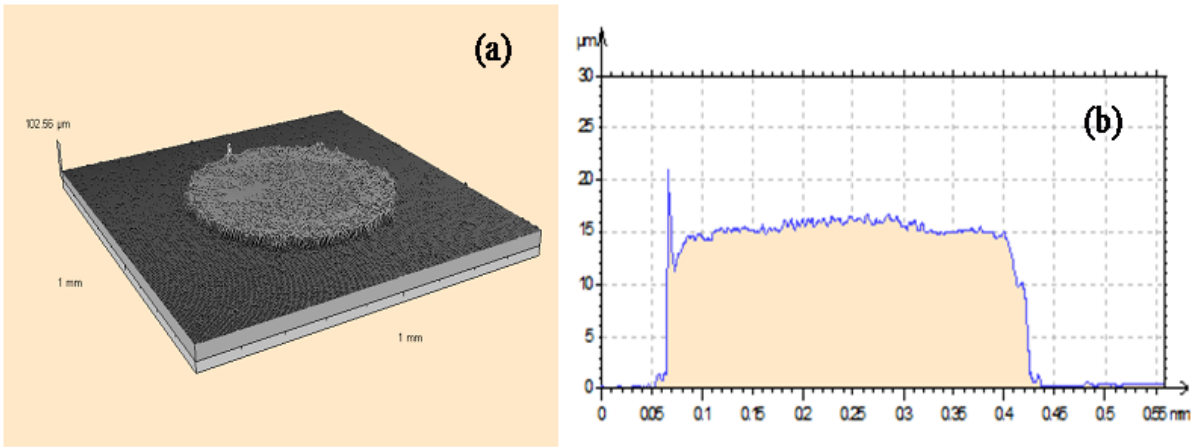


Figure II.14 : Micrographie (a) et profil correspondant (b) d'un écrasement typique de particule de cuivre sur un substrat en acier inoxydable 316L

II 3. Taille et distribution de la poudre produite

En complément à la mesure des vitesses et à la collecte des écrasements, la poudre produite a été analysée à la fin de chaque expérience en utilisant un granulomètre laser de la société MALVERN Instruments (Mastersizer 2000 Analyzer®, Malvern Instrument Microscopy). Le principe du granulomètre à diffraction laser « Mastersizer 2000 » repose sur la déviation de la lumière par les particules. Lorsque ces dernières passent devant le faisceau laser, elles dévient la lumière avec un angle inversement proportionnel à leur taille et avec une intensité proportionnelle à leur taille. L'interprétation de ces mesures est réalisée à l'aide de la théorie de Mie (implantée dans le logiciel d'exploitation) et permet d'obtenir les distributions de tailles en volume et en nombre de la poudre. La Figure II.15 présente un exemple de distribution granulométrique obtenue par Mastersizer 2000.

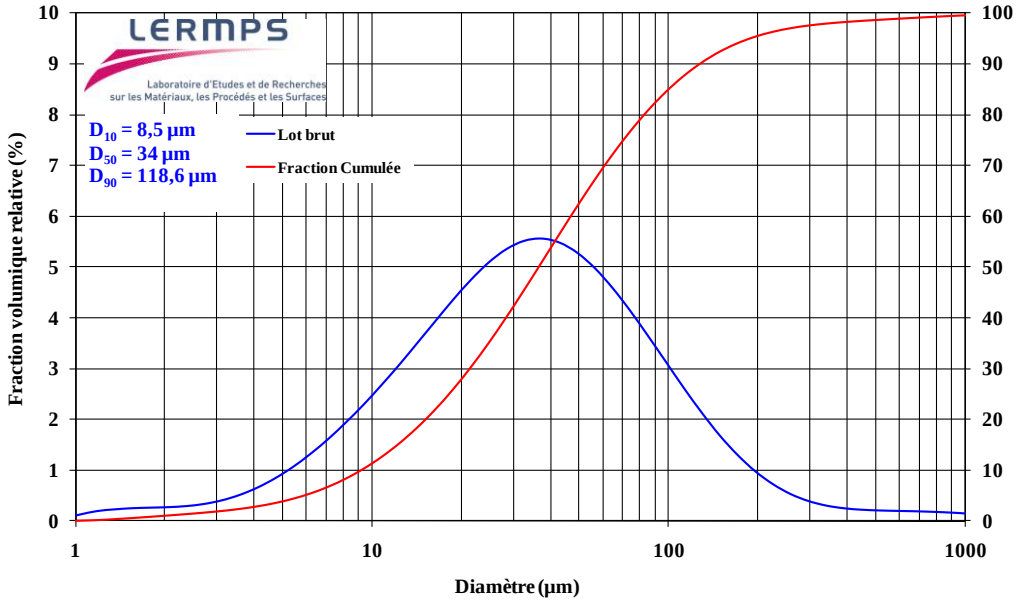


Figure II.15 : Exemple de distribution granulométrique et de fraction cumulée relative obtenue pour la poudre de cuivre
(Pression d'atomisation absolue 1 MPa, Diamètre de buse De Laval 4 mm et Diamètre de buse de coulée 1.5 mm)

La morphologie de la poudre a été observée avec un Microscope Electronique à Balayage (MEB) (Jeol JSM5800LV) équipé d'un Spectromètre à Dispersion d'Energie (EDS) permettant d'effectuer des mesures de composition. Un exemple d'image de poudre obtenue par MEB est montré ci-dessous (Figure II.16).

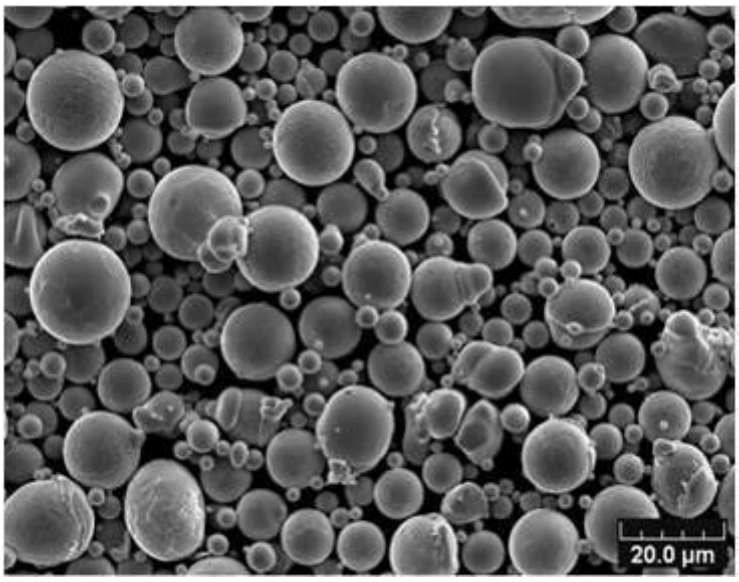


Figure II.16 : Exemple de morphologie de poudre obtenue par analyse MEB
(Cas d'une poudre de Fe-28wt Al, Pression d'atomisation absolue 0.7 MPa, Diamètre de buse De Laval 4 mm et Diamètre de buse de coulée 1.9 mm)

Conclusion

Ce chapitre a présenté l'installation de production de poudre métallique présente au LERMPS. Les dispositifs mis en place pour le diagnostic in-situ, pour étudier le procédé d'atomisation ont été exposés. Pour le système de diagnostic de Vélocimétrie par Images de Particules (PIV), un dispositif optique a été ajouté pour observer la zone de mesure proche de la buse De Laval comprise entre 50 et 110 mm. Pour la collecte de particules écrasées (splats), un dispositif a été conçu et installé à l'intérieur de la chambre d'atomisation permettant de recueillir des impacts de gouttelettes individuelles sur une surface plane. L'objectif de cette recherche étant d'étudier l'influence des paramètres opératoires sur les caractéristiques des particules écrasées et d'en faire le lien avec les phénomènes à l'atomisation et les propriétés de la poudre finalement. En complément à ces dispositifs expérimentaux, les outils d'analyse utilisés pour la caractérisation des gouttelettes/poudres produites avec ce procédé (Microscope optique, Microscope Electronique à Balayage et Profilomètre 3D) ont été présentés.

En parallèle à cette mise au point d'outils expérimentaux, le développement d'un code numérique a été engagé, de façon à conforter les résultats de mesure et mettre en évidence les phénomènes physiques liés au procédé d'atomisation. Le chapitre

suivant se focalise sur l'étude par modélisation du procédé d'atomisation de métal liquide à la fois sur l'aspect monophasique et sur l'aspect diphasique. La constriction du jet métallique, dans la zone proche du nez de la buse de coulée jusqu'à son passage dans la zone supersonique de la buse De Laval, représente l'essentiel de ce travail.

Chapitre III
Résultats numériques

Chapitre III

Résultats numériques

Ce chapitre s'est intéressé au développement d'un modèle numérique sous Fluent permettant de prendre compte l'approche monophasique et diphasique des écoulements gazeux et liquides produits par le procédé d'atomisation. Dans un premier temps, les calculs se sont concentrés sur les caractéristiques de l'écoulement de gaz dans l'unité d'atomisation et à sa sortie dans la chambre d'atomisation à proximité de la buse De Laval pour définir les profils de vitesse, température, pression en fonction des conditions opératoires (calculs monophasiques). Dans un second temps, le modèle a intégré la phase métallique liquide (passage au diphasique). Les interactions entre les deux fluides ont été étudiées et ont permis de simuler la désintégration et l'atomisation du jet liquide sous la buse De Laval pour différents paramètres opératoires.

I) Introduction

L'atomisation de métal liquide résulte du transfert de l'énergie cinétique apporté par l'écoulement gazeux à haute vitesse au filament de métal liquide à faible de vitesse **[Liu 00]**. Les caractéristiques de la poudre produite dépendent fortement des propriétés des deux écoulements mis en jeu (gaz et liquide). La quantité de mouvement échangée entre les deux phases dépend également de la géométrie de l'unité d'atomisation **[Antipas 09]**.

Dans ce chapitre, on se propose de simuler le profil de l'écoulement monophasique de la phase gazeuse en amont et en aval du col de la buse De Laval. Par la suite, on active le modèle diphasique pour simuler l'interface métal liquide/gaz en utilisant le modèle VOF disponible dans le code Fluent, Fluent étant le code de calcul le plus utilisé en mécanique des fluides dans les milieux universitaire et industriel. Le laboratoire LERMPS mène depuis plusieurs années ses études de modélisation sur ce code. Ce travail a été construit avec la version 12.0 du logiciel Fluent, qui intègre plusieurs modules :

- Post-processeur mailleur (Gambit) : il permet de créer ou d'importer à partir d'un autre logiciel (C.A.O.) une géométrie et générer un maillage. Au cours de ces travaux, DesignModeler a été utilisé car c'est un outil disponible dans Ansys Workbench en remplacement de Gambit dans Fluent pour la conception et la génération de géométrie ;

- Solveur (Fluent) : cet outil permet de résoudre les équations de Navier Stokes (conservation de la masse, de la quantité de mouvement et de l'énergie) ;

- Post-processeur : il permet de visualiser et exploiter les résultats de Fluent ;

Fluent repose sur la méthode des volumes finis pour résoudre les équations de Navier-Stokes. Plusieurs étapes sont nécessaires pour la résolution de ces équations :

- 1ère étape : discrétisation du domaine de calcul en un ensemble fini de volumes (ou cellules), un volume de calcul entoure les nœuds du maillage. Cette étape consiste à créer la géométrie du domaine de calcul sous Gambit ou « DesignModeler » ;

- 2ème étape : intégration des équations de conservation sur chacun des volumes finis pour l'obtention d'un système d'équations algébrique. Les différentes expressions de transport peuvent s'écrire sous la forme générale :

$$\underbrace{\frac{\partial}{\partial t}\int_V \rho\phi.dV}_{\text{Instationnarité}} + \underbrace{\int_A \rho\phi V.dA}_{\text{Convection}} = \underbrace{\int_A \Gamma\nabla\phi.dA}_{\text{Diffusion}} + \underbrace{\int_V S_\phi.dV}_{\text{Génération}}$$

où Γ est un terme de diffusion, S est un terme source. Les équations de transport sont données pour ϕ = 1 : Continuité, $\vec{u}$: Quantité de mouvement, H : Enthalpie et y_i : Espèce ;

- 3ème étape : la dernière étape consiste à résoudre numériquement les différentes équations discrétisées dans le domaine de calcul.

Ainsi, le développement d'un modèle numérique doit permettre d'améliorer la compréhension des phénomènes physiques mis en jeu sur le procédé d'atomisation et doit permettre ensuite d'optimiser les paramètres opératoires pour, d'une part réduire la consommation de gaz, et d'autre part obtenir la distribution granulométrique de la poudre la plus adéquate possible.

II) Approche monophasique

II 1. Définition des paramètres de calcul

II 1 a. Description du domaine de calcul

Faisant suite à l'étude menée par Allimant *et al.* **[Allimant 06 ; Allimant 09]** qui montrait que la taille du domaine comprise entre 0 (sortie de la buse de coulée) et 100 mm (sur l'axe de l'écoulement vertical descendant Ox dans la chambre d'atomisation) était à la fois nécessaire et suffisante pour garantir des résultats cohérents pour la modélisation de l'écoulement gazeux. La Figure III.1 illustre le domaine de calcul retenu pour la modélisation du jet de gaz. Ce domaine est constitué des parties convergente et divergente de la buse De Laval et de la zone située sous la sortie de cette buse dans la chambre d'atomisation.

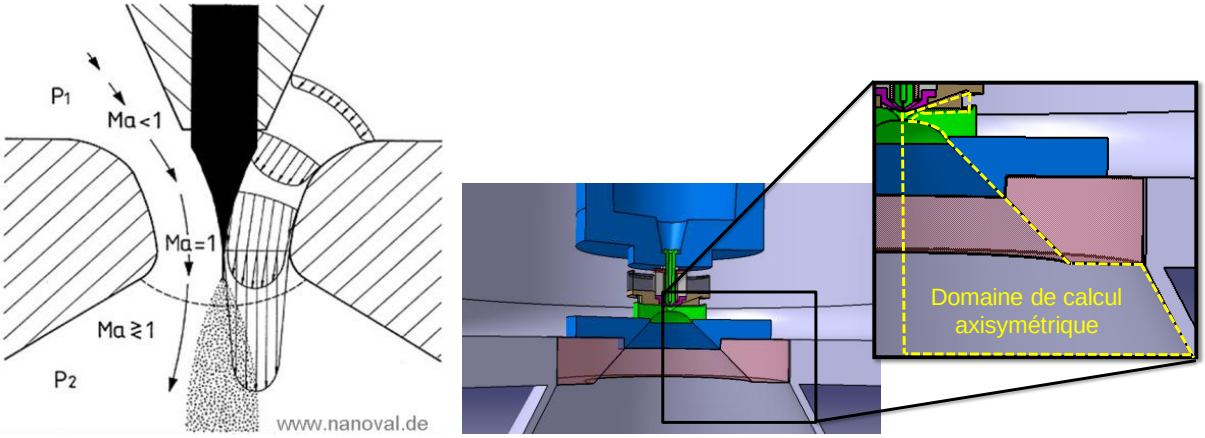


Figure III.1 : Domaine de calcul axisymétrique choisi pour l'étude de l'écoulement gazeux

Un zoom de la zone de calcul, présenté sur la Figure III.2, permet de préciser les différents paramètres d'entrée et de sortie du modèle, les conditions aux limites et la géométrie du système.

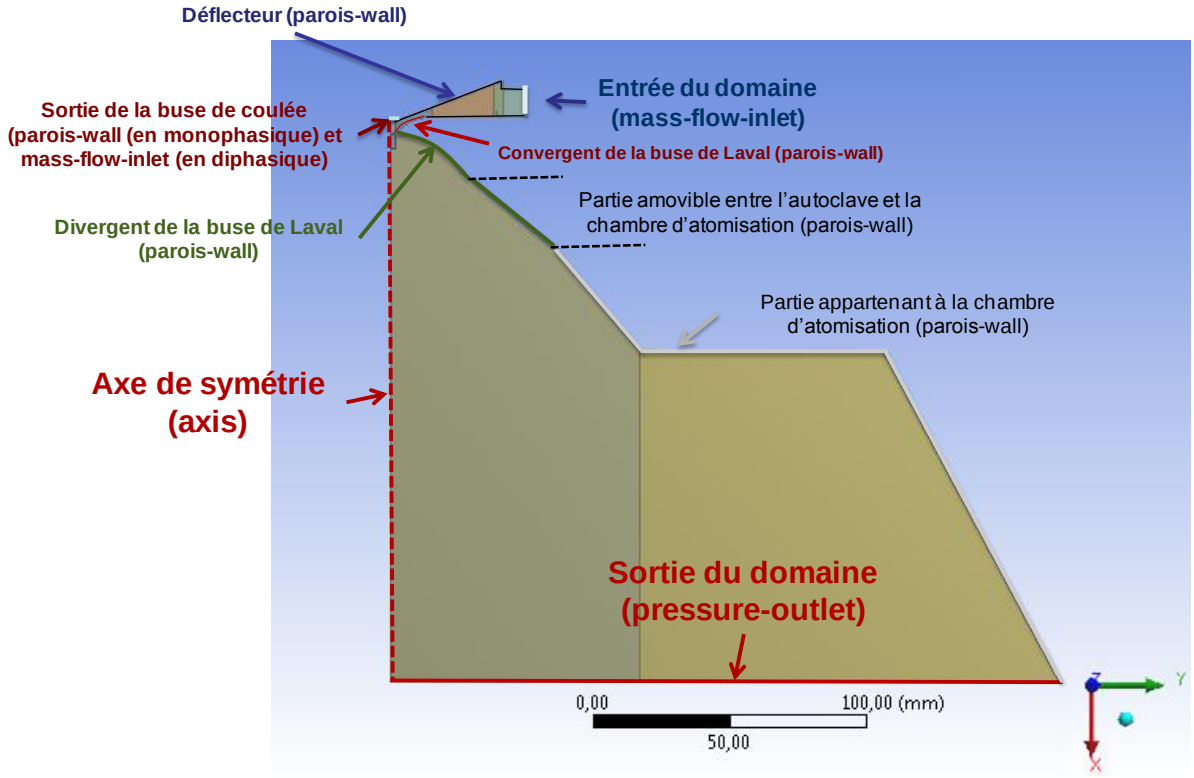


Figure III.2 : Zoom du domaine de calcul utilisé pour l'écoulement gazeux

Ce domaine de calcul a malgré tout été élargi de 0 à 220 mm pour pouvoir comparer les résultats de la modélisation diphasique avec les résultats expérimentaux obtenus par la technique PIV et présentés dans le chapitre suivant. Sur l'axe horizontal, ce domaine s'étend de 0 (axe de l'écoulement) à 244.5 mm. Le système d'atomisation étant symétrique, la géométrie a été réalisée en 2D pour la moitié du domaine d'atomisation. Le modèle est basé sur les hypothèses suivantes :

- en entrée, on impose un débit massique de gaz « Mass-Flow-Inlet », considéré comme gaz parfait ;
- une condition de pression relative en sortie du domaine (en aval de la buse De Laval) est fixée (P = 0.1 MPa). Cette condition sera modifiée dans le cas de calculs où une contre-pression existera ;
- les conditions aux limites des différentes parois sont définies « Wall » ;
- les conditions aux limites turbulentes ont été spécifiées à savoir qu'à l'entrée du gaz, l'intensité turbulente est de 5% et le diamètre hydraulique égal au diamètre de la section d'entrée de l'écoulement gazeux (6 mm), et à la sortie

du domaine, l'intensité turbulente doit être d'environ 5% et le diamètre hydraulique passe à 500 mm ;

- l'écoulement gazeux est considéré comme un écoulement isentropique ;
- la vitesse sonique est déterminée par le code de calcul.

II 1 b. Maillage du domaine de calcul

La Figure III.3 présente le maillage du domaine de calcul réalisé initialement sous Gambit. Ce maillage structuré comporte 30542 cellules de forme quadrilatère. Comme on peut l'observer sur cette figure, ce maillage est relativement grossier lorsqu'on s'éloigne du col de la buse De Laval et présente une zone plus raffinée en dessous de la buse de coulée jusqu'à la partie divergente de la buse De Laval.

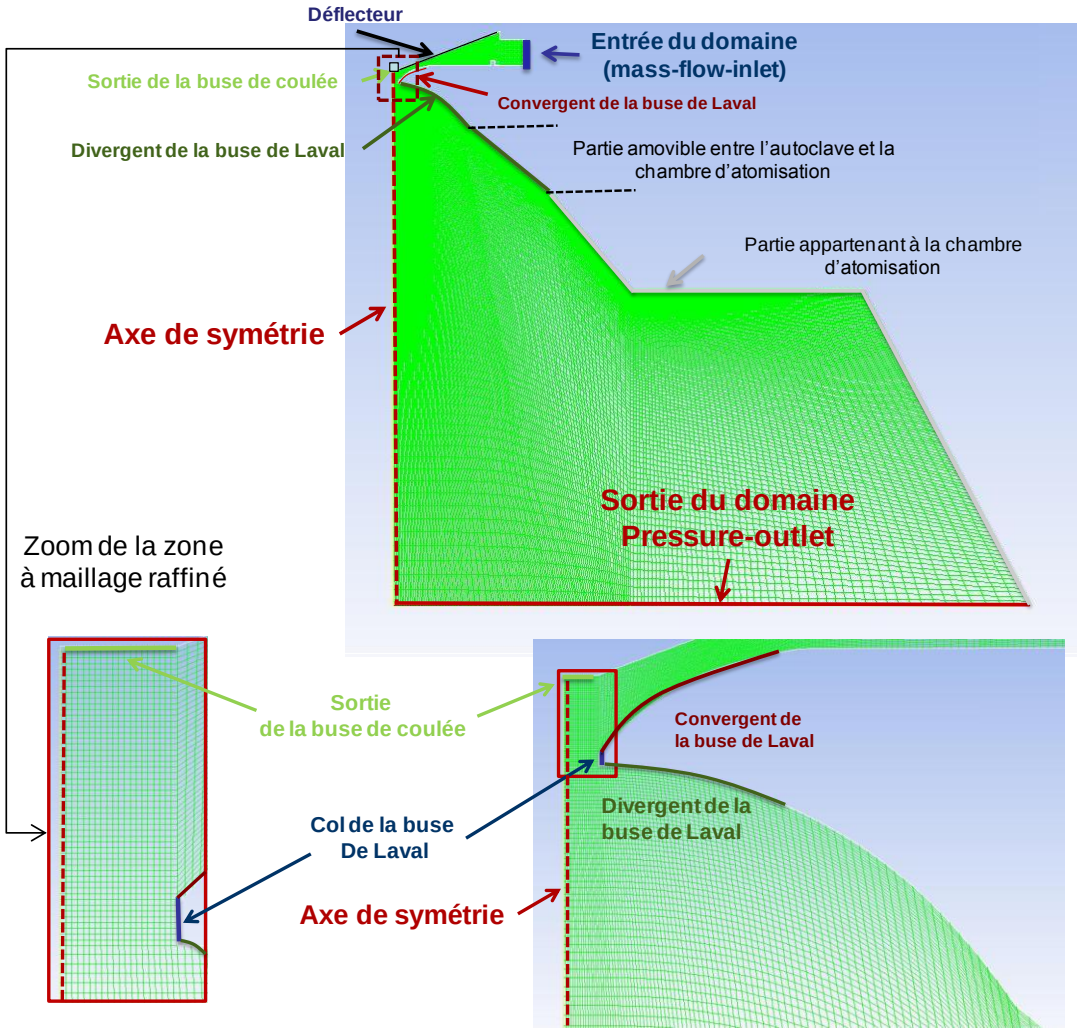


Figure III.3: Maillage de la zone de calcul avec un zoom sur le raffinement dans la zone convergente/divergente de la buse De Laval

II 2. Résultats des calculs

II 2 a. Etude de la condition sonique

Dans un premier temps, nous allons simuler le champ de pressions, de vitesses et de températures du jet de gaz (argon) en sortie de la buse De Laval. Pour les écoulements gazeux à haute vitesse, on définit le rapport critique de pression entre la pression d'entrée de gaz (pression dans l'autoclave) P_t, et la contre-pression (pression imposée à l'intérieur de la chambre d'atomisation) P_0 à travers la section la plus étroite (col de la buse De Laval) par la relation suivante donnée aussi sous une autre forme dans le chapitre II (Eq II.1) :

$$\frac{P_t}{P_o} = \left[\frac{2}{\gamma+1}\right]^{\frac{\gamma}{\gamma-1}} \qquad \text{(Eq. III.1)}$$

Avec

γ : rapport des chaleurs spécifiques du gaz

en supposant que le jet de gaz sort du col de la buse De Laval sous l'effet de la pression nette $P_t = P_0 - P_a$ avec P_a la pression ambiante. On suppose que la condition du régime sonique est atteinte si l'équation (Eq. III.2) est satisfaite :

$$P_0 \geq \frac{P_a}{1-\left[\frac{2}{\gamma+1}\right]^{\frac{\gamma}{\gamma-1}}} \qquad \text{(Eq. III.2)}$$

Cette étude a été menée à une température de 15°C pour une buse De Laval de diamètre 4 mm. L'argon a été choisi comme gaz d'atomisation et le rapport de pressions amont/aval du col de la buse De Laval ($P_{Autoclave}/P_{chambre}$) a été respecté fixé à 2.04. La vitesse sonique atteint pour un tel écoulement est égal à 266 m/s. La convergence des calculs a été vérifiée en comparant les débits massiques entrant et sortant du domaine de calcul.

Les champs de pressions absolues, de températures statiques et de vitesses axiales (suivant l'axe d'atomisation Ox) sont présentés Figure III.4, Figure III.5 et Figure III.6 respectivement.

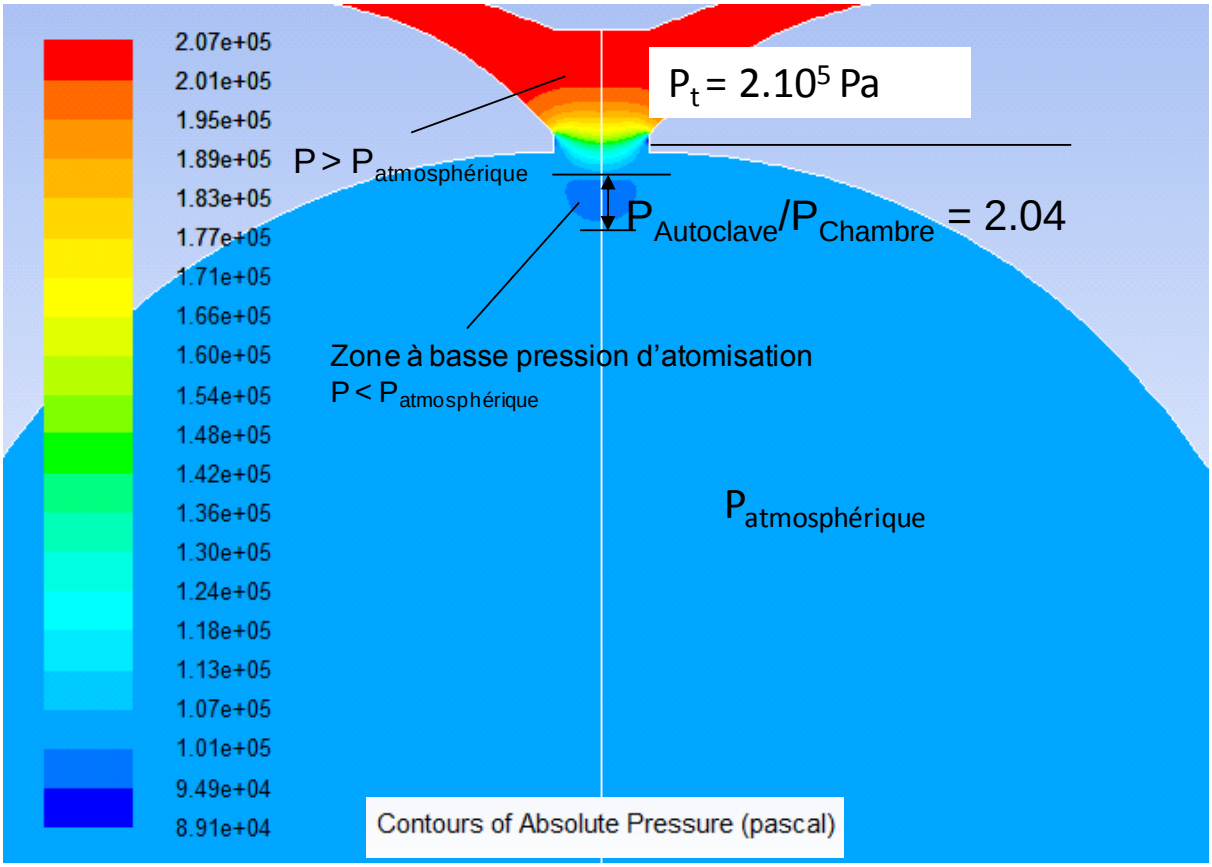


Figure III.4 : Champ de pressions pour l'écoulement gazeux argon

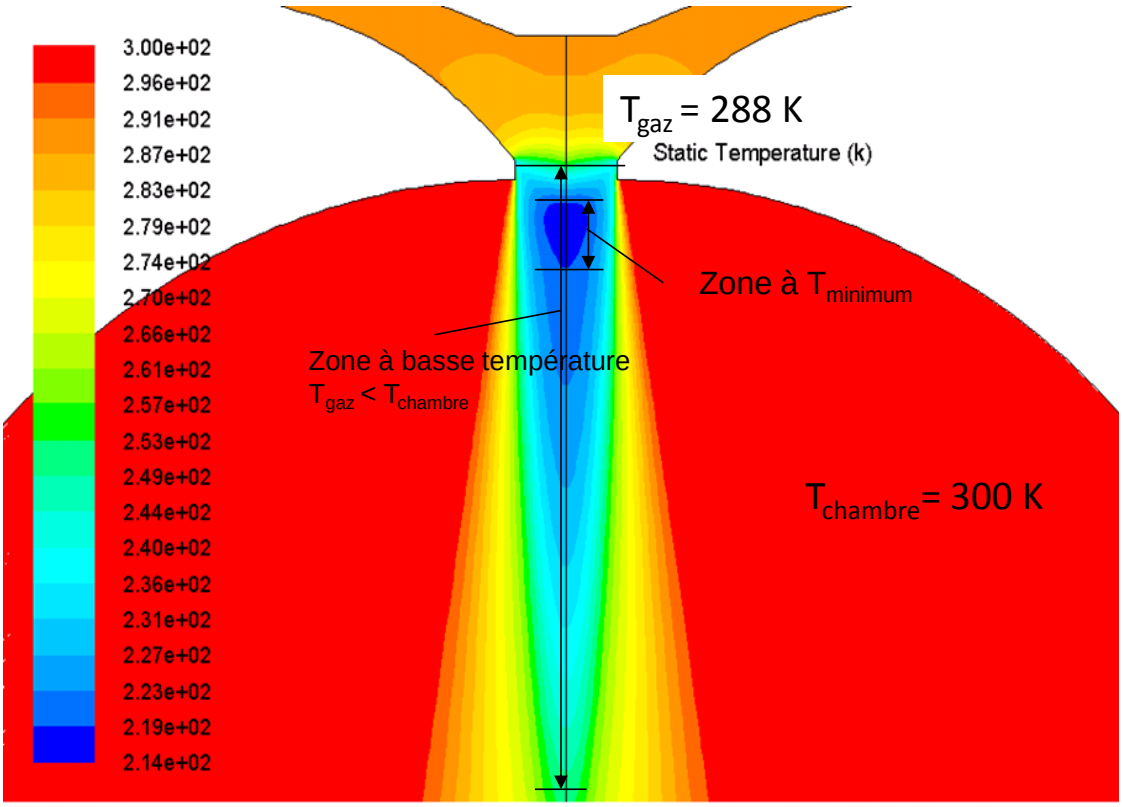


Figure III.5 : Champ de températures statiques de l'écoulement gazeux argon

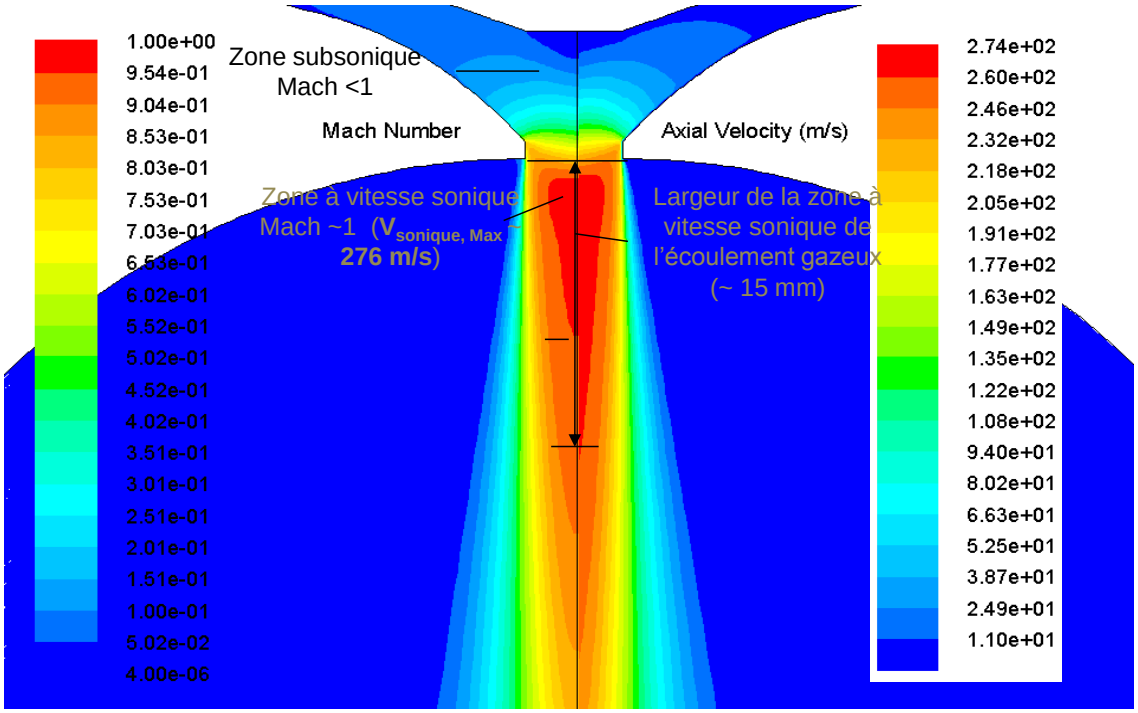


Figure III.6 : Champ de vitesses axiales et nombre de Mach correspondant pour l'écoulement gazeux argon

Le résultat numérique relatif à la pression absolue de l'écoulement gazeux montre un bon respect des conditions aux limites imposées en entrée du domaine de calcul. En effet, la pression absolue maximale en entrée du domaine est égale à $2.07 \cdot 10^5$ Pa, et la pression absolue régnant dans la chambre d'atomisation est égale à la pression atmosphérique $1.01 \cdot 10^5$ Pa. On obtient ainsi un rapport de pression $P_{Autoclave}/P_{chambre}$ égal à 2.04 en entrée du domaine égal à la valeur théorique. On remarque que le champ de pressions montre la présence d'une zone de pression inférieure à la pression atmosphérique située à 1 mm en aval du col de la buse De Laval (~0.095 MPa), qui correspond au passage à travers la zone convergente/divergente de cette buse.

L'observation de la Figure III. 5 montre que la zone présentée précédemment à basse pression (Figure III.4) correspond aussi à la zone à la température minimale. Les résultats numériques montrent qu'on atteint une valeur de température minimale égale 214 K. La température statique et la vitesse sonique à la sortie de la gorge de la buse De Laval sont données par les expressions suivantes :

$$T_{sonique} = T_{ambiant} \frac{2}{\gamma+1} \qquad \text{(Eq. III.3)}$$

$$V_{sonique} = \sqrt{\gamma \frac{R}{M} T_{statique}} \qquad \text{(Eq. III.4)}$$

Avec, $T_{statique}$: Température statique au col de la buse De Laval [K]

$T_{ambiante}$: Température ambiante dans la chambre d'atomisation [K]

$V_{sonique}$: Vitesse sonique en sortie de la buse De Laval

Cette expression de vitesse de l'écoulement gazeux s'écrit également à vitesse supersonique sous la forme suivante :

$$V_{supersonique} = M_a \sqrt{\gamma \frac{R}{M} T_{statique}} \qquad \text{(Eq. III.5)}$$

Avec, M_a le nombre de Mach

Concernant la Figure III.6, le résultat de champ vitesses axiales est en accord avec les résultats de la littérature ($V_{sonique,\ Argon}$ = 266 m/s, dans les conditions normales, Tableau III .1) **[Stobik 00].** Seules les valeurs des vitesses le long de l'axe d'atomisation varient en fonction de la pression du gaz d'atomisation. L'écoulement gazeux atteint la vitesse sonique dans le col de la buse De Laval. En comparant les deux champs de pression et de vitesse, on observe que la zone de pression minimale correspond à la vitesse axiale maximale (V_{col} = C_{son}). Ainsi, la vitesse sonique de l'écoulement gazeux correspond à la zone à faible pression en dessous de la buse De Laval. On observe aussi une relation directe entre l'augmentation de la température du jet de gaz et l'augmentation de la vitesse axiale. Plus la température en sortie de la buse De Laval augmente, plus la vitesse sonique de l'écoulement gazeux augmente également.

Tableau III.1 : Propriétés de l'argon dans les conditions normales **[Stobik00]**

Gaz	**Coefficient isentropique**	**Masse molaire**	**Masse volumique**	**Viscosité dynamique**	**Vitesse sonique**	**Rapport pression critique**
	γ	M	P	η	V_{Gs}	$(P_{amont}/P_{aval})_{critique}$

	[-]	[kg/mol]	[kg/m^3]	[µPa*s]	[m/s]	[-]
Argon	1.65	39.95 x 10^{-3}	1.784	21.2	266	2.04

II 2 b. Evolution du champ de pressions, de vitesses et de températures de l'écoulement gazeux argon sous la buse De Laval pour différentes pressions d'atomisation

Les champs des pressions absolues pour les trois pressions d'atomisation sont représentés sur la Figure III.7.

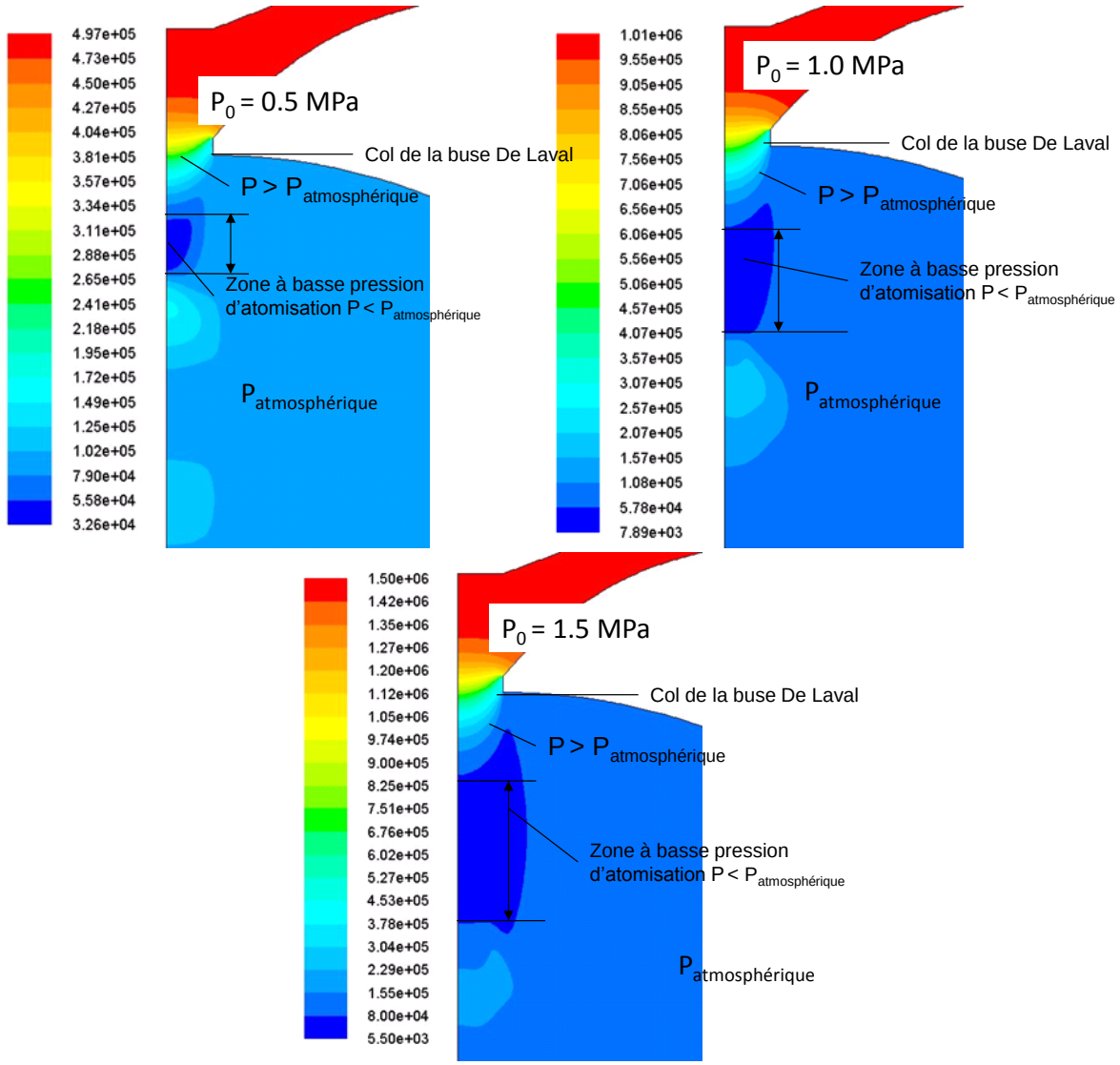


Figure III.7 : Champ de pressions de l'écoulement gazeux pour différentes pressions d'atomisation (0.5 MPa, 1.0 MPa et 1.5 MPa (jet supersonique, $P_1/P_2>2$))

La Figure III.7 présente l'évolution des champs de pressions dans la zone 1 pour trois pressions différentes (0.5, 1.0 et 1.5 MPa). Les zones de détente et de

compression se traduisent par la présence d'un domaine à basse pression ($P < P_{atomisation}$). Plus la pression d'atomisation est importante plus la zone à basse pression est étendue, qui est marquée par une zone de vitesse supersonique plus large.

Ces différents champs de pressions se ressemblent tous dans leurs distributions des zones à forte et à faible concentration de pression, et confirme les observations précédentes lors de l'étude de la condition sonique de l'écoulement gazeux à travers la buse De Laval.

La Figure III.8 et la Figure III.9 présentent respectivement un exemple de champ de vitesses et de températures à proximité de la buse De Laval pour une pression d'atomisation égale à 0.5 MPa (21.5 g/s).

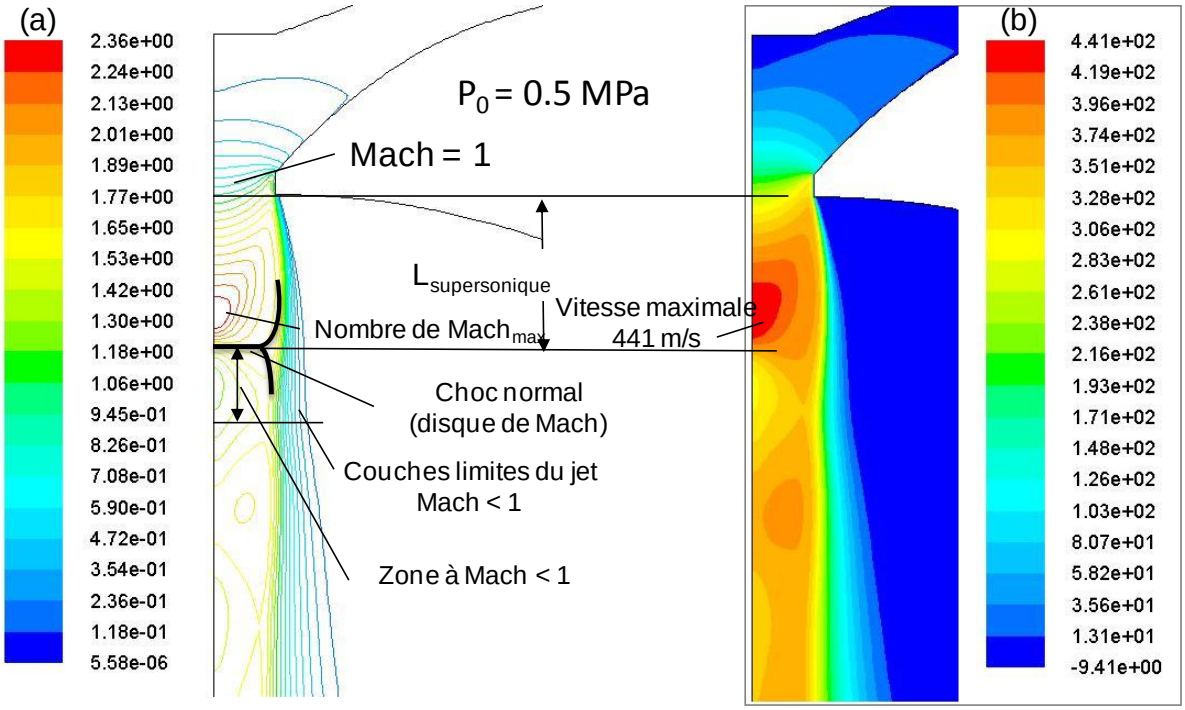


Figure III.8 : Exemple de champ du nombre de Mach (a) et le champ de vitesses (b) correspondant de l'écoulement gazeux à 0.5 MPa

Le nombre de Mach évolue progressivement, en passant d'une valeur inférieure à 1 en amont du col de la buse De Laval, atteint la valeur de 1 au col de la buse et augmente jusqu'à une valeur maximale (2.32) dans la zone supersonique (correspondant à la zone à basse pression).

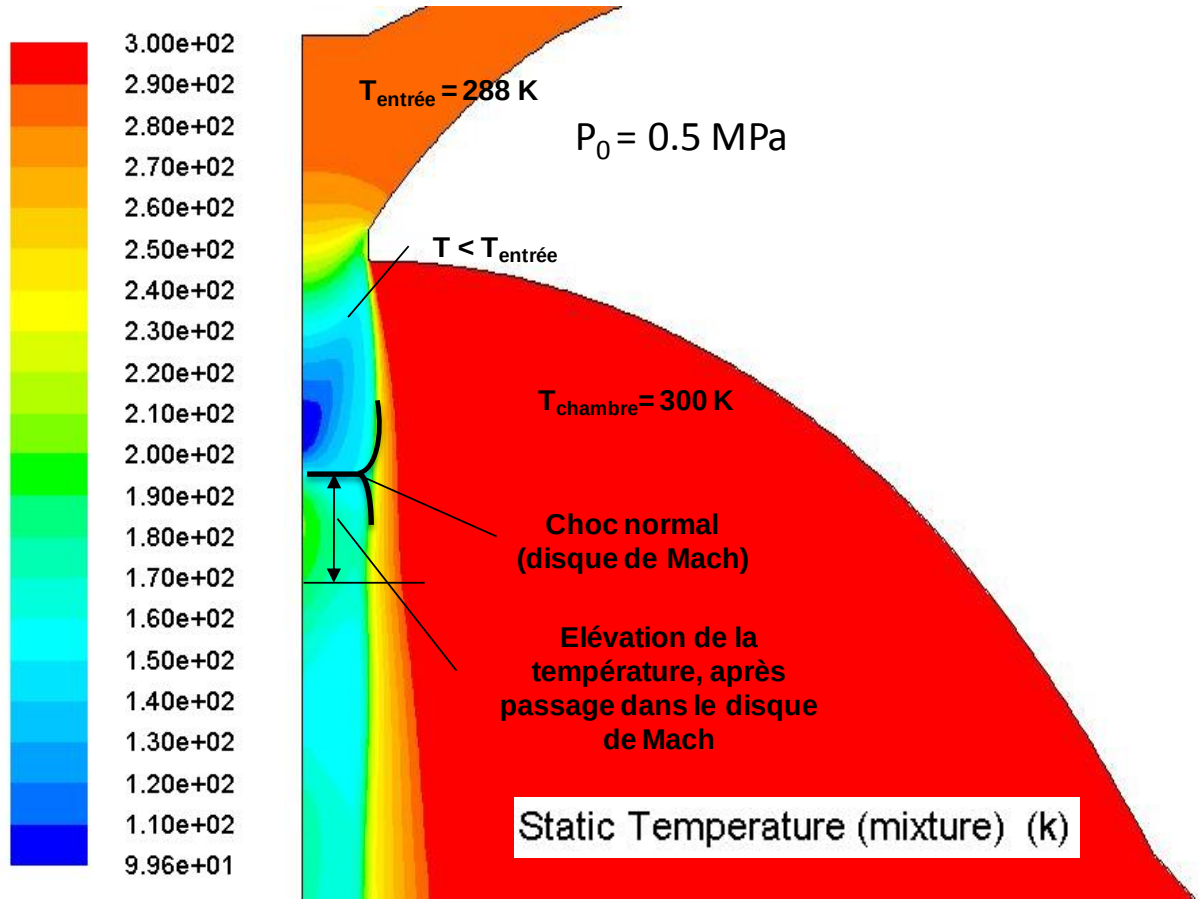


Figure III.9 : Exemple de champ de température statique pour une pression d'atomisation de 0.5 MPa

La longueur de la zone supersonique ($L_{supersonique}$) dépend également de la pression du jet de gaz, plus la pression d'atomisation est importante, plus la longueur $L_{supersonique}$ augmente. On observe également que la vitesse de l'écoulement gazeux est maximale autour de l'axe d'atomisation. En effet, plus en s'éloigne du centre du jet, plus la vitesse chute. En correspondance, en s'éloignant du centre du jet, le nombre de Mach devient inférieur à 1. Ce comportement s'explique par le fait qu'à l'intérieur de l'onde de choc, de fortes fluctuations de l'écoulement existent et les propriétés du gaz sont modifiées. En effet, le jet de gaz étant considéré comme un gaz parfait, la densité du jet de gaz est proportionnelle à la pression d'atomisation. A faible densité du gaz, la vitesse de l'écoulement dans la zone de détente doit augmenter **[Fritsching 00]**.

Comme en témoignent ces champs, on observe également la présence d'une zone de choc qui se traduit par la chute du nombre de Mach et de la vitesse de l'écoulement gazeux. Plusieurs travaux **[Fritsching 00 ; Fritsching 03]** ont montré la

présence de cette zone de choc, sous forme d'un disque (disque de Mach), qui dépend également de la pression d'atomisation. Plus la pression d'atomisation est importante, plus l'épaisseur du disque de Mach est importante.

II 2 c. Evolution de la vitesse de l'écoulement gazeux à proximité de la buse De Laval à différentes débits massiques (pressions) du jet de gaz

L'évolution de la vitesse de l'écoulement gazeux a été étudiée en fonction de la pression dans l'autoclave pour le gaz d'argon. Pour cela, nous avons imposé différents débits massiques en entrée de gaz, ce qui se traduit aussi par différentes pressions régnant dans l'autoclave. Les valeurs des débits massiques varient de 10 g/s jusqu'à 90g/s, et correspondent à une variation de la pression absolue dans l'autoclave de 0.25 à 2.43 MPa. La Figure III.10 représente les champs de vitesses axiales obtenues aux deux débits massiques extrêmes 10 g/s et 90 g/s.

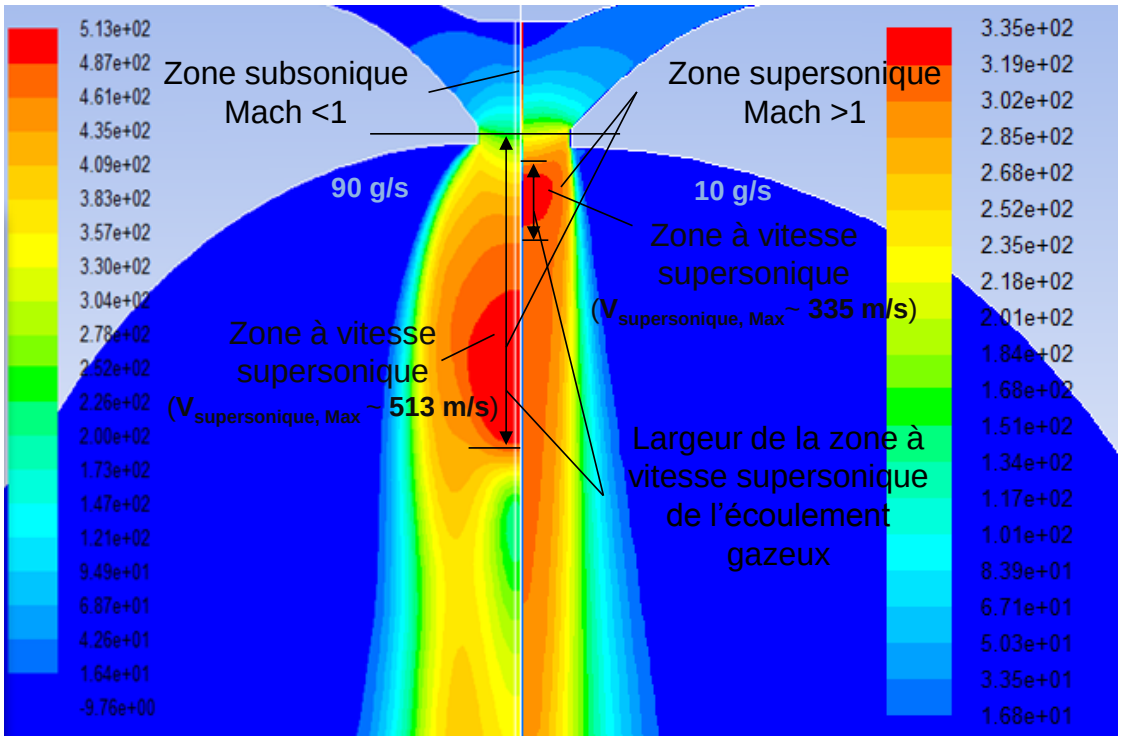


Figure III.10 : Champs de vitesses axiales de l'écoulement gazeux à 10 g/s et 90 g/s

Quel que soit le débit massique en entrée du domaine de calcul, la vitesse axiale de l'écoulement gazeux montre une nette transition entre un écoulement subsonique en amont du col De Laval et un écoulement supersonique en aval du col De Laval. On observe clairement l'existence d'un jet supersonique en sortie de buse avec sa zone de détente et sa zone de compression et un point d'arrêt situé entre les deux zones. Cet effet est d'autant plus visible que le débit massique est important. Les vitesses

supersoniques maximales du gaz d'atomisation varient de 335 m/s pour un débit massique d'argon de 10 g/s (0.25 MPa) jusqu'à atteindre 550 m/s pour un débit massique de 90 g/s (2.43 MPa).

La zone supersonique dépend fortement du débit massique de l'écoulement gazeux. En effet, plus le débit massique du jet de gaz augmente, plus la zone à forte vitesse se situe en aval de la buse De Laval dans la chambre d'atomisation. La largeur comme la longueur de la zone supersonique dépendent également du débit massique. Plus la pression du jet de gaz augmente, plus la largeur et la longueur de la zone supersonique sont importantes correspondant à une augmentation approximative de 60% pour chacune.

La Figure III.11 met en évidence la transition de l'écoulement gazeux qui passe d'un écoulement subsonique en amont de la buse De Laval pour atteindre une vitesse sonique (Ma = 1) au col de la vitesse de la buse De Laval, et poursuivre en écoulement supersonique en aval de la buse De Laval (Ma = 5).

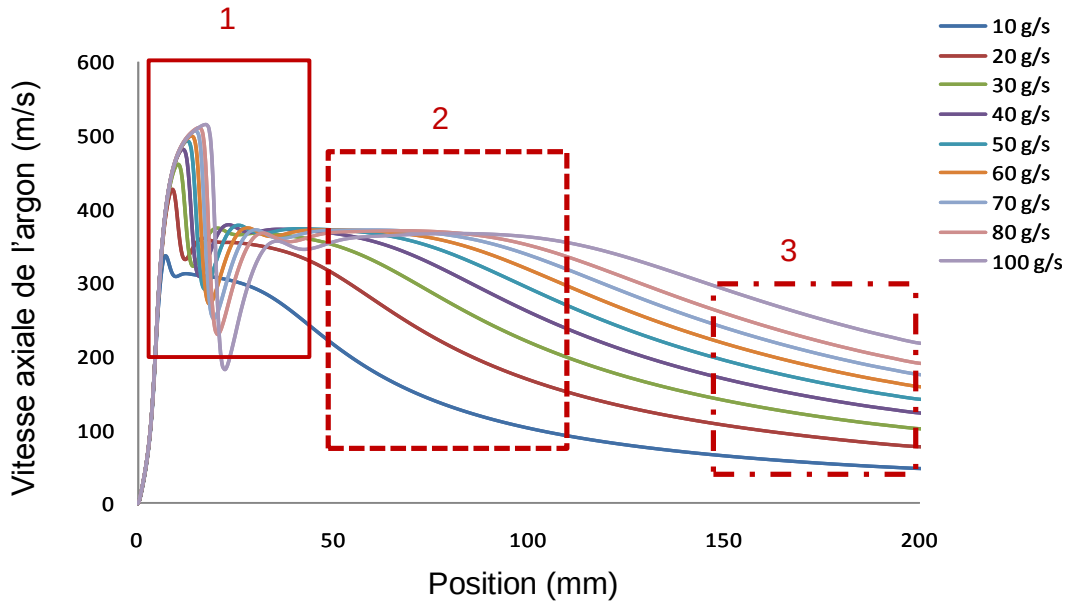


Figure III.11 : Vitesses axiales de l'écoulement gazeux pour différents débits massiques du gaz d'atomisation

La vitesse supersonique chute brutalement au passage à travers l'onde de choc présente en aval de la buse De Laval, qui se traduit par une diminution du nombre de Mach (sa valeur passe de 5 à 0.6). Le profil de l'écoulement gazeux est ainsi constitué d'une zone de détente traduite par la zone supersonique, suivie d'une zone de compression traduite par la chute du nombre de Mach. On observe le même

comportement de l'écoulement gazeux en sortie de la buse De Laval, quel que soit le débit massique de l'écoulement gazeux. En effet, en augmentant la pression de l'autoclave, la vitesse du gaz d'atomisation augmente également. On distingue clairement trois zones d'évolution de la vitesse de l'écoulement gazeux dans la chambre d'atomisation.

- ***Zone 1***

La première zone [0.6 - 35 mm] (Figure III.12), correspond à la zone de détente/compression en sortie de la buse De Laval.

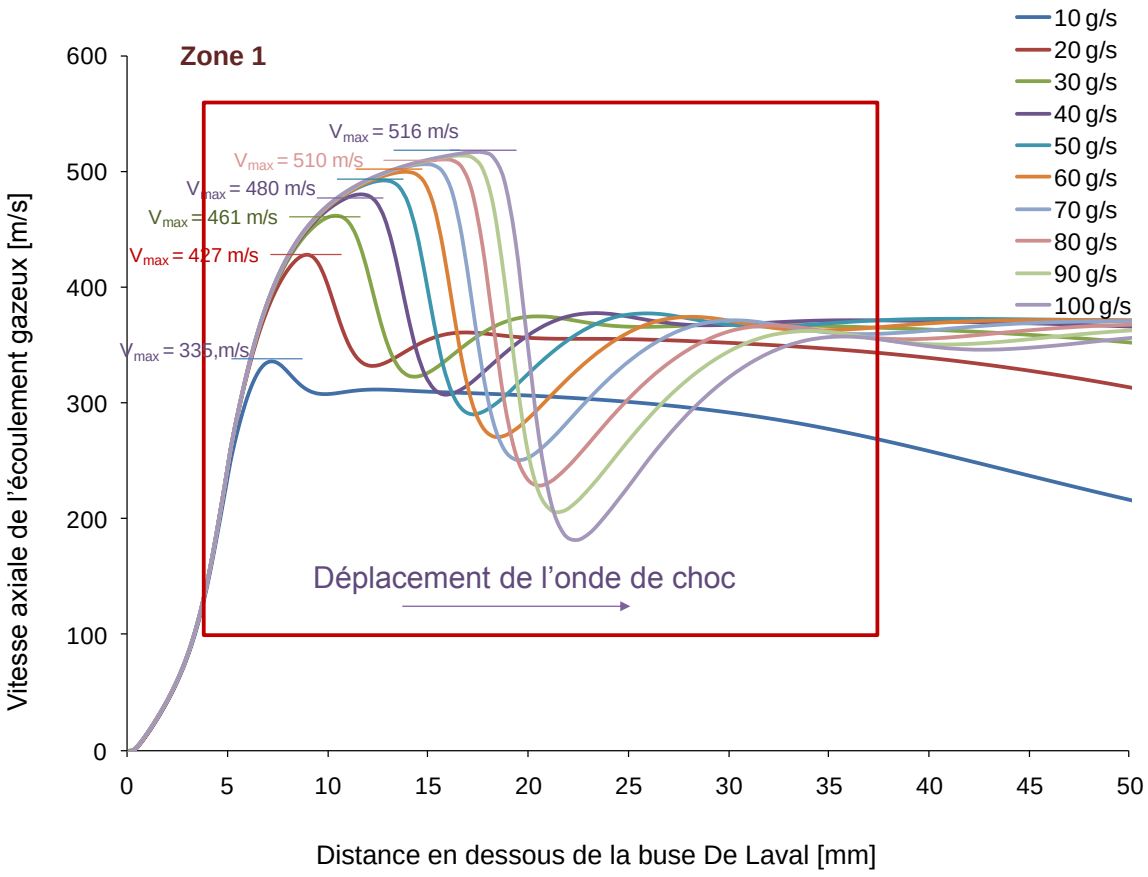


Figure III.12 : Vitesses axiales du jet de gaz dans la [zone 1] pour différents débits massiques

Une première accélération de l'écoulement gazeux est observée en sortie de buse, suivie d'une chute importante de la vitesse. Cette chute de vitesse est due au passage de l'écoulement gazeux à travers le disque de Mach (onde de choc), provoquant ainsi une première décélération de l'écoulement gazeux. Plus la pression

d'atomisation est importante, plus les zones de détente et compression sont importantes.

- ***Zone 2***

Le zoom 2 correspond à la zone de la Figure III.11 comprise entre 50 et 110 mm. La Figure III.13 donne les évolutions des vitesses axiales le long de l'axe de l'écoulement. Cette vitesse varie de 221 m/s en sortie de la zone 1 (50 mm en dessous de la buse De Laval) pour atteindre 85 m/s pour un débit de gaz de 10 g/s, de 321 m/s à 150 m/s pour un débit de gaz (20 g/s). Après l'équilibre de la pression du jet (P = $P_{atmosphérique}$), on observe une diminution progressive de la vitesse de l'écoulement dans cette zone. Pour les débits massiques importants (50 – 100 g/s), on observe aussi une stabilisation de la vitesse dans cette zone.

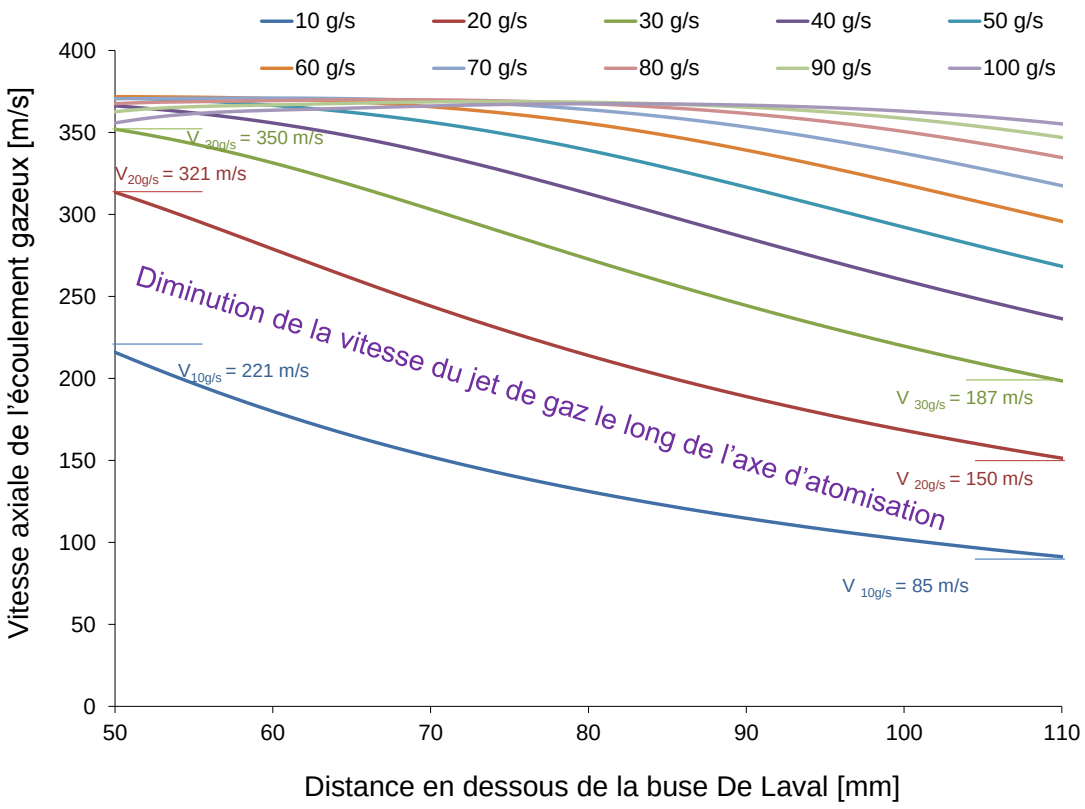


Figure III.13 : Vitesses axiales du jet de gaz dans la [zone 2] pour différents débits massiques

- ***Zoom 3***

Dans la zone 3 [150 - 200 mm] la pression d'atomisation s'équilibre avec celle imposée à l'intérieur de la chambre d'atomisation. Après l'équilibre de la pression du jet ($P = P_{atmosphérique}$), on observe une diminution progressive de la vitesse de l'écoulement. La Figure III.14 présente l'évolution de la vitesse axiale du jet de gaz dans cette zone.

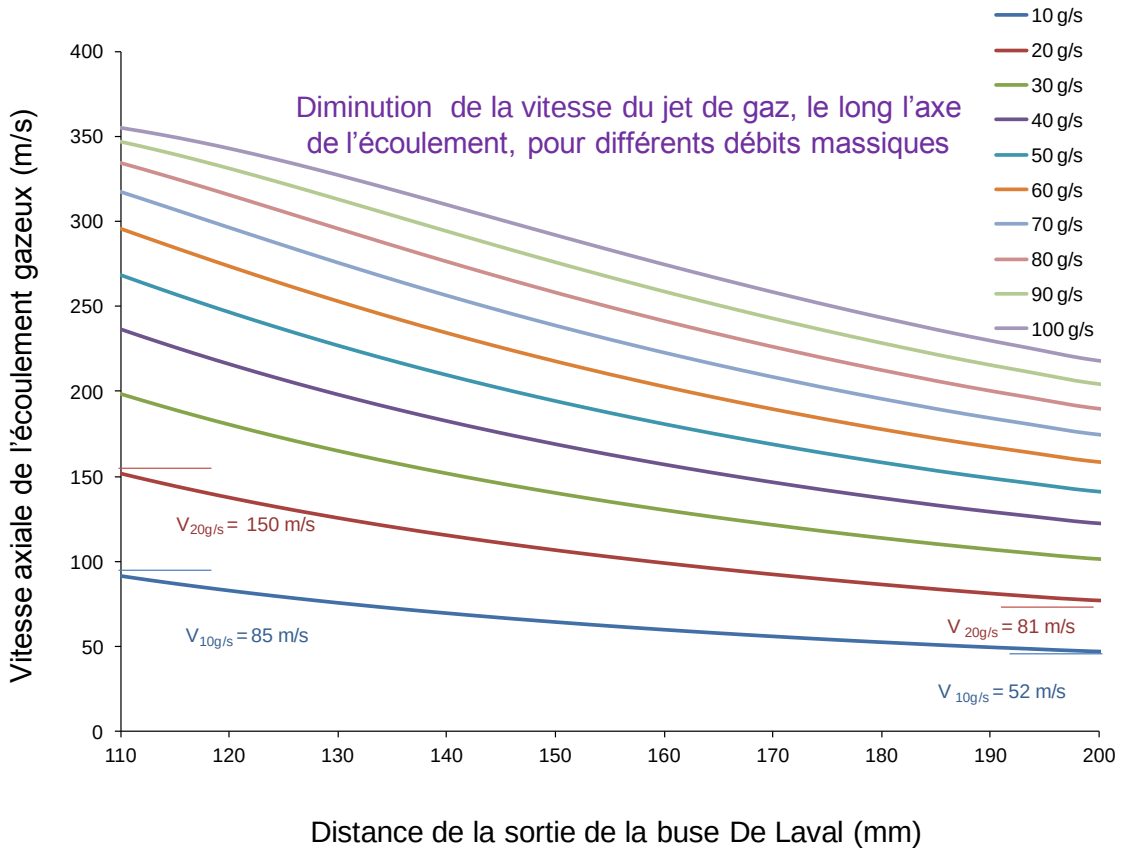


Figure III.14 : Vitesses axiales du jet de gaz dans la [zone 3] pour différents débits massiques

Les vitesses de l'écoulement gazeux le long de l'axe d'atomisation diminuent progressivement dans la chambre d'atomisation pour atteindre des valeurs inférieures à celles des vitesses soniques en sortie de la buse De Laval.

II 2 d. Effet de la contre-pression sur la vitesse de l'écoulement gazeux

La Figure III.15 présente l'évolution des vitesses de l'écoulement gazeux pour une pression d'atomisation de 2.0 MPa et pour différentes contre-pressions (variations de 0.2 MPa à 0.5 MPa).

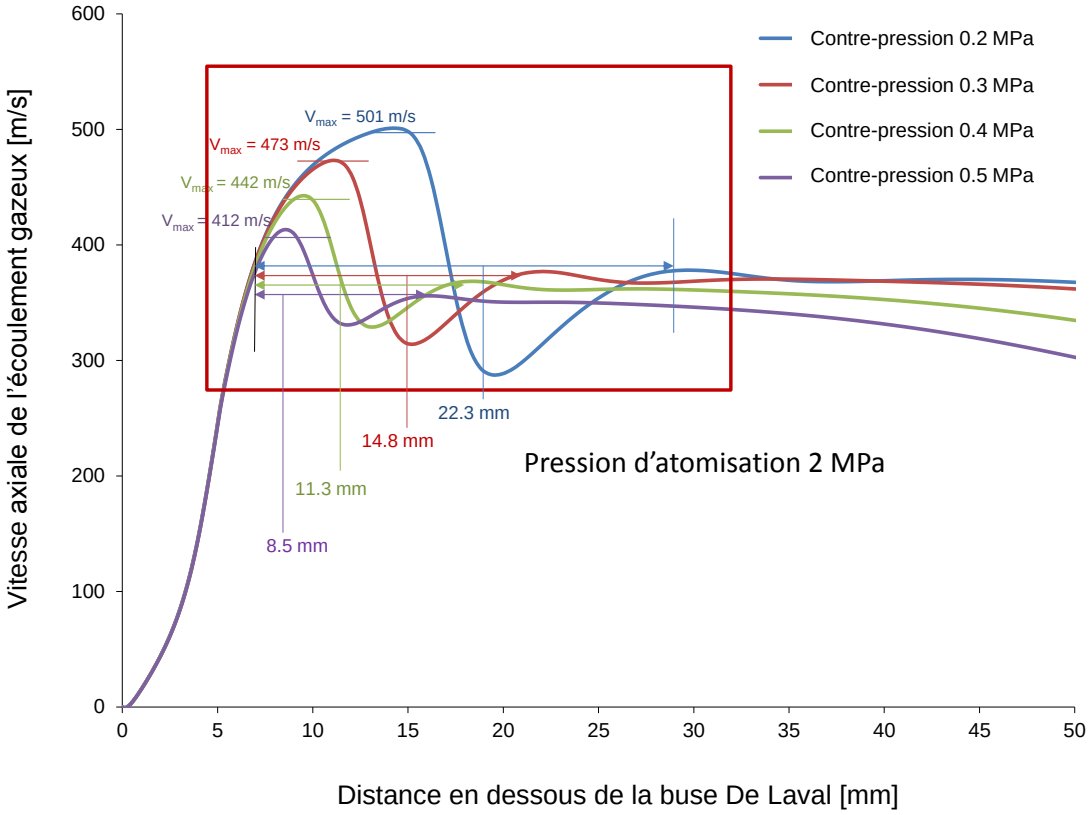


Figure III.15 : Vitesses axiales pour différentes contre-pressions Pression du gaz d'atomisation de 2 MPa

On observe un effet inverse à celui de la pression d'atomisation. En effet, à pression d'atomisation identique, plus on augmente la contre-pression plus on réduit la vitesse en sortie de la buse De Laval et simultanément la largeur de la zone supersonique diminue. La vitesse de l'écoulement gazeux chute de 501 m/s pour 0.2 MPa jusqu'à atteindre 412 m/s pour 0.5 MPa. Concernant la longueur du jet, celle-ci varie de 21 mm en dessous de la buse De Laval pour une contre-pression de 0.2 MPa, et atteint une valeur de 8.5 mm pour une contre-pression de 0.5 MPa. Ce comportement s'explique par le fait que la vitesse du gaz est aussi liée à sa température. La montée en pression de l'argon dans la chambre d'atomisation contribue à la diminution de la température dans la chambre et s'accompagne de la chute de vitesse, Figure III.16. En effet, le débit massique étant constant seule la température et la densité varient.

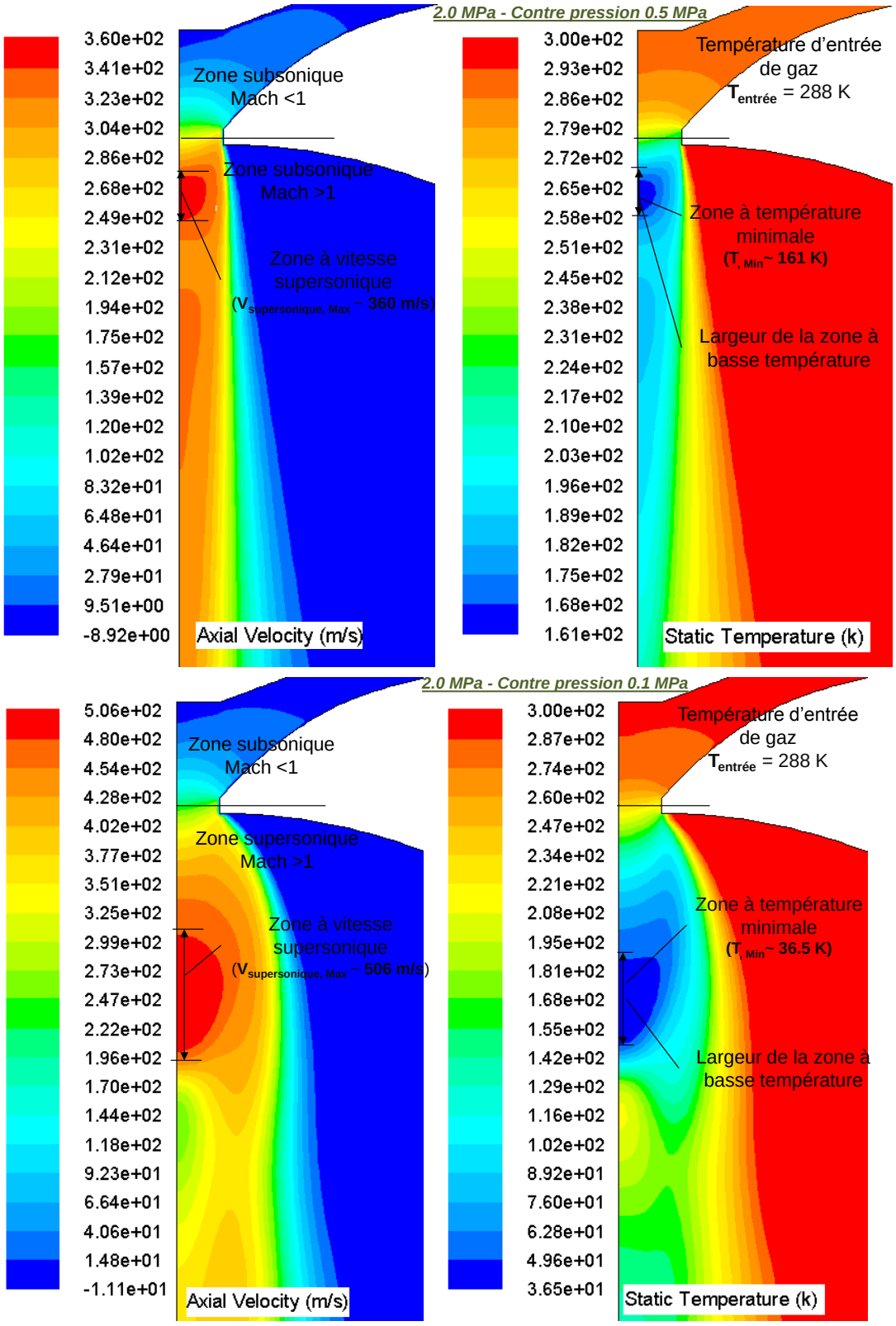


Figure III.16 : Champ de vitesse axiale et le champ de température statique (locale) correspondant pour différents contre-pressions 0.1 MPa et 0.5 MPa

(Pression du gaz d'atomisation de 2 MPa)

Conclusion

La dynamique du jet de gaz d'atomisation a été étudiée en utilisant le code Fluent. L'influence de la pression d'atomisation et de la contre-pression sur l'écoulement gazeux a montré que :

- ces paramètres jouent un rôle important sur le profil de l'écoulement gazeux en sortie de la buse De Laval et dans la chambre d'atomisation :
    - Deux zones caractéristiques d'un écoulement supersonique (détente en sortie de la buse De Laval et compression plus en aval) ont été observées. La largeur de ces zones dépend fortement de la pression d'entrée de l'écoulement gazeux. A fort débit massique (90 g/s maximum), la zone de détente atteint 20 mm de longueur, alors qu'à faible débit massique (10 g/s) la zone de détente ne dépasse pas 5 mm de long.
    - Plus la pression d'atomisation est importante, plus la vitesse de l'écoulement gazeux le long de l'axe d'atomisation est élevée en sortie de la buse De Laval.
    - La vitesse maximale du gaz d'atomisation (argon) varie de 335 m/s pour une pression d'argon égale à 0.25 MPa jusqu'à atteindre 550 m/s à 2.7 MPa.

III) Approche diphasique

III 1. Définition des paramètres de calcul

Dans cette partie, nous allons nous intéresser à l'étude de la constriction du filet de métal liquide sous l'effet de l'écoulement gazeux à l'intérieur de la buse De Laval. Pour cela, le modèle VOF a été choisi comme modèle diphasique pour le suivi de l'interface métal liquide/gaz.

III 1 a. Description du domaine de calcul

Une géométrie en 3D a été réalisée pour la modélisation de la constriction du filament de métal liquide. La Figure III.17 présente le domaine des calculs pour cette modélisation.

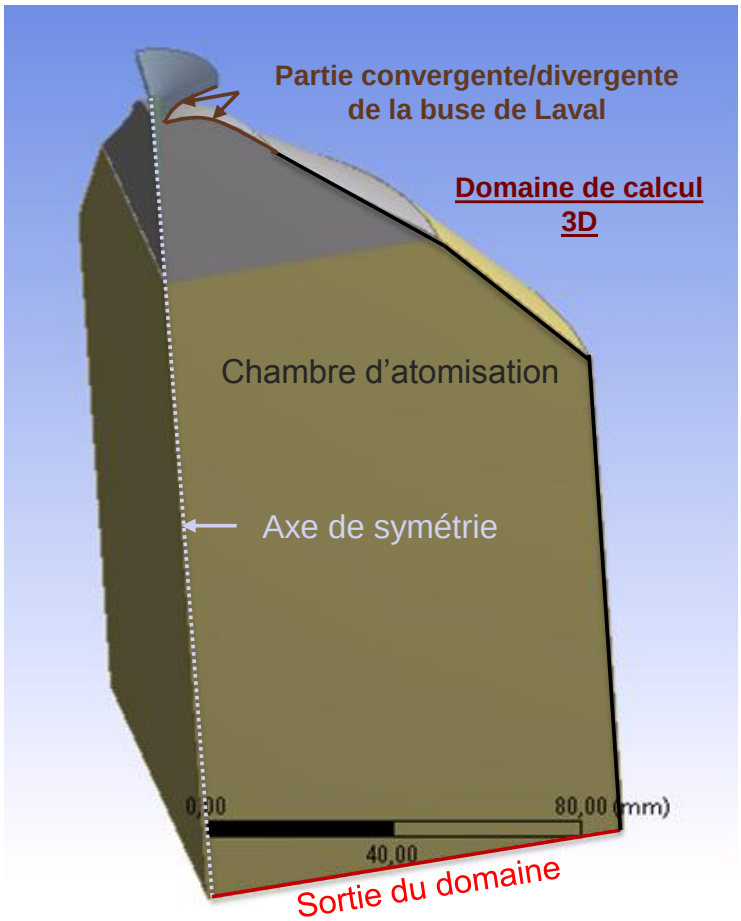


Figure III.17 : Domaine de calcul (1/4 du domaine réel) choisi pour l'étude en 3D de la constriction du filament de métal liquide

Le domaine de calcul en 3D est constitué de la partie convergente/divergente de la buse De Laval et s'étend sur une partie de la chambre d'atomisation. Notre système étant axisymétrique, nous avons choisi de réaliser une géométrie définie sur le quart de la géométrie de départ. L'entrée du gaz en provenance de l'autoclave est plus réduite que celle présentée précédemment dans la partie monophasique (plus de 60% de réduction de la partie prolongement de l'entrée de gaz). En effet, au niveau de l'entrée du domaine, la longueur de la partie convergente n'influence pas les calculs à la fois monophasiques et diphasiques.

III 1 b. Maillage de la géométrie du domaine de calcul

La géométrie montrée précédemment a été maillée sous Gambit. Le maillage choisi est non-structuré et comporte 378467 cellules de forme tétraédrique. Le choix d'un maillage non-structuré (contrairement à celui choisi pour les calculs monophasiques) est lié à la complexité de la géométrie en 3D, Figure III.18.

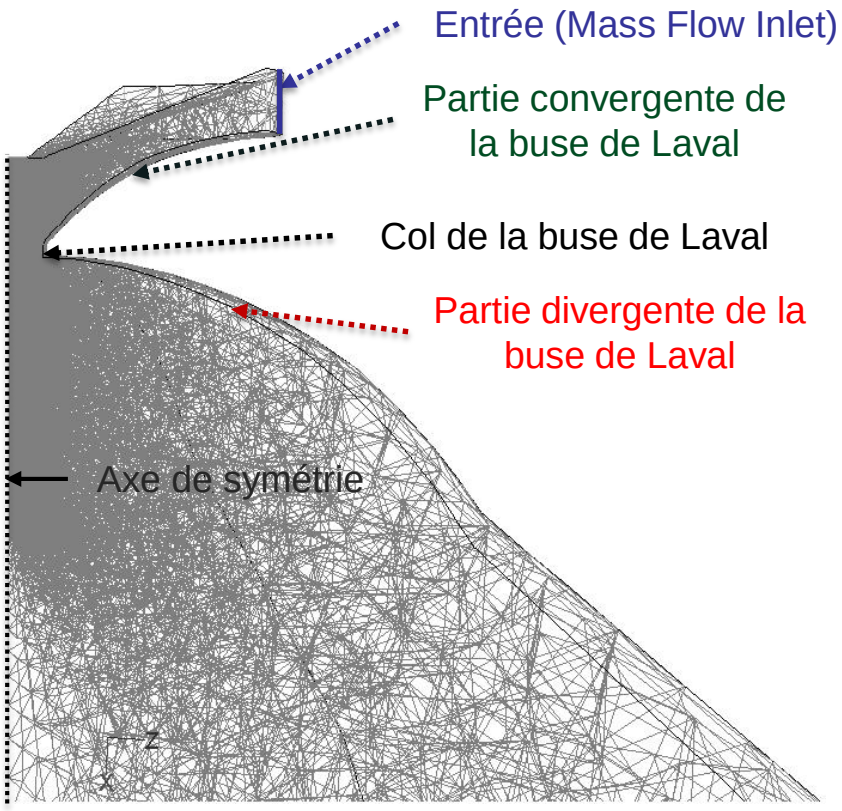


Figure III.18 : Maillage non structuré de la géométrie en 3D

Ce maillage comporte une zone raffinée au-dessous de la buse de coulée jusqu'à la partie divergente de la buse De Laval. Il n'était pas nécessaire d'avoir un maillage fin

dans les zones en aval de la buse De Laval. En effet, la partie qui nous intéresse, est essentiellement la zone en dessous de la buse de coulée et à proximité de la sortie de la buse De Laval. Le zoom de la zone 1 dans la Figure III.19 renseigne des transitions entre maillage fin et maillage grossier dans la zone d'atomisation. La définition du maillage change progressivement et devient relativement grossière pour les distances supérieures à 30 mm en dessous du col de la buse De Laval.

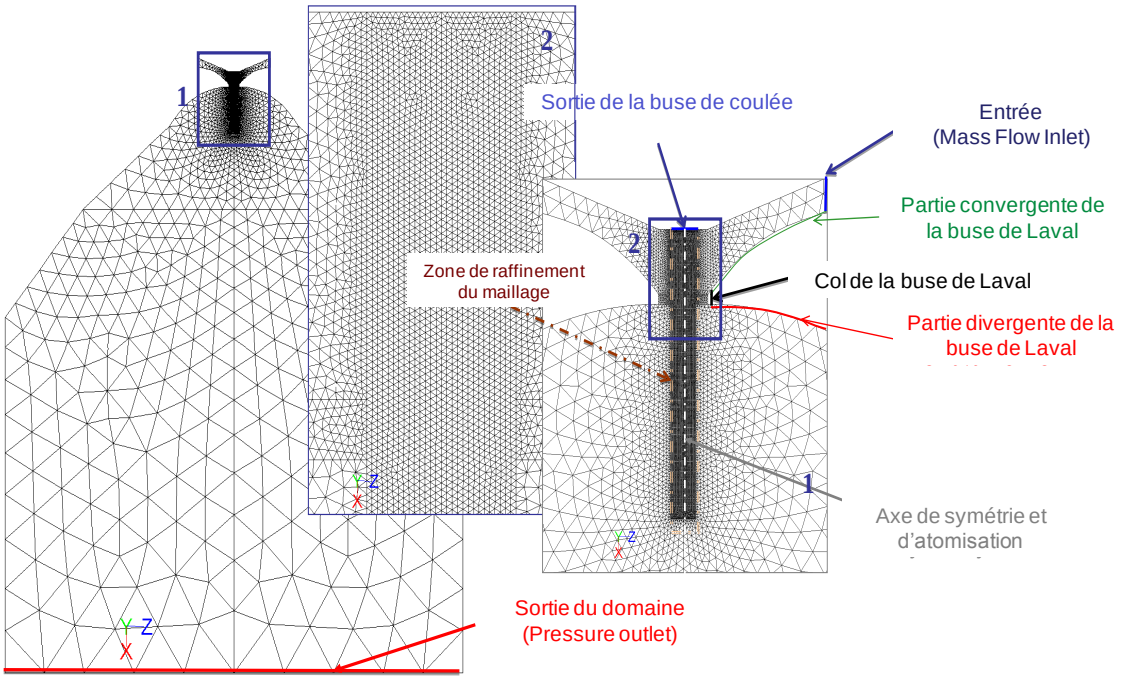


Figure III.19 : Maillage de la zone de calcul avec un zoom sur le raffinement dans la zone convergent/divergent de la buse De Laval

La zone 2 de la Figure III.19 présente un zoom de la zone qui correspond à la zone de contact entre le filament de métal liquide l'écoulement gazeux. Cette zone montre un maillage non-structuré raffiné, allant de la sortie de la buse de coulée jusqu'au col de la buse De Laval, et s'étend sur 30 mm le long de l'axe de l'écoulement. Les conditions aux limites des calculs monophasiques ont été reprises pour les calculs en 3D. En entrée, un débit massique du gaz « Mass-Flow-Inlet considéré comme gaz parfait est imposé. Les valeurs du débit massique sont données dans le Tableau III.2. Une condition de pression absolue en sortie du domaine est fixée (P = 101325 Pa). Pour les calculs diphasiques, les conditions aux limites des différentes parois sont définies « Wall », sauf pour la sortie de buse de coulée (entrée du métal liquide) où la condition aux limites à cette paroi a été modifiée à « mass flow inlet » après convergence des calculs monophasiques.

III 1 c. Méthodologie de calcul en diphasique

L'organigramme (Figure III.20) présente la méthodologie de calcul suivi pour cette modélisation diphasique. Cette méthodologie de calcul comporte trois étapes :

- Etape 1 : Les calculs de l'écoulement gazeux sont initialisés en utilisant un calcul stationnaire monophasique (les paramètres de convergence obtenus pour les calculs monophasiques de la première partie sont conservés) ;

- Etape 2 : Après convergence des calculs monophasiques, l'option transitoire a été choisie et les paramètres ont été adaptés pour les calculs avec le modèle VOF. Les calculs ont été poursuivis pour l'écoulement gazeux seul ;

- Etape 3 : La condition imposée pour l'entrée de métal liquide (buse de coulée) a été remplacée par « Mass Flow Inlet » au lieu de « Wall » imposé précédemment. Les calculs ont été poursuivis en maintenant les différentes conditions de l'étape 2 inchangées.

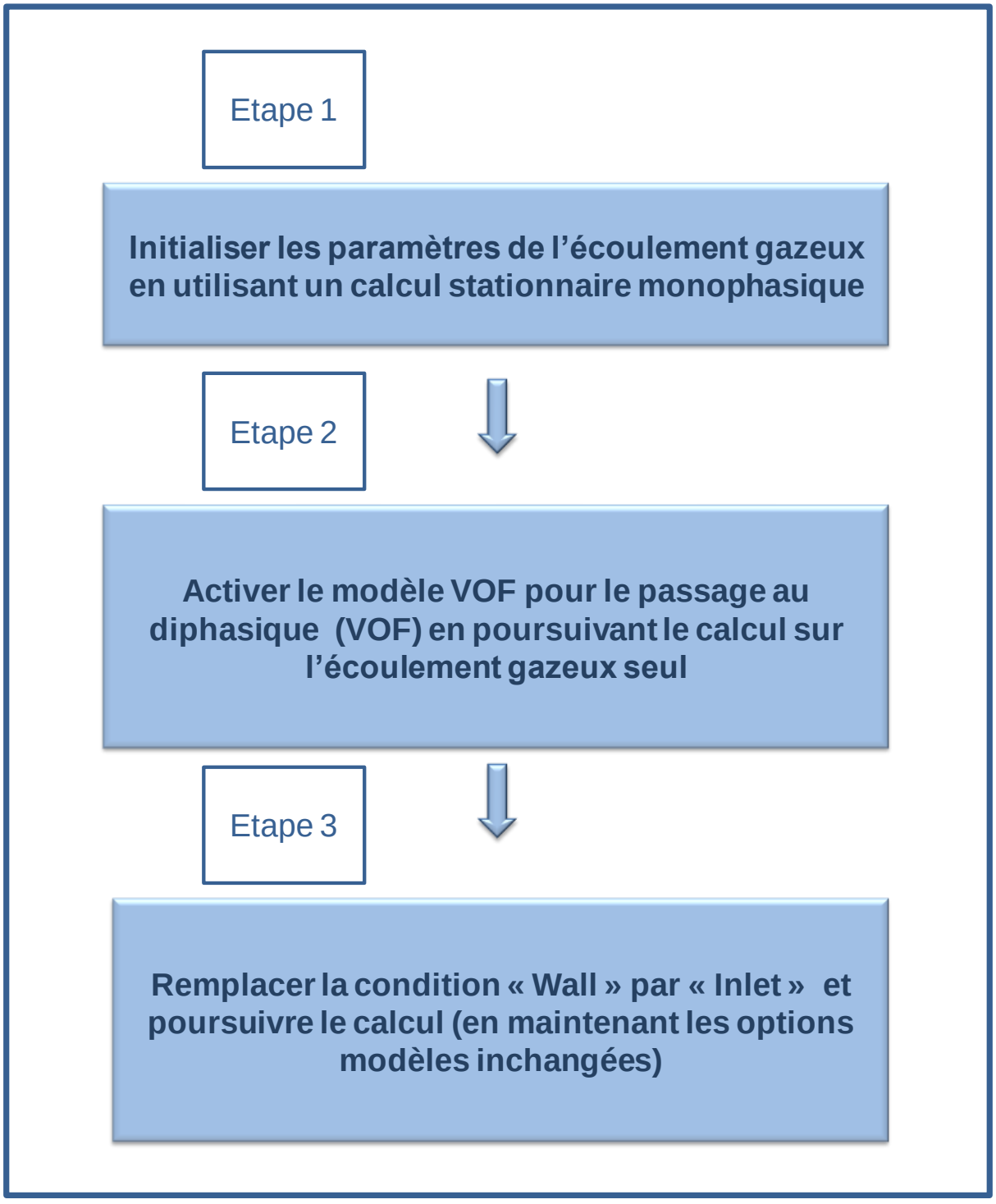


Figure III.20 : Méthodologie de calcul pour la modélisation diphasique

III 2. Résultats des calculs

Les résultats présentés par la suite correspondent à un écoulement gazeux d'argon et un écoulement métallique liquide d'aluminium. Quelques propriétés de l'aluminium liquide sont récapitulées dans le Tableau III.3.

Tableau III.3 : Propriétés de l'aluminium liquide

Densité (kg/m^3)	2719
Capacité thermique (J .kg^{-1} K^{-1})	900
Conductivité thermique (W.m^{-1} K^{-1})	Piecewise-linear (Handbook)
Tension de surface (N.m^{-1})	0.87465 – 5 10^{-5} .T (°K)

Le Tableau III.4 récapitule les résultats des rapports entre les pressions en amont et en aval du col de la buse De Laval pour les différents gaz d'atomisation.

Tableau III.3 : Résultats des vitesses axiales pour les différents débits massiques d'argon

Débit massique (g/s)	**$P_{Autoclave}/P_{chambre}$**	**Vitesse maximale (m/s)**
1	1.04	54
2	1.02	107
5	1.60	225
10	2.90	334
20	5.72	428
30	8.56	462
40	11.30	476
50	14.30	492
60	17.0	500
70	19.9	506
80	22.7	507
90	25.6	513
100	28.5	516

La convergence des calculs est vérifiée en comparant les débits massiques entrant et sortant du domaine de calcul, comme indiqué pour les calculs monophasiques.

III 2 a. Etude de la constriction du filament de métal liquide à Mach < 1

Dans un premier temps, il était nécessaire d'étudier la constriction du filament de métal liquide pour les valeurs de vitesses subsoniques (Rapport $P_{Autoclave}/P_{Chambre}$ inférieur à 2.04, Mach inférieur à 1 pour l'argon. Pour cela, trois valeurs de débit massique ont été choisies pour cette étude 1, 2, 3, 4 et 5 g/s. La Figure III.21 présente la constriction du filament de métal liquide (aluminium) en sortie de la buse de coulée sous l'effet de l'écoulement gazeux. L'illustration correspond aux conditions d'un débit massique de 3 g/s (pression absolue d'atomisation de 0.13 MPa), 'un diamètre de la buse de coulée de 2 mm encore égal au diamètre initial du filament de l'aluminium liquide.

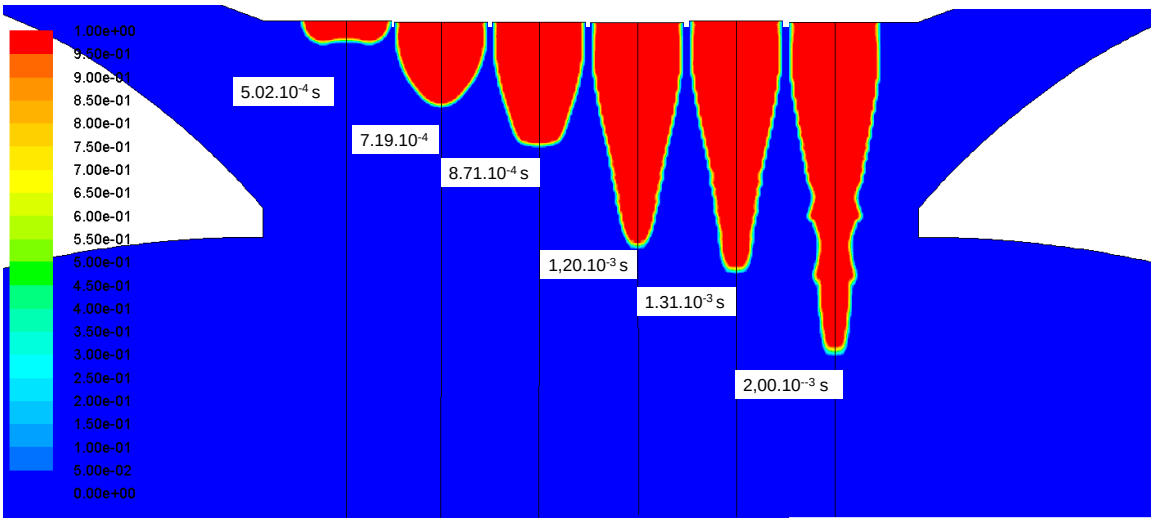


Figure III.21 : Fraction volumique de l'aluminium pour un débit massique de 3 g/s

Les résultats des travaux expérimentaux ont permis de choisir le bon débit d'aluminium en sortie de la buse de coulée en permettant d'introduire dans le modèle des conditions aux limites appropriées. Dans ce cas le filament de métal liquide dépasse la sortie de la buse De Laval sans atteindre un resserrement suffisant pour le désintégrer.

Dans le cas d'un débit de métal liquide égal à 1 g/s, au bout de 1.0041 s et sous l'effet de l'écoulement gazeux, le diamètre du filament de métal liquide diminue légèrement (réduction d'environ 10% par rapport au diamètre initial) en passant à travers le col de la buse De Laval sans se désintégrer en gouttelettes. La faible vitesse de l'argon (53.8 m/s) n'est pas suffisante pour réduire le filament de métal liquide (Figure III.21). Cependant, dans le cas du débit massique 5 g/s, on observe une distribution plus réduite de la fraction volumique de l'aluminium liquide dans le

col de la buse De Laval. Après 1.0056 s, le filament de métal liquide continue de réduire son diamètre sous l'effet du jet annulaire de l'écoulement gazeux jusqu'à son détachement à 1,0058 s, Figure III.22. Cependant, le diamètre de la phase détachée reste trop élevé. Ce comportement est souvent observé pour les ruptures type Rayleigh axisymétrique. A l'interface métal liquide/gaz du filament de métal liquide, on observe la formation des ondes avec une amplitude qui s'amplifie au niveau du col de la buse De Laval. Lorsque ces ondes atteignent une certaine amplitude le jet de métal liquide se casse en grosses gouttelettes **[Chigier 92]**. Dans ce cas on peut parler d'atomisation primaire avec l'apparition d'une première goutte détachée qui subit par la suite des déformations en aval de la buse De Laval.

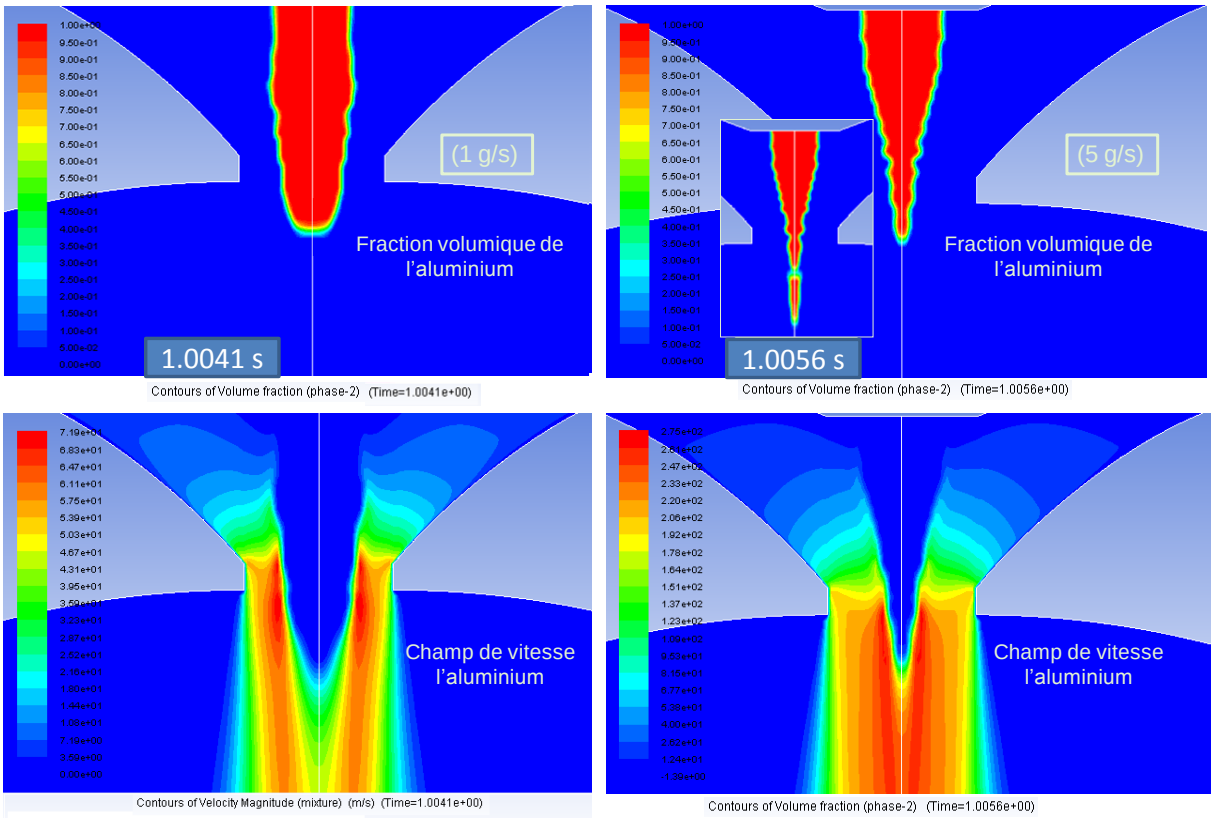


Figure III.22 : Fraction volumique et champ de vitesses de l'aluminium pour les débits massiques 1 et 5 g/s

Le champ de vitesses de l'écoulement gazeux subit également une déformation au niveau du col de la buse De Laval. En effet, l'avancement du filament de métal liquide dans le col de la buse De Laval provoque un déséquilibre de l'écoulement gazeux induisant ainsi une modification de la zone de détente et de compression avec une augmentation de la vitesse axiale de l'écoulement gazeux induite par la diminution de sa section de passage à travers le col de la buse De Laval. Ce

comportement de la distribution du champ de vitesses est observé, quel que soit le débit de métal liquide étudié.

III 2 b. Etude de la constriction du filament de métal liquide à Mach > 1

La Figure III.23 présente l'évolution au cours du temps de la distribution de la fraction volumique de l'aluminium en sortie de la buse de coulée dans la zone subsonique en amont du col de la buse De Laval jusqu'à la partie sonique dans le col de la buse De Laval (Mach>1).

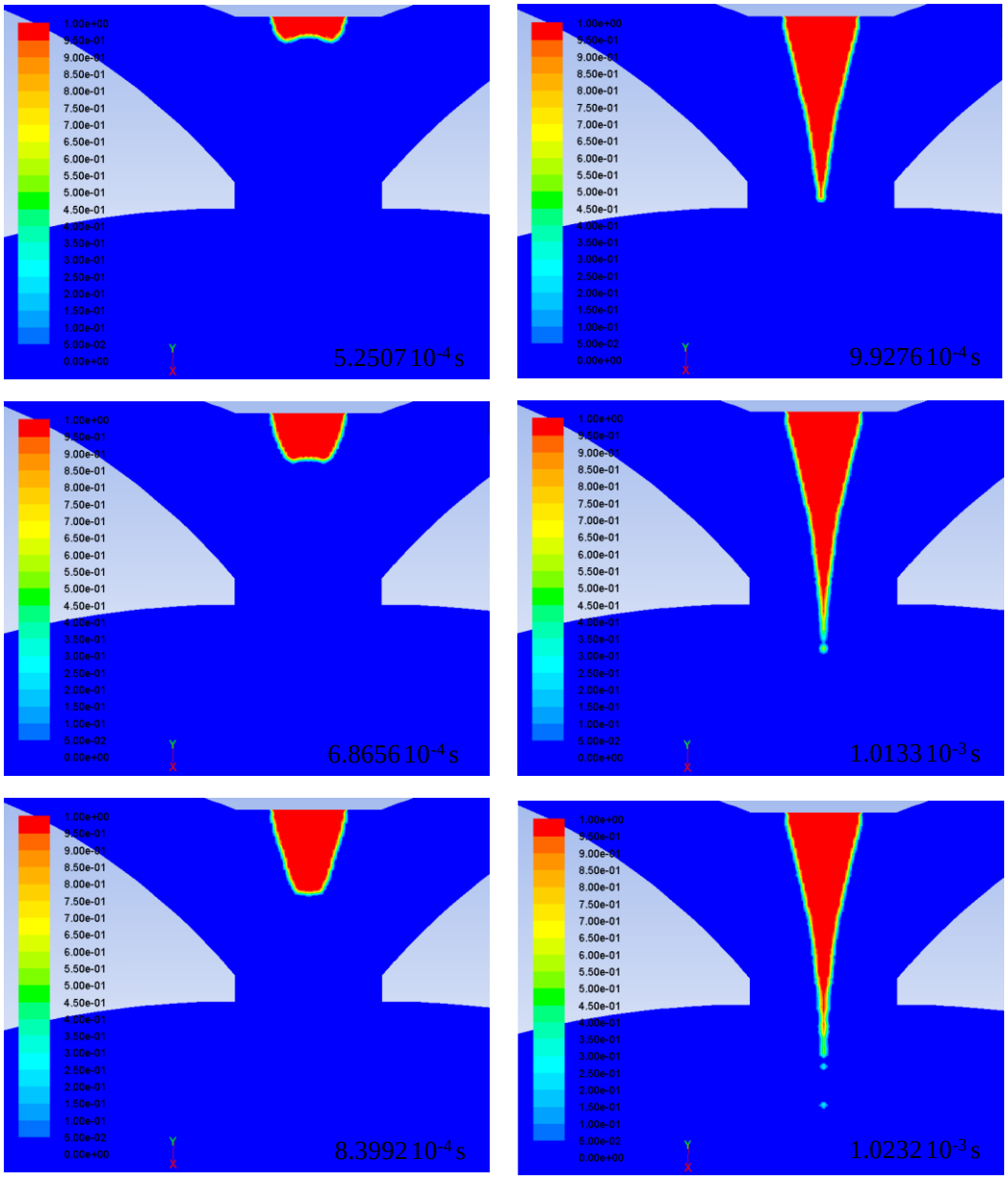


Figure III.23 : Distribution de la fraction liquide d'aluminium en fonction du temps

Ce calcul a été réalisé pour les conditions de pression absolue d'atomisation de 1.46 MPa, de diamètre de la buse de coulée de 2 mm encore égal au diamètre initial du

filament de l'aluminium liquide. Les résultats des travaux expérimentaux ont permis de choisir le bon débit d'aluminium en sortie de la buse de coulée en permettant d'introduire dans le modèle des conditions aux limites appropriées. Le diamètre initial du filament liquide est fixé égal au diamètre de la buse de coulée. Sous l'effet de l'écoulement gazeux à haute vitesse, le monofilament de métal liquide subit des forces de friction provoquant la réduction progressive de son diamètre initial au fur et mesure que la vitesse de l'écoulement gazeux augmente. Au col de la buse De Laval, le monofilament de métal liquide se désintègre en gouttelettes.

Ce comportement typique de l'écoulement à haute vitesse a été présenté en Figure III.20. Le même profil est observé sur la Figure III.24 qui représente la constriction du filament de métal liquide à 100 g/s d'argon. A ce débit massique, qui correspond à un rapport de pression $P_{Autoclave}/P_{Chambre}$ supérieur à 28, les forces de friction deviennent très importantes et conduisent à une réduction du filament de métal liquide en amont du col de la buse De Laval. On observe également une augmentation de la vitesse d'écoulement en sortie de la buse De Laval qui atteint 530 m/s. Le jet de gaz influence le diamètre de rupture du filament de métal liquide ainsi que le rayon de courbure du filament de métal liquide, et par conséquent la taille des particules.

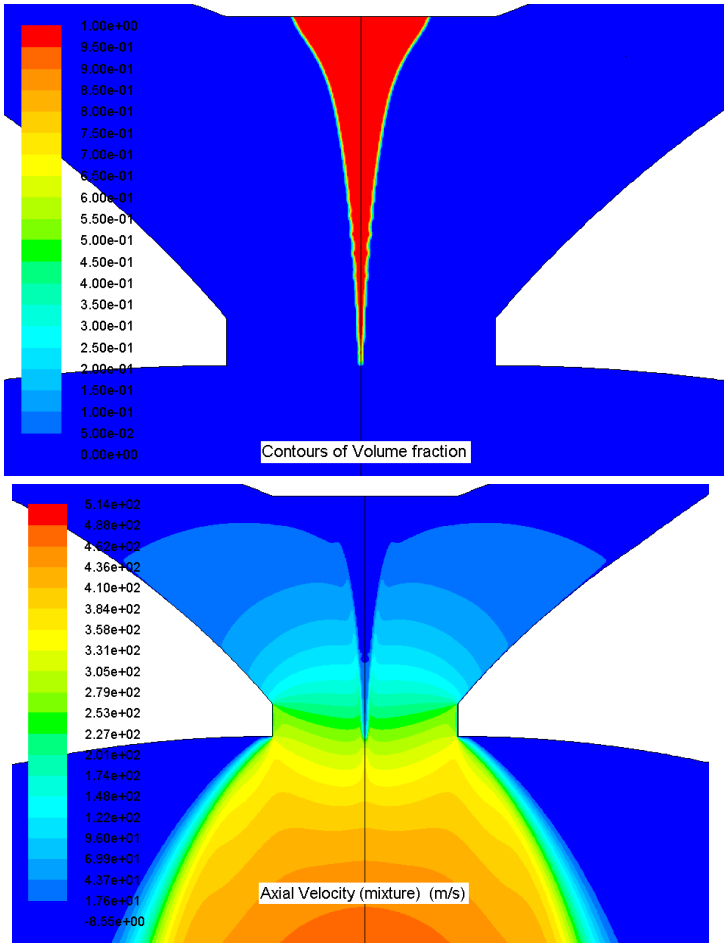


Figure III.24 : Distribution de la fraction liquide d'aluminium et champ des vitesses correspondant au temps 10^{-3} s

III 2 c. Evolution du rayon du filament de métal liquide en fonction des débits massiques

L'expression de Bernoulli pour la vitesse de l'écoulement métallique donnée dans le chapitre I tient compte en particulier du rayon de courbure du filament de métal liquide. (Eq. I.6)

$$V_M = -32\frac{l}{d_M^2}\frac{\eta_M}{\rho_M} + \sqrt{\frac{2}{\rho_M}\Delta p - \frac{2\sigma_M}{\rho_M}\left(\frac{1}{d_M/_2} - \frac{1}{R}\right) + 2gh_M + \left(32\frac{l}{d_M^2}\frac{\eta_M}{\rho_M}\right)^2}$$

Avec R : rayon de courbure du métal fondu à la sortie de la buse de coulée (m)

L'expression de friction entre le gaz et le métal liquide définie dans l'équation (Eq. III.1) tient compte quant à elle du diamètre du monofil de métal liquide :

$$\tau \sim \rho_G^{0,2} \cdot \eta_G^{0,8} \cdot \frac{(u_G - u_M)^{1,2}}{d_M^{0,6} \cdot x^{0,2}} \qquad \text{(Eq III.1)}$$

Avec

τ : contrainte de cisaillement (Pa)

ρ_G : masse volumique du gaz (kg/m^3)

η_G : viscosité du gaz (Pa.s)

u_G : vitesse du gaz (m/s)

u_M : vitesse du métal (m/s)

d_M : diamètre du monofil (m)

x : distance depuis la sortie de la buse (m)

La Figure III.25 présente la constriction du filament de l'aluminium sous l'effet de l'écoulement de gazeux pour différentes pressions d'atomisation (0.5 et 2.0 MPa). On observe que plus la pression d'atomisation est grande, plus le rayon de courbure est petit.

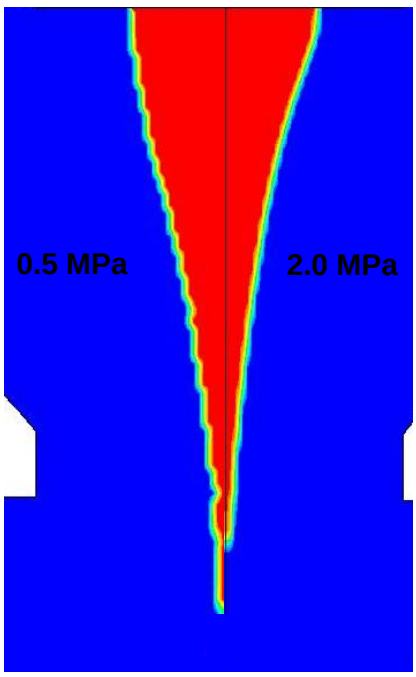


Figure III.25 : Profils des fractions volumiques d'aluminium à deux pressions différentes (0.5 et 2.0 MPa)

La Figure III.26 donne la courbure des interfaces Liquide/Gaz à différents pression d'atomisation. Le profil de l'interface est donné pour chaque interface métal liquide/gaz juste avant l'apparition de la première gouttelette.

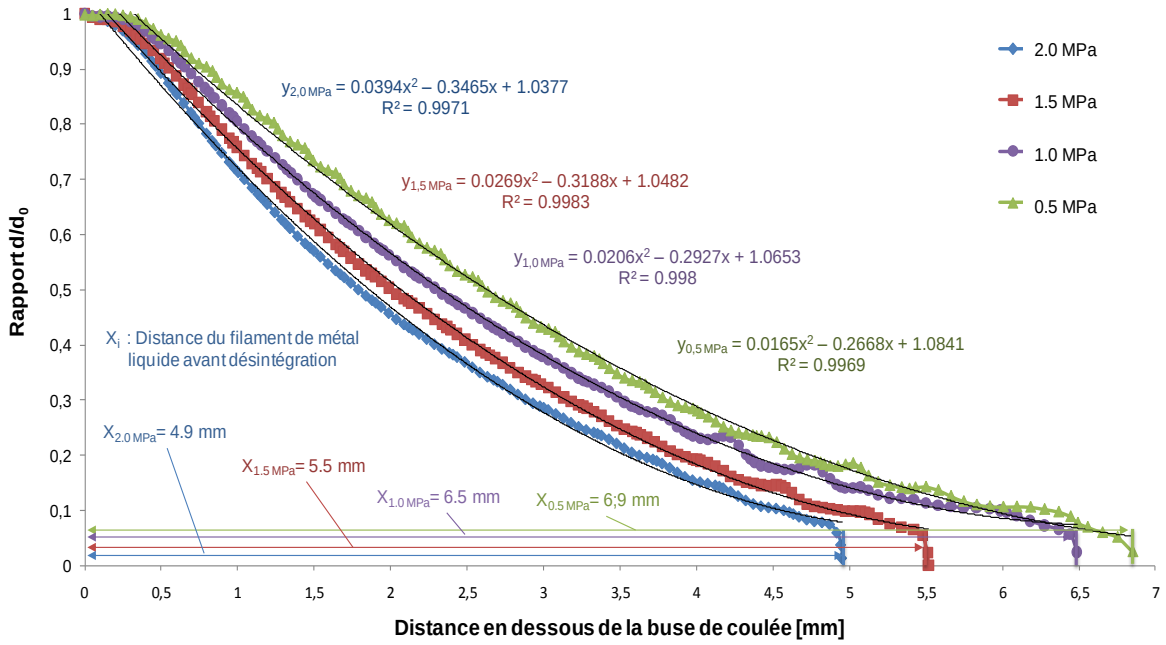


Figure III.26 : Evolution de la courbure des interfaces Liquide/Gaz pour différents débits massiques en fonction de la position en amont de la buse de coulée

L'équation polynômiale trouvée permet de déterminer la courbure du profil de l'interface liquide/gaz car elle correspond à sa dérivée seconde. L'inverse de la courbure est égal au rayon de courbure. On obtient ainsi le rayon de courbure pour un débit de gaz de 2.0 MPa soit 25.4 mm. On constate également que plus la pression d'atomisation est grande, plus la distance depuis la sortie de la buse de coulée jusqu'au moment de la rupture de la première gouttelette est petite. La valeur de cette distance varie de 6.89 mm pour une pression d'atomisation égale à 0.5 MPa, à presque 5 mm pour une pression d'atomisation égale à 2.0 MPa.

On observe que le rayon de courbure diminue en fonction de l'augmentation de la pression d'atomisation. Le Tableau III.5 récapitule les résultats donnant le lien entre la pression d'atomisation et la constriction du filament de métal liquide.

Tableau III.4 : Résultats des vitesses axiales maximales pour les différentes pressions d'atomisation d'argon

Pression d'atomisation [MPa]	0.5	1.0	1.5	2.0
Courbure de l'interface L/G [mm]	0.0165	0.0206	0.0269	0.0394
Rayon [mm]	60.6	48.5	37.1	25.4

La Figure III.27 donne la courbure du filament d'aluminium sous l'effet des forces friction agissant sur le jet de gaz pour quatre valeurs de pressions d'atomisation 0.5, 1.0, 1.5 et 2.0 MPa).

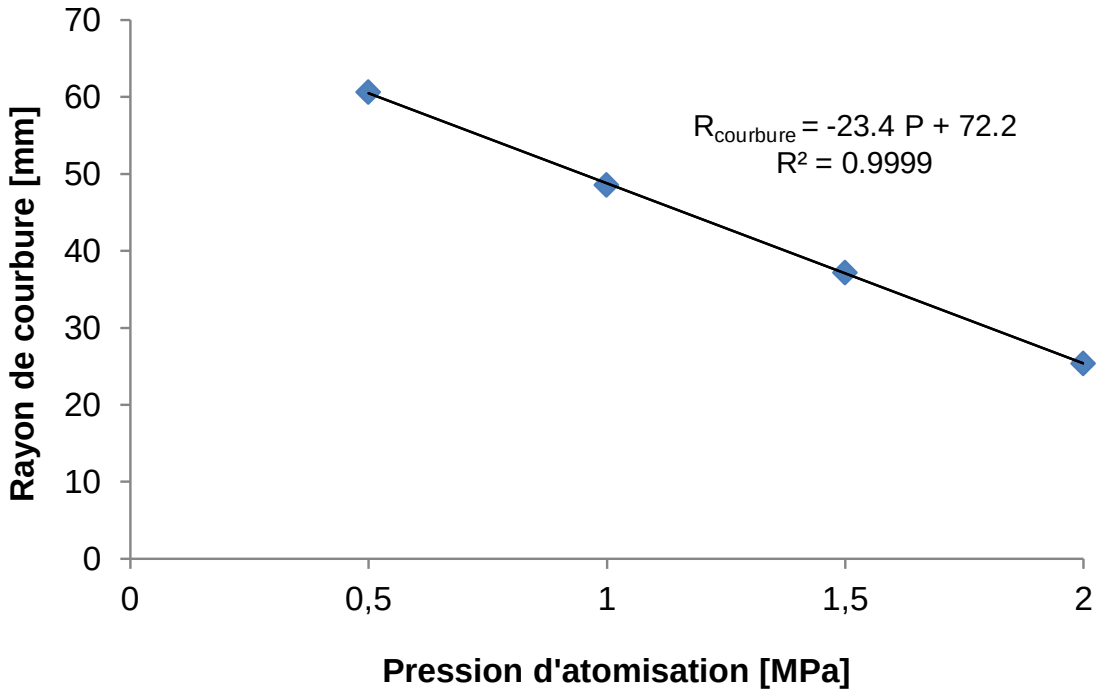


Figure III.27 : Evolution du rayon de courbure de interfaces Métal-Liquide/Gaz pour différents pression d'atomisation

On observe une relation linéaire entre les deux grandeurs pression d'atomisation et rayon de courbure $R_{courbure}$. La relation entre la pression d'atomisation et le rayon de courbure prend la forme :

$$R_{courbure} = -23.4\ P + 72.2 \quad \text{avec } R^2 = 0.999 \quad \text{(Eq. III.2)}$$

Conclusion

Concernant la partie diphasique, l'étude a été menée sur un écoulement d'argon pour l'atomisation d'un monofilament Aluminium. Les principaux résultats de cette modélisation sont :

- Les mécanismes de rupture dans le cas de l'aluminium liquide, dépendent fortement de la vitesse de l'écoulement gazeux ainsi que des forces de cisaillements induites.

- Le suivi de l'interface Métal-Liquide/Gaz a permis de faire le lien entre la pression d'atomisation et le rayon de courbure de filament de métal liquide. Plus la pression d'atomisation est importante, plus le rayon de courbure est faible. Le rayon de courbure varie de 60.6 mm pour une pression d'atomisation égale à 0.5 MPa, jusqu'à atteindre un rayon de courbure de 25.4 mm pour une pression d'atomisation égale à 2.0 MPa.

- Pour les pressions d'atomisation allant de 0.5 MPa à 2.0 MPa, une relation linéaire a été établie entre la pression d'atomisation et le rayon de courbure.

- Pour les faibles valeurs de pression (faible vitesse de l'écoulement gazeux (Mach<1), le suivi d'interface a permis de montrer qu'à partir d'un débit massique de 5 g/s d'écoulement gazeux, on observe la formation de gouttelettes de métal liquide. Dans ce cas, la gouttelette formée est relativement grosse de taille 0.5 mm.

- L'efficacité de l'atomisation dépend fortement du rapport de pression amont/aval de jet de gaz. Plus le rapport de pression amont/aval est important, plus le rayon de courbure du filament de métal liquide est faible, donnant ainsi un diamètre de poudre plus petit.

Chapitre IV
Résultats expérimentaux

Chapitre IV

Résultats expérimentaux

Après avoir modélisé dans le chapitre précédent l'évolution du filament de métal liquide dans la buse d'atomisation en fonction des paramètres opératoires, ce chapitre se propose de présenter les principaux résultats expérimentaux. Trois parties composent ce chapitre : la première présente les résultats de vitesse de particules en dessous de la buse De Laval, la deuxième partie expose les résultats d'écrasements obtenus dans la chambre d'atomisation, la troisième et dernière partie est consacrée à l'analyse de la poudre produite.

Partie I : Résultats de vitesses des particules par technique PIV

Sont présentés dans cette partie les résultats de vitesse de particules obtenues par la technique de Vélocimétrie par Images de Particules (description au chapitre II). Le traitement de ces données a permis d'en déduire un certain nombre de grandeurs (vitesse des particules, vitesse instantanée, moyenne des vitesses, écart type,…), et leurs évolutions sont représentées en fonction des paramètres opératoires.

I) Protocole d'exploitation des données PIV

I 1. Traitement préliminaire

La Figure IV-1 présente un exemple d'image brute capturée (Figure IV.1) par le système PIV et le champ de vecteurs vitesse correspondant. La zone observée est contenue dans l'image de 1024x1280 pixels obtenue par la caméra, mais l'analyse se limite à la zone délimitée par les pointillés rouges de taille 864x1056 pixels. Cette zone d'analyse est découpée en cellules d'interrogation de 32x32 pixels. Il en résulte un quadrillage de 28 lignes horizontales et 34 lignes verticales. Les composantes axiales et radiales de vecteurs vitesse sont calculées pour chaque couple d'images à l'intersection d'une ligne horizontale et verticale. On obtient ainsi la cartographie du champ de vecteur vitesse (Figure IV.1).

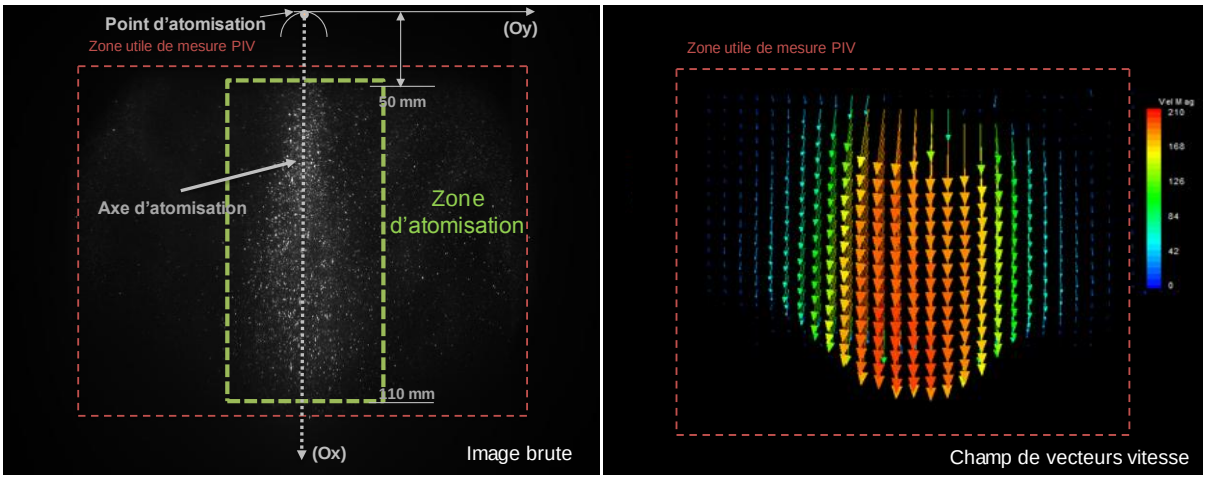


Figure IV.1: Exemple de capture PIV (a) et champ de vecteurs vitesse associé (b)(Poudre de cuivre atomisée à 1.0 MPa (absolu) - Buse de coulée de 1.5 mm de diamètre)

Cette figure met en évidence, d'une part, que le montage optique placé à l'intérieur de la chambre d'atomisation permet de réaliser avec succès des mesures PIV, et d'autre part, que le jet est centré autour de l'axe d'atomisation. Les vitesses les plus élevées sont obtenues sur l'axe du jet et décroissent progressivement avec l'éloignement à l'axe.

I 2. Correction des données brutes

- Transposition des données dans le repère du laboratoire :

Tous les résultats présentés dans cette partie sont représentés dans le repère (O x y z), dont l'origine est placé au niveau de l'orifice de la buse de coulée, et dont l'axe Ox est vertical dirigé vers le bas. Les axes Oy et Oz sont positionnés pour obtenir un repère orthonormé direct (Figure IV.1).

Deux configurations géométriques ont été utilisées en fonction des zones d'observation et de la disponibilité des fenêtres optiques dans la chambre d'atomisation.

- Pour les observations basses à x ~ 500 mm :

Une fenêtre d'observation est placée de telle sorte que la direction d'observation soit perpendiculaire au plan laser. La transformation de données obtenues dans le plan du système d'acquisition (plan du CCD) vers celui du laboratoire se fait par simple prise en compte du grandissement optique du système d'observation (complétés par une translation ad hoc).

- Pour les observations dans la partie haute (50< x<120) :

L'arrangement optique correspond à celui décrit au paragraphe (II.1.b) du chapitre II. L'effet de perspective résultant ne peut plus être négligé et nécessite l'application d'une correction des champs de vitesse, de façon à repositionner spatialement dans le plan du laser chaque vecteur calculé dans le plan du CCD, mais également à corriger les valeurs des composantes de vitesse. Cette opération est réalisée au moyen d'un modèle classique d'imagerie de type sténopé **[Zibret 03]** programmé sous Mathematica. On signale que cette opération fournit un champ non structuré mais fidèle à la réalité du déplacement des particules.

I 3. Grandeurs retenus pour l'exploitation

Outre les champs de vitesse globaux, trois types de grandeurs seront utilisées :

- Les vitesses à x ~ 500 mm notées V500 :

Les mesures PIV sont ciblées sur une zone relativement restreinte comprise dans l'intervalle 470 < x < 530 mm et -30 < y < 30 mm sur laquelle on réalise une moyenne spatiale pour chaque mesure instantanée. Il en résulte une valeur scalaire représentant la vitesse d'impact des particules sur les écrasements (Chapitre IV Partie II, paragraphe I.5).

- Les vitesses à x ~ 80 mm, notées V80 :

Les mesures PIV sont ciblées sur une zone comprise dans l'intervalle 50 < x < 110 mm et -50 < y < 50 mm sur laquelle on réalise une moyenne spatiale pour chaque mesure instantanée.

- L'amplitude de vitesse le long de l'axe Ox, noté $V_{centerline}$:

Le profil de l'amplitude de vitesse le long de l'axe Ox qui correspond à l'axe principal de l'écoulement est noté $V_{centerline}$. Compte-tenu du caractère axisymétrique de la buse, l'amplitude de vitesse le long de l'axe (Ox) est assimilable à sa composante verticale.

- Les profils de vitesse dans une section du jet :

Les profils de vitesse dans une section du jet sont donnés pour différentes positions en aval de la buse De Laval.

I 4. Conditions opératoires

Plusieurs paramètres opératoires ont été modifiés pour étudier la dynamique du jet d'atomisation à la sortie de la buse De Laval, (Tableau IV.1). Il faut noter que toutes les informations relatives à la pression correspondent à une pression absolue.

Tableau IV.5 : Paramètres d'atomisation testés lors de la campagne de mesures PIV

Matériaux	Cu	Al	CoCr
Diamètre $_{\text{buse de coulée}}$ [mm]	1.0	1.5	2.0
Pression absolue d'atomisation [MPa]	0.5	1.0	1.5
Contre-Pression absolue [MPa]	0.1	0.3	0.5

Il faut noter également que, quelles que soient les conditions de travail, la zone de mesure a été maintenue identique, comprise entre 50 et 110 mm en aval de la buse De Laval (Figure IV.2). Plus de 200 photos ont été analysées et traitées pour chaque atomisation, afin d'obtenir le champ de vecteurs vitesse instantanée et d'en déduire les vitesses des particules le long de l'axe central (axe d'atomisation).

Enfin, les données et les tracés des profils des vitesses présentés par la suite, sont obtenus sur la base d'un post traitement effectué sur Mathematica.

II) Résultats expérimentaux

II 1. Influence de la pression d'atomisation

II 1 a. Impact de la montée en pression au cours de l'atomisation

L'évolution de la vitesse instantanée des particules en fonction de la durée d'atomisation, a été étudiée. Pour des raisons pratiques liées à l'enregistrement des données, la mise en route des mesures PIV a été lancée juste avant le début de l'atomisation. De cette manière, la première valeur mesurée coïncide avec le départ de l'atomisation (levée du barreau bouchon), et les valeurs ultérieures prennent en compte la montée en pression dans l'autoclave jusqu'à la pression de consigne. La

Figure IV.2 présente cette évolution de la vitesse des particules au cours des deux phases de pressurisation (phase transitoire pour la montée en pression et phase stabilisée à la pression de consigne).

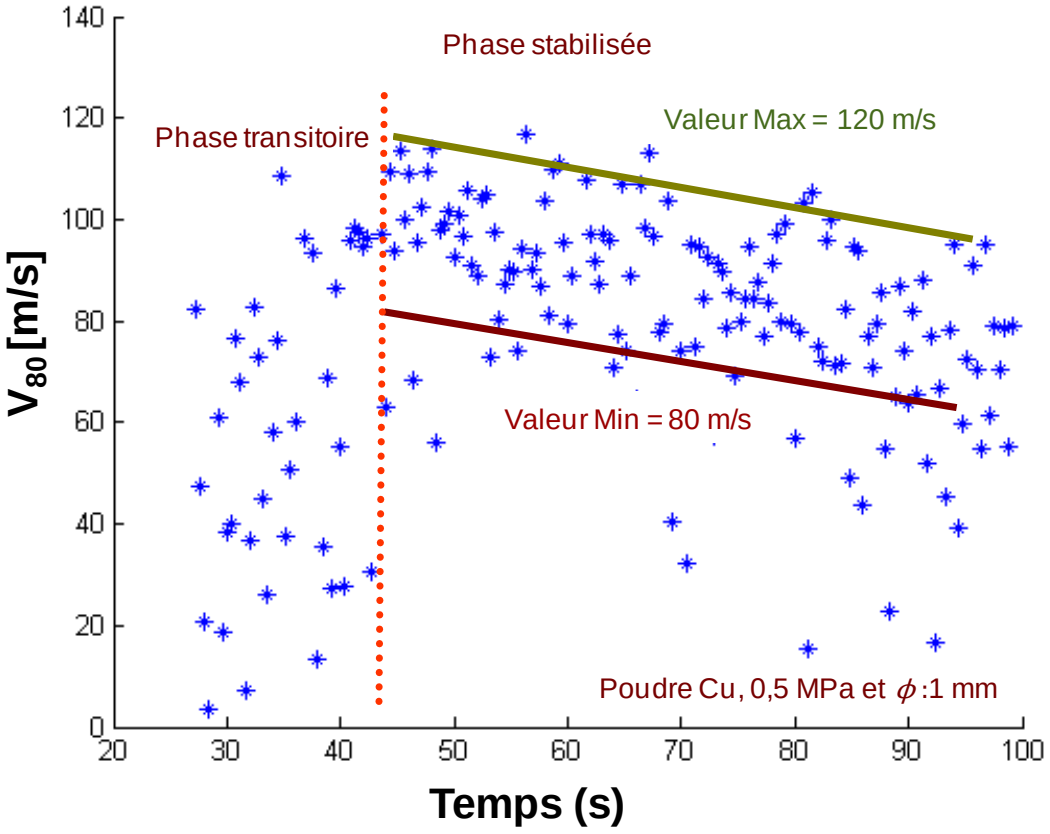


Figure IV.2 : Vitesse instantanée des particules en fonction de la durée d'atomisation (Poudre de cuivre atomisée à 0,5 MPa - Buse de coulée de 1 mm de diamètre)

Une première observation de cette figure montre que les valeurs de vitesses de particules suivent l'évolution de la pression d'atomisation. En effet, alors que les valeurs sont très dispersées sur les premières dizaines de secondes (correspondant à la phase transitoire) où la pression d'atomisation est mal définie, une tendance se dessine ensuite sur la partie stabilisée où un intervalle entre une valeur minimale et une valeur maximale de vitesse peut être défini. En complément de ces résultats, une deuxième série de mesures a été effectuée pour les mêmes conditions d'atomisation, la zone de mesure se situant maintenant autour de 500 mm en dessous de la buse De Laval. L'évolution de la vitesse instantanée des particules, en fonction de la durée d'atomisation est donnée sur la Figure IV.3.

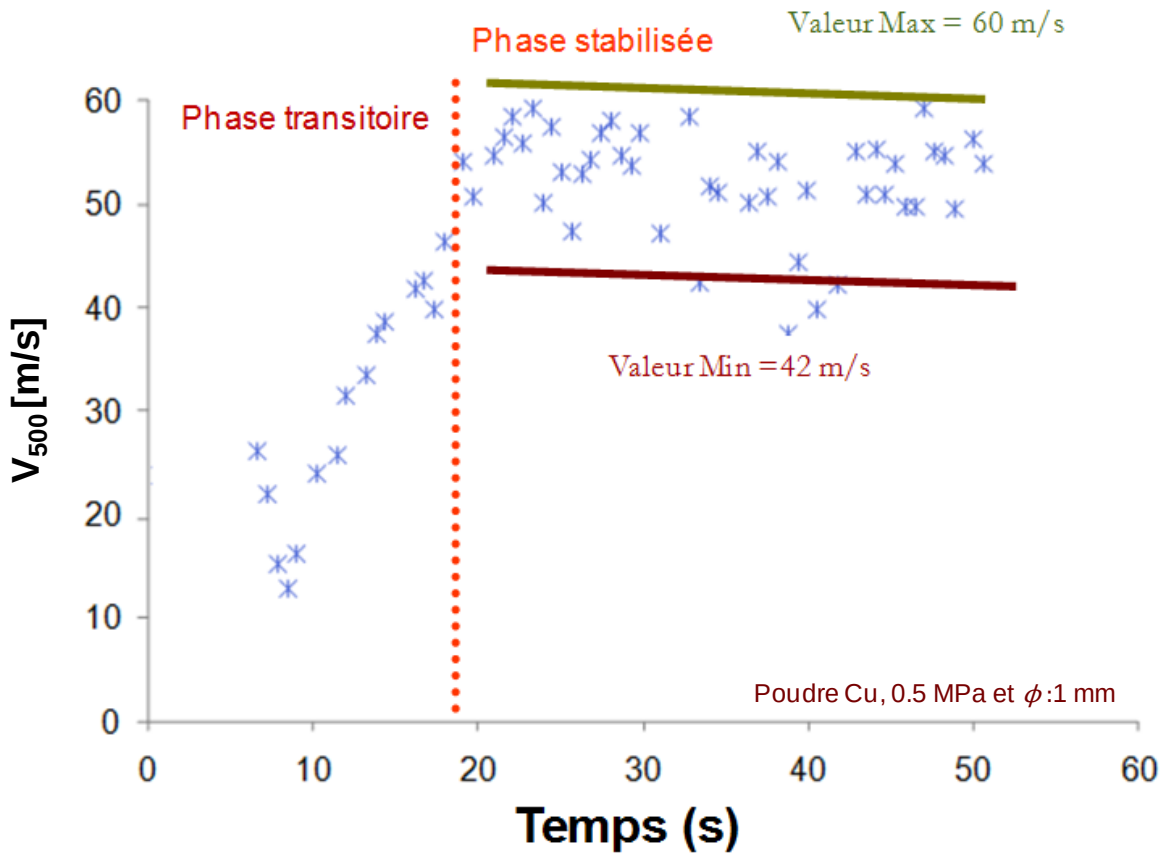


Figure IV.IV.3 : Vitesse instantanée de particules en fonction de la durée d'atomisation (Poudre de cuivre atomisée à 0.5 MPa - Buse de coulée de 1 mm de diamètre)

Avec l'éloignement de la sortie de buse, une plus grande homogénéité dans les résultats des mesures apparaît. L'évolution de la vitesse instantanée des particules est beaucoup plus nette dans ce dernier cas, avec une première zone d'augmentation de la vitesse de 0 à environ 20 s, suivie d'une deuxième zone de valeurs quasi constantes.

En parallèle à ces évolutions de vitesse, une acquisition de la pression d'atomisation a été effectuée. Sont représentées sur la Figure IV.4 les évolutions du rapport de pression de l'autoclave sur la pression dans la chambre d'atomisation, pour trois pressions d'atomisation 0.5 MPa, 1.0 MPa et 1.5 MPa.

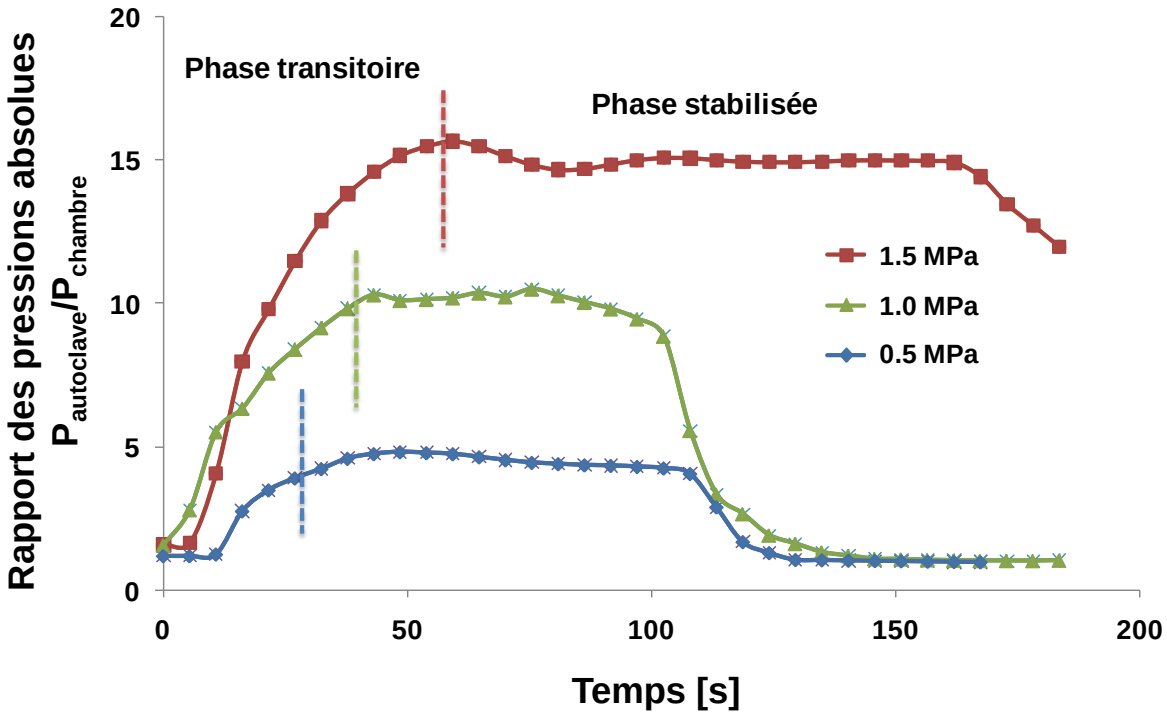


Figure IV.4 : Rapports des pressions absolues $P_{Autoclave}$ / $P_{Chambre}$ en fonction de la durée d'atomisation

Il apparaît, comme précédemment pour les évolutions des vitesses de particules, que ce rapport de pressions se compose de deux zones, une première de croissance et une seconde de palier. La chute finale de ce rapport correspond à la fin de l'atomisation et à la vidange du creuset. Par ailleurs, on constate que plus la pression de consigne est grande, plus la phase transitoire est longue. L'obtention de la pression de consigne est de 25 s pour 0.5 MPa, 40 s pour 1.0 MPa et 52-60 s pour 1.5 MPa.

Pour mettre en évidence ce comportement, deux atomisations de cuivre ont été conduites à différentes pressions d'atomisation (0.5 et 1.0 MPa en absolue).

La Figure IV.5 présente l'évolution de la vitesse des particules le long de l'axe d'atomisation (dans la zone de mesure [50 – 110 mm]). La mise en route des mesures PIV a été lancée une fois la pression consigne atteinte.

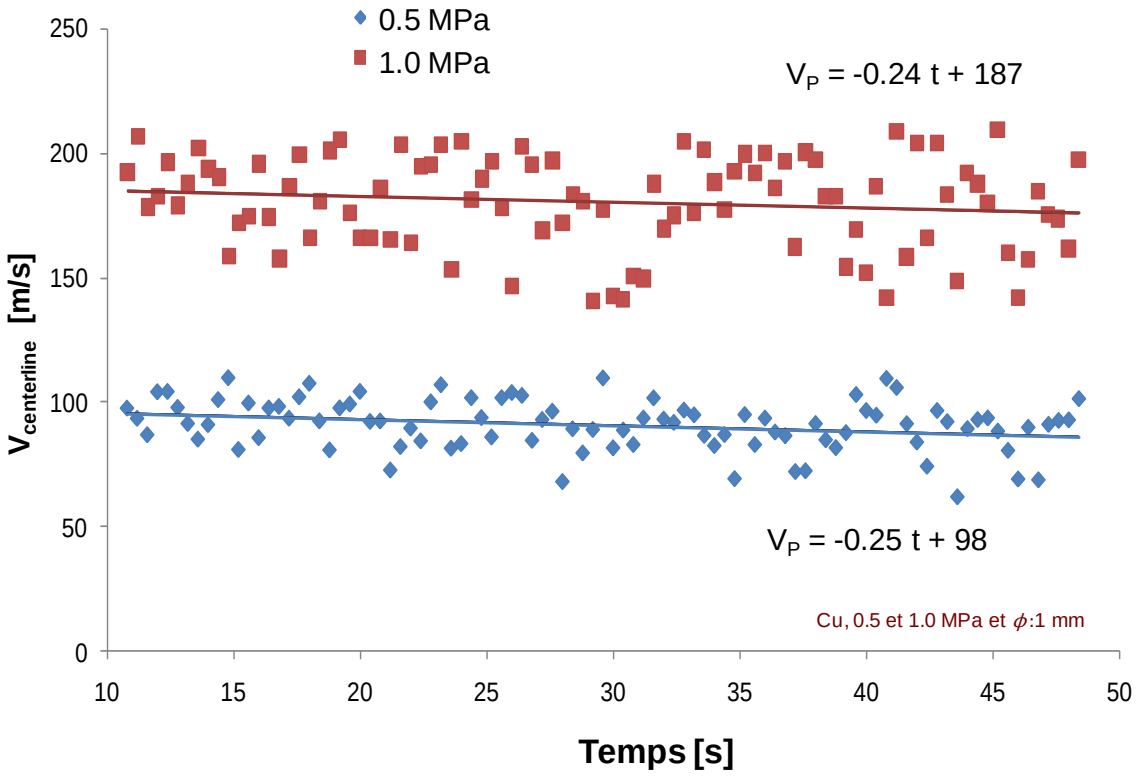


Figure IV.5 : Evolution de la vitesse des particules le long de l'axe principal d'atomisation en fonction du temps pendant la phase stabilisée

(Poudre de cuivre atomisée à 0.5 et 1.0 MPa - Buse de coulée de 1 mm de diamètre)

La vitesse des particules le long de l'axe principal d'atomisation, dans le cas de la poudre de cuivre, diminue légèrement durant la phase stabilisée de pressurisation. Cette diminution légère de la vitesse des particules peut être associée à la diminution de la hauteur statique du bain métallique. En effet, dans un régime stabilisé, pour un diamètre de buse de coulée et une pression d'atomisation constants, seule la hauteur statique du bain métallique varie dans le temps. Les fluctuations de la vitesse de particule sont affectées par la diminution de la hauteur de la charge métallique dans le creuset. Comme indiqué dans le chapitre (I.4.2), la vitesse du métal liquide dépend de deux paramètres : la hauteur statique du bain métallique et la dépression créée sous la buse de coulée. On observe également que les vitesses des particules le long de l'axe principal de l'écoulement sont beaucoup plus importantes à forte pression d'atomisation qu'à faible pression. Ceci s'explique par l'augmentation du ratio G/M, à diamètre de buse de coulée constant : l'augmentation de la pression d'atomisation augmente le ratio G/M, ce qui se traduit par une augmentation des forces de friction (cisaillement du filament de métal liquide), et

ainsi produit des particules plus fines **[Gerking 93 ; Allimant 06].** Les poudres métalliques produites par le procédé Nanoval en utilisant la buse De Laval à forte pression d'atomisation possèdent des tailles fines qui ne dépassent pas 30 µm (23 ± 5 µm cas de la poudre d'aluminium atomisée à 1.5 MPa). On peut ainsi penser que plus les particules sont fines, plus leurs entrainement dans l'écoulement gazeux est facile, ce qui se traduit par une augmentation des vitesses de particules qui suivent le profil de l'écoulement gazeux.

II 1 b. Evolution de la vitesse des particules sur la phase stabilisée pour différentes pressions d'atomisation

Il faut noter que, pour la suite des résultats, seules les vitesses des particules le long l'axe principal de l'écoulement, dans la phase stabilisée, sont prisent en compte, car la majorité de la poudre produite correspond à cette phase. Plusieurs essais d'atomisation ont été réalisés pour étudier l'évolution de la vitesse des particules en fonction de la pression d'atomisation. Pour cela, trois valeurs de pression d'atomisation ont été choisies (0.5 MPa ; 1.0 MPa et 1.5 MPa). Le diamètre de la buse de coulée a été maintenu égal à 1.5 mm. Les mesures de PIV s'arrêtent à la fin de l'atomisation (creuset vide).

La Figure IV.6 présente les profils de vecteurs vitesse (corrigés) dans une section du jet pour différentes positions en aval de la buse De Laval, pour différentes pressions d'atomisation (Cas de la poudre de cuivre et d'aluminium, pression d'atomisation 0.5 MPa (a), 1.0 MPa (b) et 1.5 MPa).

On remarque que le jet d'atomisation possède un profil homogène et symétrique autour de son axe central, avec une dynamique laminaire en sortie de la buse De Laval, quelles que soient les conditions opératoires. Les valeurs des vitesses des particules sont centrées autour de l'axe d'atomisation.

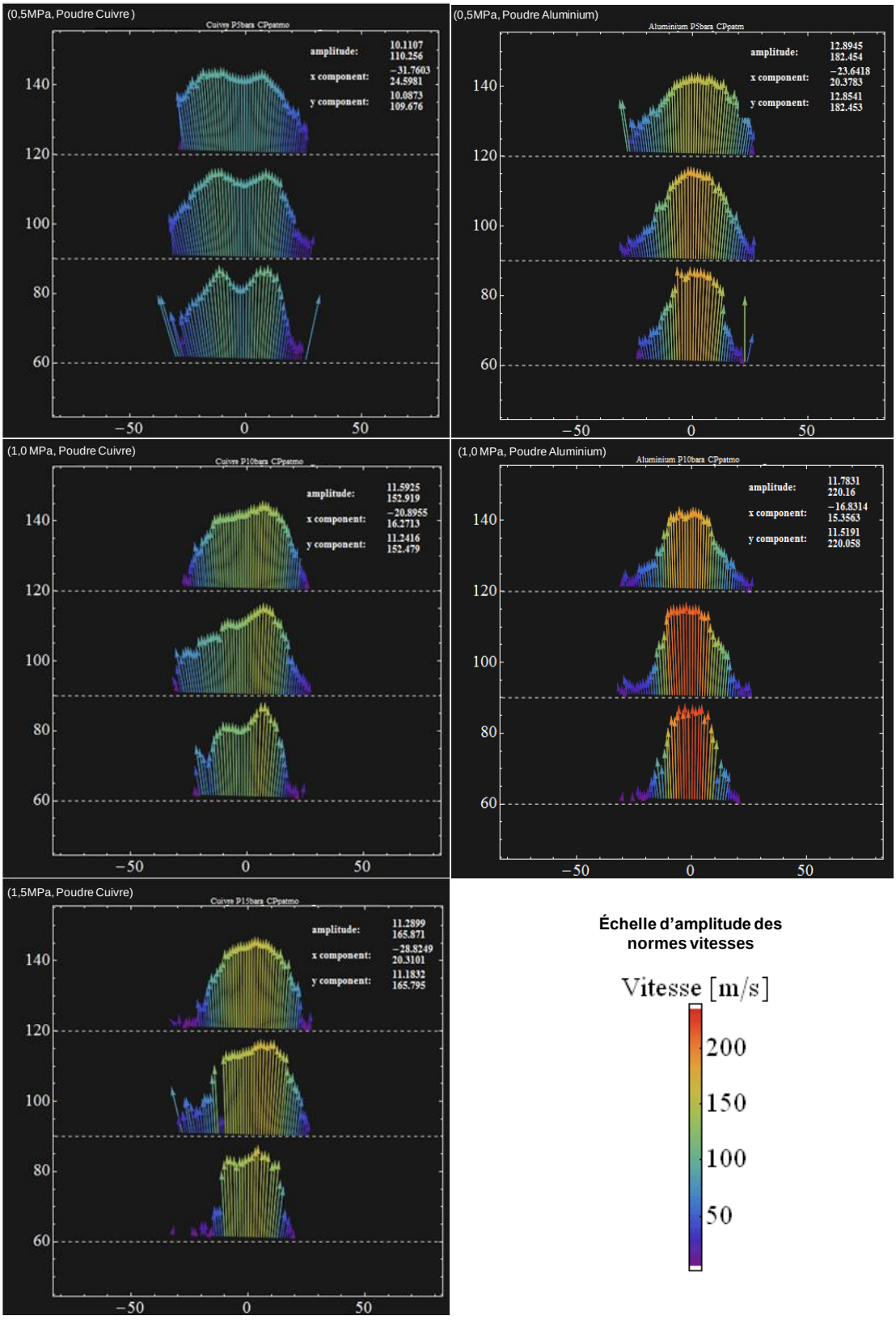


Figure IV.6 : Profils de vecteurs vitesses (corrigés) dans une section du jet pour différentes positions en aval de la buse De Laval, pour différentes pressions d'atomisation (Cas de la poudre de cuivre et d'aluminium, pression d'atomisation 0.5 MPa (a), 1.0 MPa (b) et 1.5 MPa (c) – Buse de coulée de diamètre 1.5 mm)

Dans cette partie, nous avons choisi de présenter les résultats des vitesses des particules le long de l'axe d'atomisation en fonction de la pression d'atomisation. Les évolutions des vitesses des particules d'aluminium sont données à titre comparatif. Les résultats d'aluminium seront traités dans le paragraphe suivant. Le Tableau IV.2 récapitule les résultats de la campagne de mesures de PIV et les mesures de taille de poudre correspondantes.

Tableau IV.2 : Vitesses des particules de Cu en fonction de la pression d'atomisation

Pression d'atomisation [MPa]	**0.5**	**1.0**	**1.5**
Moyennes des $V_{centerline}$ [m/s]	88 ± 4	122 ± 9	152 ± 13
Taille moyenne de poudre d_{50} [µm]	52 ± 5	34 ± 5	23 ± 5

La Figure IV.7 présente l'évolution des vitesses de particules dans l'axe central d'atomisation pour les trois mesures de PIV, pour la poudre de cuivre.

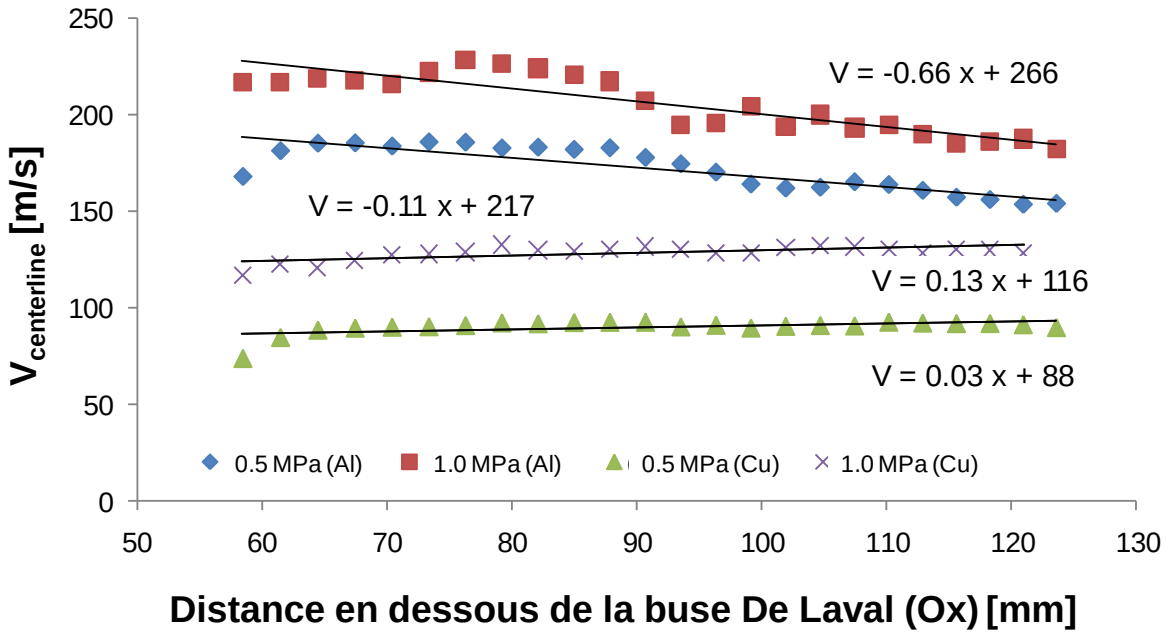


Figure IV.7 : Evolution des vitesses des particules le long de l'axe central (Poudres d'aluminium et de cuivre atomisées à 0.5 et 1.0 MPa - Buse de coulée de 1.5 mm de diamètre)

On observe un effet significatif de la pression d'atomisation sur la vitesse des particules dans la zone d'observation le long l'axe principal. Les vitesses varient de

88 m/s pour 0.5 MPa jusqu'atteindre 137 m/s pour 1.5 MPa pour la poudre de cuivre et de 172 m /s pour 0.5 MPa pour atteindre 206 m/s pour 1.0 MPa. La vitesse des particules sur l'axe d'atomisation, pour un paramètre donné, est constante le long de cet axe dans la zone de mesure avec une légère augmentation plus on s'éloigne de l'entrée de la zone de mesure. Ceci montre le caractère stable du processus d'atomisation. En revanche, on observe une diminution de la vitesse des particules le long de l'axe principal, quelle que soit la pression d'atomisation pour la poudre d'aluminium. Ces travaux de mesures PIV ont été associés aux mesures granulométriques. On obtient un diamètre moyen de 52 µm pour une pression relative d'atomisation de 0.5 MPa, et 23 µm pour une pression absolue d'atomisation de 1.5 MPa. Ceci démontre un comportement inversé de l'effet de la pression d'atomisation sur la taille de particule. Plus la pression d'atomisation est élevée, plus les particules ont une taille fines, et plus la vitesse de particule en dessous de la buse De Laval est importante. Ceci peut se justifier par le fait que plus la pression d'atomisation est grande, plus les forces de friction du flux exercées par le gaz sur le filament de métal liquide sont importantes, permettant de produire une poudre plus fine **[Gerking 93]**.

II 2. Influence de la nature du matériau

Une deuxième campagne de mesures PIV a été conduite pour l'évaluation de la vitesse des particules en fonction de la nature de la matière première. Pour cela, deux matériaux supplémentaires ont été choisis : l'aluminium pur et l'alliage de Cobalt-Chrome. Les mesures PIV sur le CoCr ont été réalisées pour la zone à 500 mm en dessous de la buse De Laval. La Figure IV.8 présente l'évolution de la vitesse des particules le long de l'axe central d'atomisation en fonction des deux matériaux atomisés (aluminium et cuivre). Les paramètres opératoires choisis pour cette étude sont une pression d'atomisation égale à 1.0 MPa, une contre-pression égale à la pression atmosphérique et un diamètre de buse de coulée égal à 1.5 mm. Les vitesses des particules le long de l'axe principal de l'écoulement varient de 119 ± 9 m/s pour le cuivre à 206 ± 15 m/s pour l'aluminium.

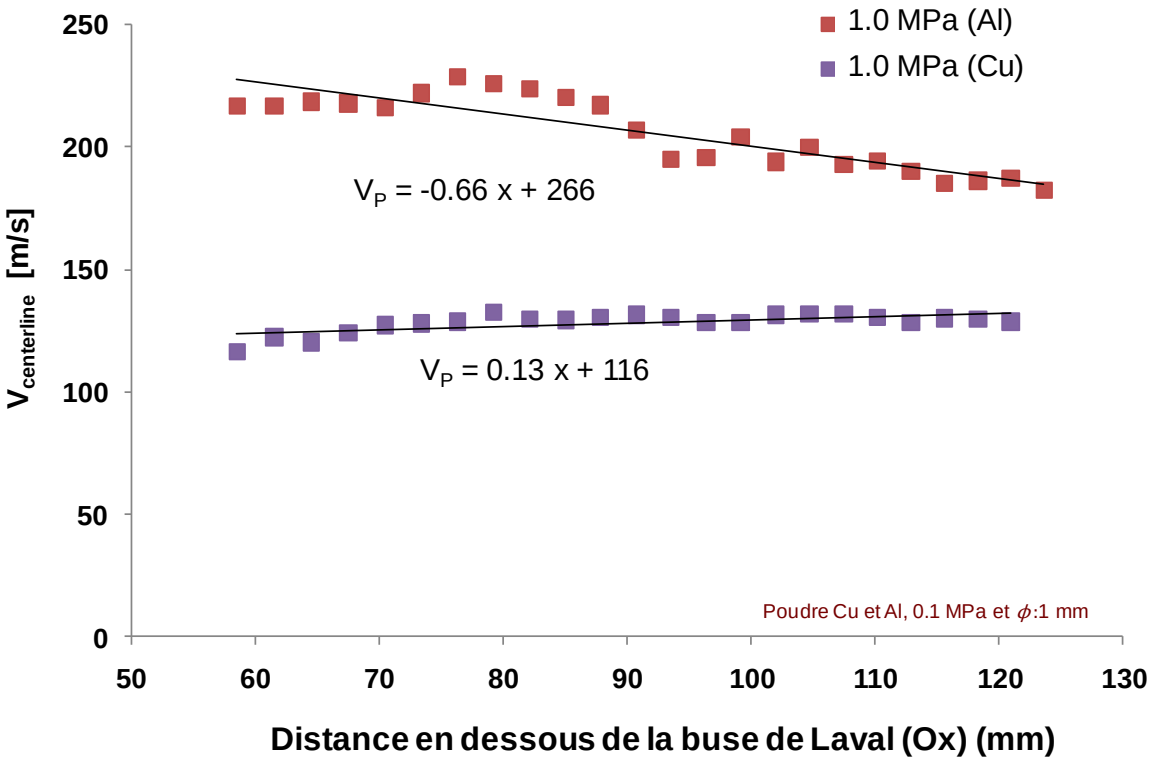


Figure IV.8 : Evolution de la vitesse des particules le long de l'axe principal d'atomisation en fonction de la nature des matériaux atomisés le long de l'axe central d'atomisation (aluminium - cuivre)

(Pression d'atomisation égale à 1.0 MPa – Buse de coulée 1.5 mm de diamètre)

Ce comportement s'explique par la différence de masse volumique des matériaux (Al : ρ = 2.7 g.cm^{-3} ; Cu : ρ = 8.96 g.cm^{-3}). A taille de particule identique, la masse volumique joue un rôle important dans l'entrainement des particules produites dans l'écoulement gazeux. Pour une quantité de mouvement échangée identiques, la vitesse des particules légère est plus importante que celles qui sont plus lourdes. En effet, les particules légères produites à partir d'un matériau à faible masse volumique suivent fidèlement l'écoulement gazeux (cas de l'aluminium). A l'inverse, les particules produites à partir d'un matériau à forte masse volumique présentent une vitesse plus faible au démarrage de l'atomisation (cas du cuivre). Cependant, les particules lourdes augmentent progressivement leurs vitesses dans la chambre d'atomisation. Leurs vitesses ne suivent pas celle de l'écoulement gazeux.

Des essais supplémentaires ont été réalisés à 500 mm en dessous de la buse De Laval pour trois matériaux (Al, Cu et CoCr). La Figure IV.9 présente la moyenne des vitesses des particules le long de l'axe principal d'atomisation de Cu, Al et CoCr,

mesurées dans la zone [470 – 530 mm] en dessous de la buse De Laval. Les vitesses des particules (V_{500}) en aval de la buse De Laval pour les différents matériaux varient de 68 ± 10 m/s pour le CoCr, 57 ± 9 m/s pour le cuivre, jusqu'à 29 ± 6 m/s pour l'aluminium.

La masse volumique des matériaux peut expliquer le changement de la vitesse de particule en aval de la l'unité d'atomisation. En effet, l'aluminium a une densité égale à 2.7 soit trois fois plus faible que celle du cuivre (8.92) et celle du CoCr (8.3). Les particules d'aluminium possèdent une vitesse en sortie de l'unité d'atomisation plus importante que pour le cuivre. En revanche, une fois que la vitesse de l'écoulement gazeux chute seules les particules de masse plus élevée gardent une énergie cinétique plus importante (cas des particules de Cu et CoCr. Ceci peut expliquer cette dynamique des particules en fonction de leur nature.

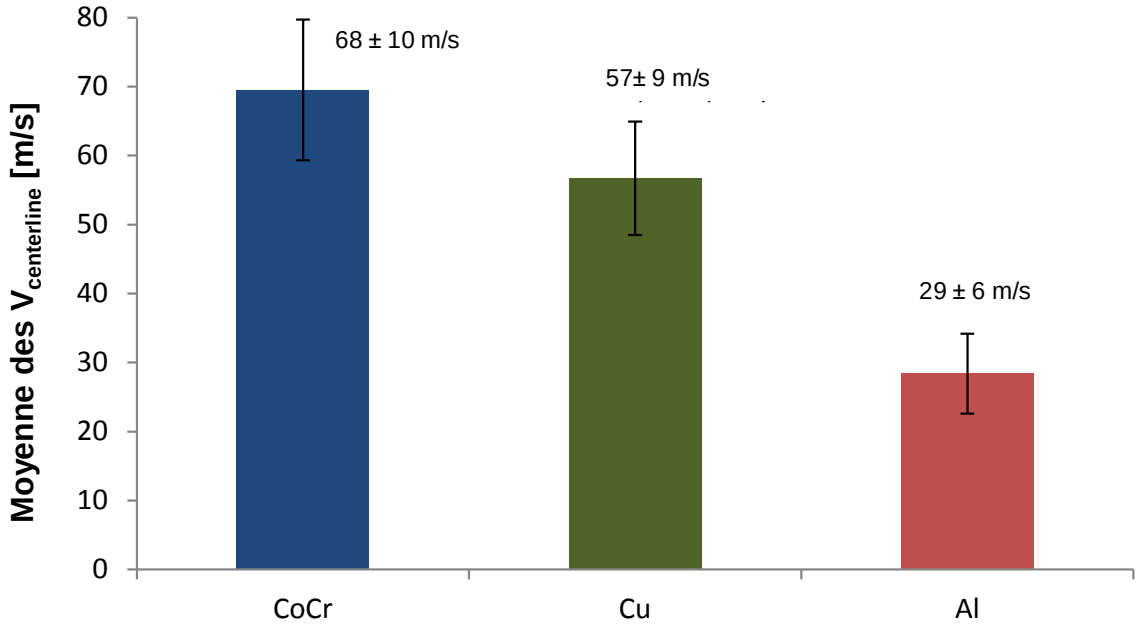


Figure IV.9 : Evolution des moyennes des vitesses des particules le long de l'axe principal d'atomisation en fonction de la nature de matériau utilisée

(Pression d'atomisation 1.0 MPa – Buse de coulée de diamètre 1.5 mm)

II 3. Influence de la contre–pression sur l'amplitude des vitesses des particules le long de l'axe principal d'atomisation

La réduction de la pression d'atomisation induit souvent la formation de grosses gouttelettes qui, à défaut d'un refroidissement suffisant, se retrouvent écrasées au fond de la chambre d'atomisation avec des problèmes de colmatage en sortie de

buse De Laval. Pour pallier ce problème, à pression d'atomisation suffisante, et en augmentant la pression à l'intérieur de la chambre d'atomisation, on augmente le pouvoir de refroidissement des gouttelettes produites. Afin de comprendre l'impact de ce paramètre sur la poudre produite, trois essais d'atomisation de cuivre ont été réalisés. Les valeurs de la contre pression choisie sont 0.1 MPa ; 0.3 MPa et 0.5 MPa. La buse de coulée à un diamètre égal à 1.5 mm et la pression d'atomisation est égale à 1.5 MPa (Figure IV.10).

La Figure IV.10 présente les champs de vecteurs vitesse obtenus par mesure PIV pour deux contre-pressions 0.1 et 0.5 MPa.

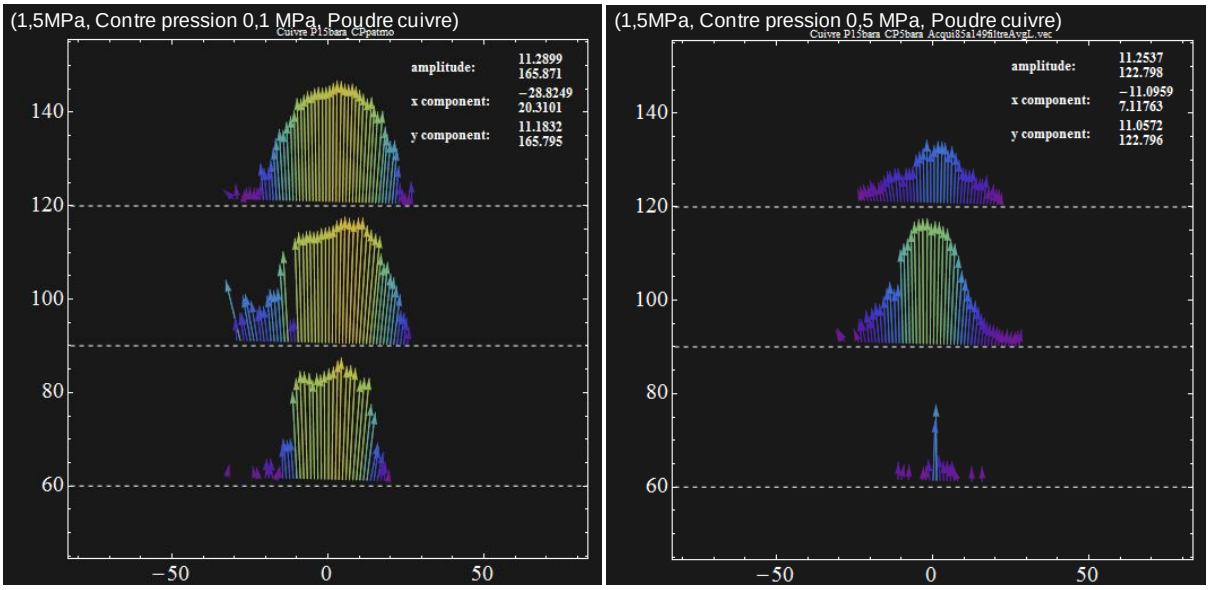


Figure IV.10 : Profil des vitesses des particules le long de l'axe principal d'atomisation à différentes pressions d'atomisation

(Pression d'atomisation 1.5 MPa – Contre pression 0.1 et 0.5 MPa – Buse de coulée de diamètre 1.5 mm)

Il faut remarquer que les vitesses sont plus faibles à forte contre-pression. La vitesse maximale des particules est située le long de l'axe principal d'atomisation. Les profils des vitesses des particules sont quasi-symétriques autour de cet axe.

La Figure IV.11 présente l'évolution des amplitudes des vitesses des particules le long de l'axe central d'atomisation en fonction de la distance à la sortie de la buse De Laval pour les trois valeurs de contre-pression. Il faut noter que, dans ce cas le diamètre de la buse de coulée a été maintenu constant égal à 1.5 mm, et que la pression relative dans l'autoclave a été maintenue constante également à 1.5 MPa.

Les vitesses des particules en sortie de la buse De Laval sont moins stables dans la chambre d'atomisation. En effet, plus la pression dans la chambre d'atomisation augmente plus la vitesse des particules diminue. Les vitesses moyennes dans l'axe central d'atomisation varient de 155 ± 5 m/s pour une contre-pression nulle jusqu'à atteindre 115 ± 9 m/s pour une contre-pression relative égale à 0.5 MPa.

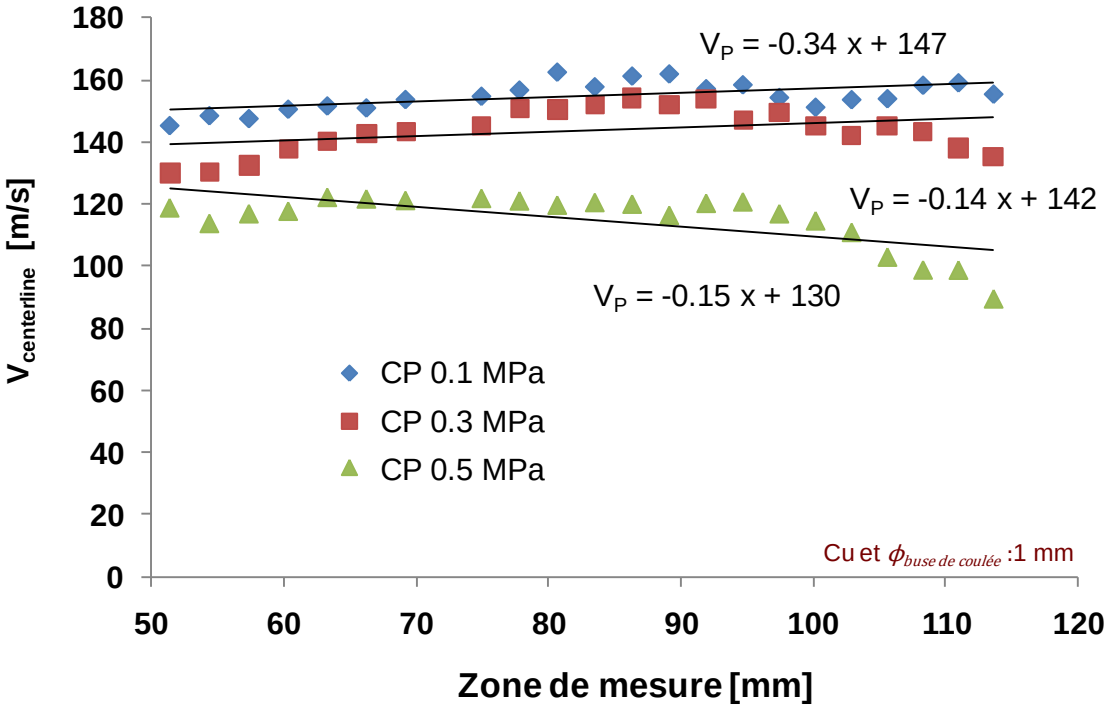


Figure IV.11 : Evolution de l'amplitude de vitesse des particules le long de l'axe principal à différentes contre-pressions dans la chambre d'atomisation (0.1, 0.3 et 0.5 MPa)

(Poudre de cuivre atomisée à 1.0 MPa – Buse de coulée de diamètre 1.5 mm)

L'augmentation de la contre-pression dans la chambre d'atomisation joue le rôle de frein sur la vitesse de l'écoulement gazeux. Plus en augmente la pression à l'intérieur de la chambre d'atomisation (contre pression), plus le phénomène de réduction de vitesse de particule est significatif. La moyenne de vitesses est diminuée de plus de 15% (en passant de 0.1 MPa à 0.5 MPa, à l'intérieur de la chambre d'atomisation).

II 4. Influence du diamètre de la buse de coulée sur les vitesses moyennes des particules

Le Tableau IV.3 récapitule les résultats obtenus par mesures PIV pour l'évaluation de l'effet du diamètre de la buse de coulée sur la moyenne des vitesses des particules. Deux matériaux ont été atomisés, le cuivre et l'aluminium. Deux diamètres de buse de coulée ont été choisis : 1.0 et 1.5 mm. La pression d'atomisation a aussi été

modifiée à 0.5, 1.0 et 1.5 MPa. La vitesse donnée dans le tableau IV.3 correspond à la moyenne des vitesses des particules.

Tableau IV.3 : Résultats obtenus par mesures PIV à différentes pressions, différents diamètres de buse de coulée pour l'aluminium et le cuivre :

atomisation		**Vitesse de particule (m/s)**		
		Cuivre (0.5 MPa)	**Cuivre (1.0 MPa)**	**Cuivre (1.5 MPa)**
Taille moyenne de la poudre d_{50} (µm)	**1.0 mm**	37 ± 5	23 ± 5	17 ± 5
	1.5 mm	46 ± 5	29 ± 5	19 ± 5

Matériaux	**Cuivre**		**Aluminium**	
	Diamètre de Buse de coulée		**Diamètre de Buse de coulée**	
Pression d'atomisation (MPa)	1 mm	1.5 mm	1 mm	1.5 mm
0.5	102 ± 20	88 ± 4	180 ± 11	172 ± 12
1	202 ± 32	119 ± 9	-	206 ± 15
1.5	268 ± 42	155 ± 25	-	-

En parallèle, une étude des distributions granulométriques des particules produites montre l'effet du diamètre de la buse de coulée sur la taille des particules. Les mesures des distributions en taille sont données dans le Tableau IV.3. Augmenter le ratio G/M tend à resserrer la distribution granulométrique, et permet de produire des poudres plus fines avec un écart type plus faible. Les moyennes des vitesses et les diamètres moyens correspondants pour chaque essai d'atomisation de Cu sont illustrés sur la Figure IV.12.

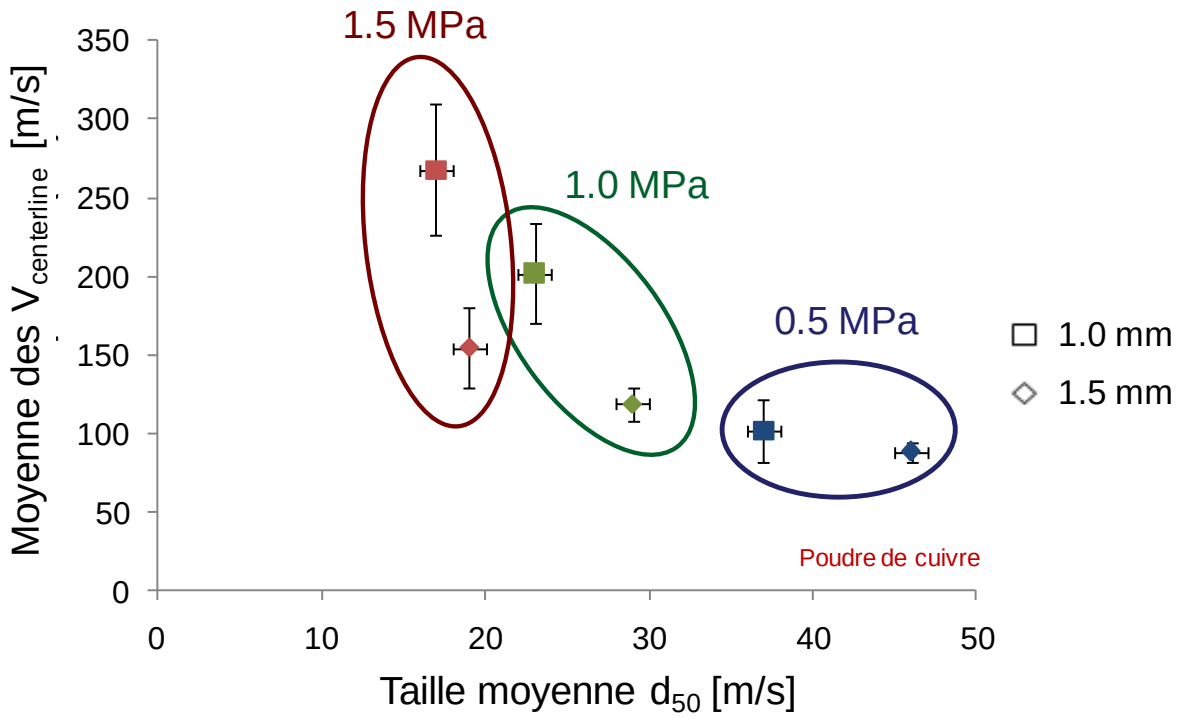


Figure IV.12 : Moyenne des vitesses $V_{centerline}$ et les diamètres moyens des particules en fonction pour trois pressions d'atomisation

(Cas de la poudre de cuivre ; Pression d'atomisation 0.5 - 1.0 et 1.5 MPa ; Buse de coulée de diamètre 1.0 et 1.5 mm)

Conclusion

Cette étude sur la vitesse de particules en vol par mesures PIV appliquée au cas du procédé d'atomisation Nanoval® a permis de faire le lien entre la moyenne des vitesses maximales de particules et les paramètres opératoires. Les principaux résultats sont :

- La faisabilité des mesures PIV à l'intérieur la chambre d'atomisation avec le nouveau système optique et l'obtention de résultats à une distance comprise entre 50 et 110 mm sous le nez de la buse De Laval ;

- La moyenne des vitesses des particules suit la montée en pression du gaz d'atomisation. La vitesse des particules varie en fonction de la phase de pressurisation dans l'autoclave de 98 m/s pendant la phase transitoire jusqu'à atteindre 169 m/s pendant la phase stabilisée (cas de la poudre de cuivre, atomisée à une pression de 1.0 MPa, et en utilisant une buse de coulée de diamètre 1 mm) ;

- L'augmentation de la pression d'atomisation (pression dans l'autoclave) (augmentation du rapport G/M, à diamètre de buse de coulée constant) s'accompagne par une augmentation de la vitesse de l'écoulement gazeux, entraînant une augmentation de la vitesse des particules dans la chambre d'atomisation quel que soit le matériau utilisé ;

- A une pression d'atomisation donnée, l'augmentation de la pression à l'intérieur de la chambre d'atomisation (contre pression) permet la réduction de la vitesse des particules (de 154 m/s à pression atmosphérique jusqu'à 120 m/s à 0.3 MPa en pression dans la chambre d'atomisation), provoquant ainsi une augmentation de la taille des particules produites ;

- La nature du matériau atomisé influe également sur la vitesse des particules dans la chambre d'atomisation. En effet, la vitesse des particules varie de 119 ± 10 m/s pour le cuivre (ρ = 8.96 g.cm^{-3}) à 206 ± 15 m/s pour l'aluminium (ρ = 2.7 g.cm^{-3}) atomisées aux mêmes conditions opératoires. Plus les matériaux atomisés possèdent une masse volumique faible, plus les particules produites suivent fidèlement la dynamique du jet de gaz à taille identique. En revanche, les particules produites de matériaux à forte masse volumique rencontrent deux phases. Pendant la première, les particules peinent à accélérer au démarrage avec le jet de gaz. Pendant la deuxième, une fois les particules accélérées, leur inertie leur permet de garder une vitesse dans la chambre d'atomisation importante même après la chute de la vitesse du jet de gaz ;

- La diminution du diamètre de la buse de coulée se traduit par une augmentation du ratio G/M, entraînant une augmentation des forces de cisaillement s'exerçant sur le filament de métal liquide. Ceci provoque une élévation de la vitesse de particules dans la zone de mesure, quels que soient les matériaux atomisés.

Partie II : Résultats sur les analyses d'écrasement de particules

L'objectif de ce chapitre est de déterminer, d'un point de vue expérimental, l'effet des paramètres opératoires sur les caractéristiques des particules à l'impact sur une surface. Le but de cette étude vise à diversifier les informations recueillies sur les particules au cours de l'atomisation de manière à faire le lien avec les données plus en amont correspondant aux vitesses de particules ainsi qu'avec des données plus en aval correspondant à l'analyse des particules solidifiées.

La première difficulté de l'implantation du système de collecte des écrasements (détaillé au chapitre II) provenait de la nécessité de récolter des impacts issus de particules encore fondues. Il a donc fallu ajuster la position du système de collecte en hauteur dans la chambre d'atomisation, afin de recueillir des écrasements analysables (pas trop nombreux et encore liquides). Le système a été installé à 500 mm en dessous de la sortie de la buse De Laval. En accord avec les grandeurs définies dans le chapitre II, les analyses de morphologie, du diamètre équivalent et d'épaisseur des écrasements ont été déterminées pour différentes conditions opératoires.

Plusieurs matériaux ont été testés, à savoir Cu, Al et CoCr. Les paramètres opératoires, pression d'atomisation et diamètre de buse de coulée ont été modifiés pour un diamètre de la buse De Laval constant de 4 mm et sans contre-pression. Il faut noter que, quels que soient les paramètres opératoires d'atomisation, les analyses des écrasements correspondent à ceux obtenus sur la lame centrale dont l'extrémité coïncide avec l'axe du jet d'atomisation.

I) Morphologie des écrasements

La Figure IV.13 présente deux micrographies d'écrasements de cuivre sur un substrat en acier poli miroir (316L) et sur une lamelle de verre. Comme on peut l'observer, une différence très nette de morphologie d'écrasement existe selon la nature du substrat. Les écrasements sur substrat métallique présentent la forme quasi parfaite d'un disque sans éclaboussure, les écrasements sur lamelle de verre possèdent une morphologie beaucoup moins circulaire et des éclaboussures aussi très faibles mais présentes.

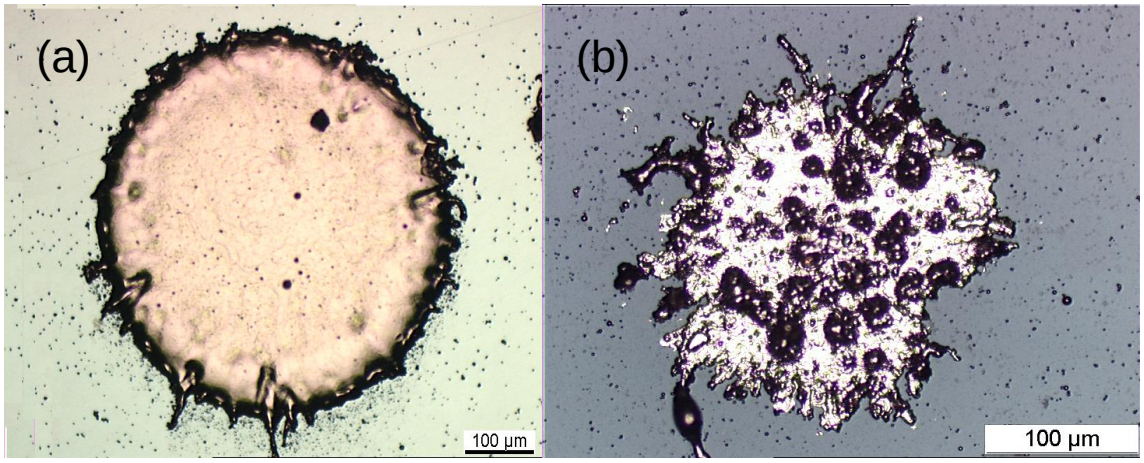


Figure IV.13 : Micrographies d'écrasements de cuivre sur substrat poli miroir (inox 316L) (a) et sur lamelle de verre (b)

(Pression d'atomisation 1.0 MPa – Buse de coulée de diamètre 0.5 mm)

Kudinov **et al.** ont expliqué la formation d'écrasements sous forme de disque sur de l'acier inoxydable par deux facteurs qui sont que les gouttelettes sont totalement en fusion et que leur vitesse à l'impact est faible. La dynamique des gouttelettes en vol a été vérifiée en mesurant leurs vitesses à la distance de l'impact par PIV. En liaison avec les résultats présentés dans le paragraphe précédent, il a été montré que la vitesse moyenne des gouttelettes ne dépassait pas 70m/s à cette position de mesure (Partie I - II.3).

I 1. Évolution des caractéristiques des écrasements en fonction de la durée d'atomisation

Sur la Figure IV.14, sont représentés les trois instants pour lesquels des écrasements ont été collectés :

- T_1 dans la phase transitoire de montée en pression,
- T_2 de début de la phase stabilisée,
- T_3 sur le palier de pression de la phase stabilisée.

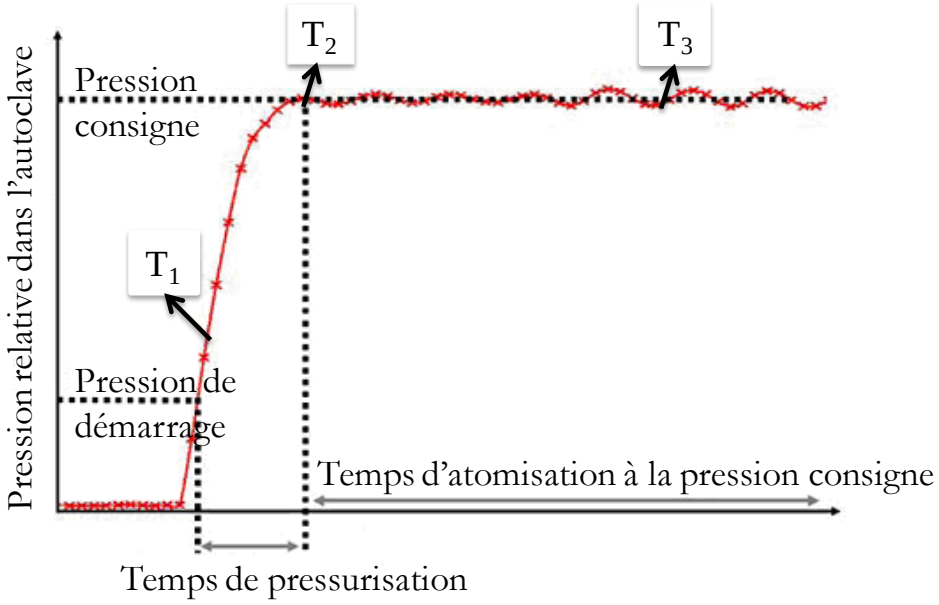


Figure IV.14 : Positionnement des trois instants pour la collecte des écrasements

La Figure IV.15 présente l'évolution des diamètres équivalents moyens des écrasements de cuivre, collectés aux différents instants d'atomisation (T_1, T_2 et T_3). Ces écrasements ont tous été projetés sur des substrats en acier inox polis miroir. Les écrasements se présentent sous forme de disques sans éclaboussure, quel que soit l'instant choisi. Le diamètre équivalent moyen est de 257 ± 88 µm à l'instant T_1, de 205 ± 48 µm à l'instant T_2 et de 169 ± 42 µm à l'instant T_3. On observe donc une diminution du diamètre équivalent moyen en fonction de la durée d'atomisation liée aussi à la montée en pression. Ces résultats sur les écrasements ont été corrélés aux analyses de la poudre produite. Trois analyses de granulométrie ont été effectuées par granulomètre laser Malvern (Mastersizer 2000 Analyzer®, Malvern Instrument Microscopy) pour chacun des instants T_1, T_2 et T_3. On observe corrélativement à la diminution du diamètre équivalent une diminution de la taille des particules (diamètres moyens de 98 µm à T_1 ; 68.3 µm à T_2 et 62.3 µm à T_3).

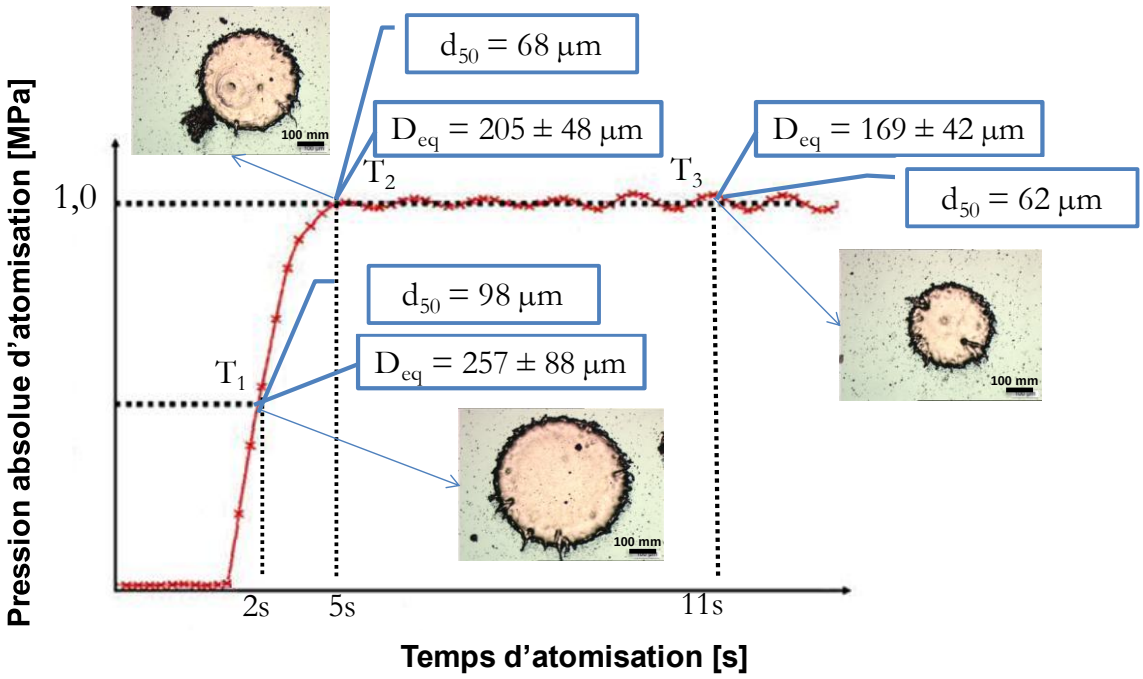


Figure IV.15 : Evolution du diamètre équivalent des écrasements et du diamètre moyen de la poudre pour différents instants au cours de l'atomisation

(Pression d'atomisation 1.0 MPa – Buse de coulée de diamètre 2 mm)

Différents phénomènes peuvent permettre d'expliquer cette diminution du diamètre au cours de l'atomisation. D'une part, au départ de la levée du barreau bouchon, la pression dans l'autoclave augmente pour atteindre la pression de consigne ; le cisaillement du monofil de métal liquide à la sortie de la buse de coulée est moins efficace du fait de la faible pression d'atomisation, et conduit alors à des tailles de particules plus importantes. D'autre part, sur la partie de la courbe correspondant à la phase stabilisée, la quantité de métal à atomiser diminue au cours du temps pour une même énergie de gaz disponible ; l'atomisation est donc de plus en plus efficace au fur et à mesure du temps d'atomisation, et la poudre devient par conséquent de plus en plus fine **[Allimant 09]**. Autrement dit, plus le rapport G/M augmente relié à la durée d'atomisation, plus la taille de poudre produite est plus petite.

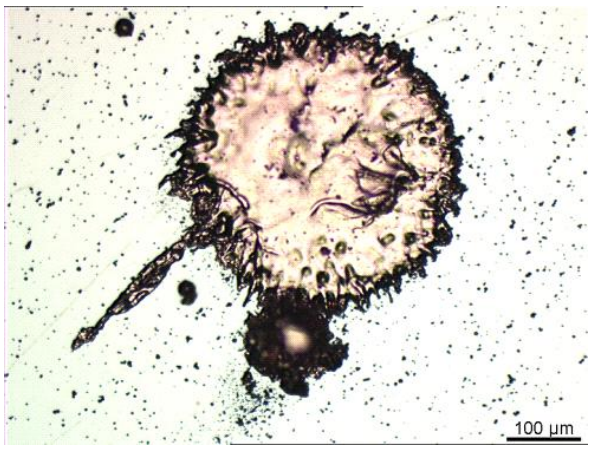
I 2. Évolution des caractéristiques des écrasements en fonction des pressions d'atomisation

La morphologie et les caractéristiques des écrasements de particules de cuivre sur substrats en acier inoxydables polis miroir ont été étudiées à trois pressions d'atomisation de gaz (0.5 MPa, 1.0 MPa et 1.5 MPa). La Figure IV.16 correspond aux

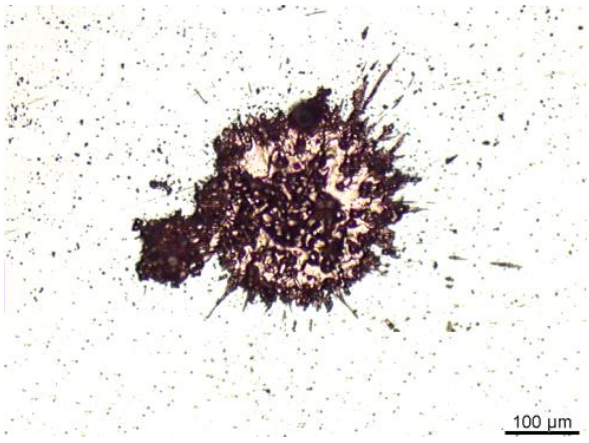
morphologies des écrasements obtenus. Le diamètre de la buse de coulée est de 2 mm. L'instant choisi pour la collecte des impacts se situe entre les instants T_2 et T_3 sur la phase stabilisée.



$P_{atomisation}$ = 0.5 MPa
$D_{éq}$ = 257 ± 88 µm
d_{50} = 98 µm



$P_{atomisation}$ = 1.0 MPa
$D_{éq}$ = 169 ± 42 µm
d_{50} = 63 µm



$P_{atomisation}$ = 1.5 MPa
$D_{éq}$ = 94 ± 17 µm
d_{50} = 34 µm

Figure IV.16 : Morphologies d'écrasements projetés sur les substrats en inox polis miroir pour trois pressions de gaz d'atomisation (0.5 MPa, 1.0 MPa et 1.5 MPa), (Poudre de cuivre)

On observe une morphologie similaire sous forme de disque pour deux des pressions d'atomisation 0.5 MPa et 1.0 MPa. En revanche, la morphologie des écrasements obtenus à 1.5 MPa présente un faciès différent. Cette morphologie peut être expliquée par la pollution des grosses gouttelettes écrasées en cours de solidification par les fines particules déjà produites.

L'analyse statistique des diamètres équivalents et des diamètres de poudre correspondants montre que le diamètre équivalent de 257 ± 88 µm à 0.5 MPa, passe à 169 ± 42 µm à 1.0 MPa, puis à 94 ± 16 µm à 1.5 MPa. En parallèle, le diamètre moyen des poudres varie de 98 ± 5 µm à 0.5 MPa, jusqu'à 34 ± 5 µm à 1.5 MPa. L'augmentation de la pression absolue dans l'autoclave s'accompagne d'une diminution du diamètre des écrasements et corrélativement de celui de la poudre produite. Cette évolution peut être attribuée à l'augmentation de la vitesse du gaz d'atomisation, ce qui conduit à une meilleure efficacité d'atomisation, et par conséquent à la réduction du diamètre des gouttelettes produites. En effet, le monofilament de métal liquide se resserre de plus en plus en raison des forces de cisaillement.

La Figure IV.17 présente l'évolution du diamètre équivalent des écrasements en fonction de leur taux d'éclaboussures. On remarque que le taux d'éclaboussure reste très faible de l'ordre de 1.5 à 2 et semble insensible à la modification de la pression d'atomisation. En revanche, il apparaît sur cette figure que la dispersion des diamètres équivalents devient de plus en plus faible lorsque la pression d'atomisation augmente. Les écarts types calculés confirment cette observation : ils varient de 88 µm pour une pression de 0.5 MPa jusqu'à 17 µm pour une pression de 1.5 MPa. Ce comportement est directement lié à la stabilité du procédé d'atomisation. En effet, la pression du gaz d'atomisation dans l'autoclave est contrôlée par un système P.I.D. (Proportionnel Intégrale Dérivé) ce qui induit une oscillation de la valeur de pression autour de la valeur consigne. Et plus la pression est élevée, plus la régulation de la pression d'atomisation est rapide.

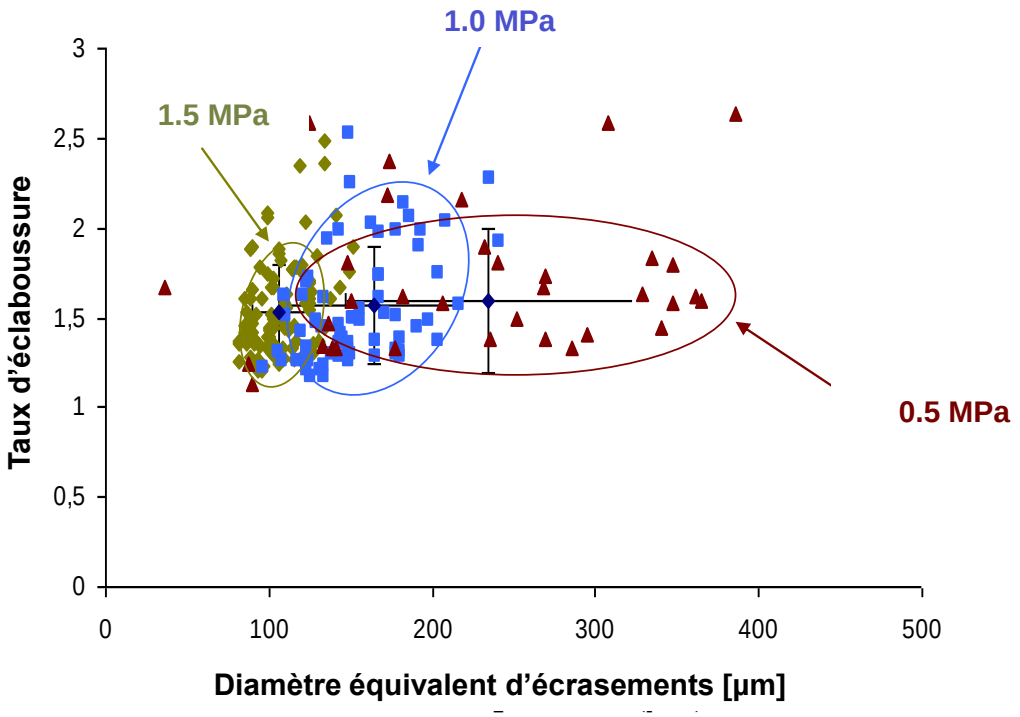


Figure IV.17 : Distribution des diamètres d'écrasement projetés sur les substrats en acier inoxydable en fonction des pressions de gaz d'atomisation et du taux d'éclaboussure

(Trois pressions d'atomisation 0.5, 1.0 et 1.5 MPa – Buse de coulée de diamètre 2 mm)

I 3. Estimation de la taille des particules de cuivre à partir des analyses sur les facteurs d'écrasement

Outre l'estimation du diamètre équivalent moyen et du taux d'éclaboussure, un troisième facteur lié à l'écrasement de particule a pu être déterminé à partir de l'observation des impacts. Il s'agit de la mesure de l'épaisseur de la particule écrasée par profilomètre 3D. Dans cette partie, les conditions opératoires sont celles du paragraphe précédent (III.2). La Figure IV.18 présente une micrographie et le profil typique d'un écrasement de particule de cuivre sur substrat en acier inoxydable. Ainsi, en utilisant l'équation (II.3, Chapitre II), il est possible d'estimer le diamètre moyen des particules de poudre et de comparer cette valeur estimée à partir des facteurs d'écrasements (diamètre équivalent et épaisseur) avec celle obtenue a posteriori par analyse granulométrique.

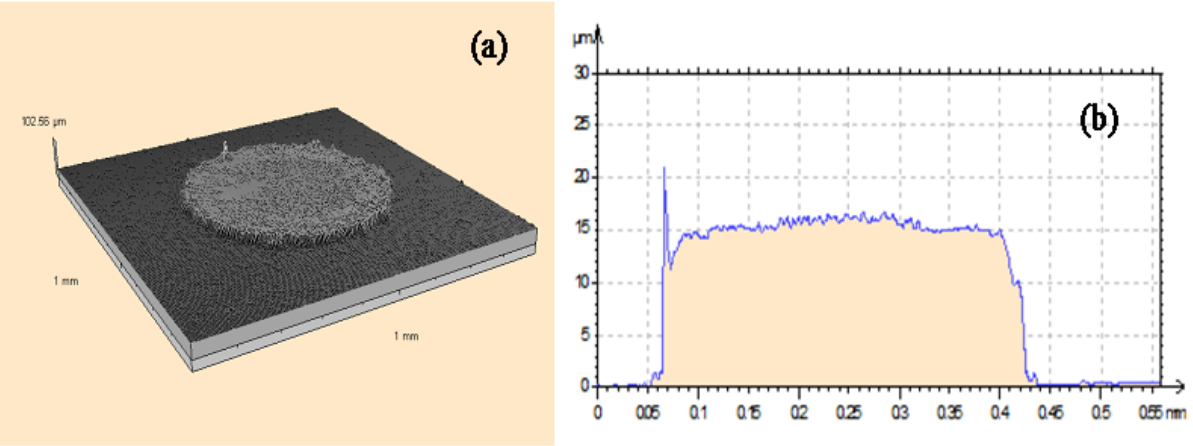


Figure IV.18 : Micrographie (a) et profil typique d'écrasement d'une particule de cuivre sur un substrat en acier inoxydable 316L

(Pression d'atomisation 0.5 MPa – Buse de coulée de diamètre 2 mm)

Comme annoncé précédemment, le diamètre équivalent moyen est de 257 ± 88 µm pour une pression absolue de 0.5 MPa, de 169 ± 42 µm pour 1.0 MPa et de 94 ± 17 µm pour 1.5 MPa. Les valeurs d'épaisseur moyenne correspondantes sont de 14.0 ± 3.4 µm, 9.0 ± 1.9 µm et 4.0 ± 1.3 µm. Le calcul du diamètre moyen des particules donne alors des valeurs de 111 ± 27 µm pour 0.5 MPa, 72 ± 12 µm pour 1.0 MPa, et 37 ± 7 µm pour 1.5 MPa. Le Tableau IV.4 ci-dessous donne le comparatif entre les valeurs moyennes des diamètres de poudre estimées à partir des analyses des écrasements et celles mesurées directement par granulomètre laser.

Tableau IV.4 : Comparatif des résultats obtenus sur les diamètres moyens estimés à partir des analyses d'écrasement avec les diamètres moyens obtenus par analyses granulométriques

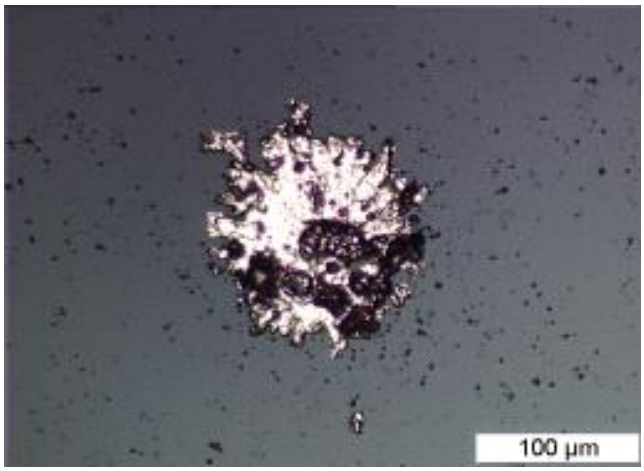
Pression d'atomisation	Estimation du diamètre moyen par analyse d'écrasement (µm)	Diamètre moyen des particules par analyse granulométrique (µm)
0.5 MPa	111 ± 27	98 ± 5
1.0 MPa	72 ± 12	62 ± 5
1.5 MPa	37 ± 07	34 ± 5

Une différence de 15% apparaît entre les valeurs calculées et les résultats mesurés, ce qui reste acceptable et permet de justifier l'utilisation de ces résultats par la suite. Ainsi, les résultats donnés seront issus des analyses des écrasements pour la partie

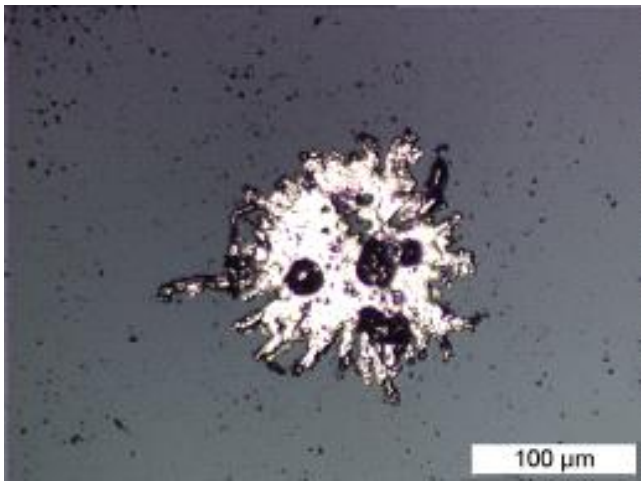
diamètre équivalent et des analyses granulométriques pour le diamètre des particules de poudre.

I 4. Évolution des diamètres des écrasements en fonction du diamètre de la buse de coulée :

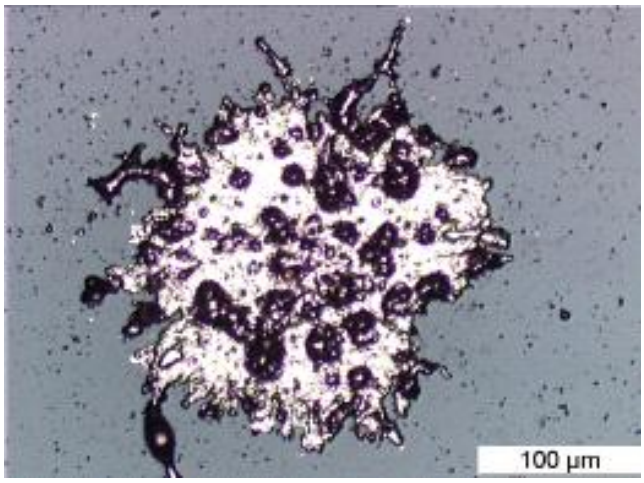
La Figure IV.19 présente les micrographies d'écrasements de particules de cuivre sur un substrat en verre. Trois diamètres de buse de coulée ont été choisis pour cette étude (1.5 mm, 1.8 mm et 2 mm). Lors de ces expériences, la pression absolue du gaz d'atomisation a été maintenue constante à 1.0 MPa. La collecte des écrasements sur lames de verre a été réalisée durant la phase stabilisée du procédé d'atomisation. Quelques écrasements observés possèdent une partie centrale poreuse. D'autres écrasements sont circulaires, avec une zone centrale plus dense et de fines particules solides piégées dans les gouttelettes avant impact. Ceci peut être expliqué par la remontée de fines particules vers la buse De Laval qui entrent en collision avec les gouttelettes plus grosses. Cette pollution de la poudre produite par les fines particules déjà solidifiées conduit à la présence de satellites sur les grosses particules. La présence de satellites a aussi été observée au MEB sur les particules de Fe 38% wt-Al.



Ø = 1.5 mm
$D_{éq}$ = 110 ± 17 µm
d_{50} = 26 µm



Ø = 1.8 mm
$D_{éq}$ = 154 ± 32 µm
d_{50} = 32 µm



Ø = 2.0 mm
$D_{éq}$ = 205 ± 47 µm
d_{50} = 62 µm

Figure IV.19 : Micrographies des écrasements de particules de cuivre projetées sur les lamelles en verre en fonction du diamètre de la buse de coulée : 1.5 mm, 1.8 mm et 2.0 mm (Pression d'atomisation 1.0 MPa)

La Figure IV.20 représente l'évolution de ces diamètres équivalents moyens en fonction du diamètre de la buse de coulée.

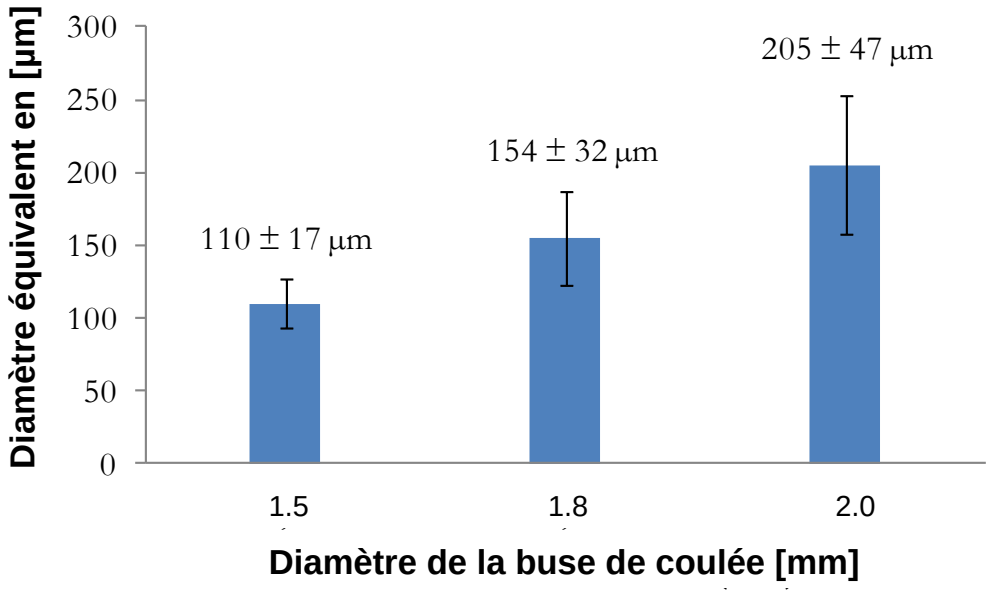


Figure IV.20 : Evolution du diamètre équivalent des écrasements en fonction du diamètre de la buse de coulée

(Pression d'atomisation 1.0 MPa – Diamètres de buse de coulée 1.5, 1.8 et 2 mm)

Le diamètre équivalent moyen des écrasements de particule de cuivre varie de 205 ± 45µm à 110 ± 19 µm pour des diamètres de buse de coulée variant de 1.5mm à 2 mm. La diminution du diamètre de la buse de coulée conduit au changement du diamètre du monofil de métal liquide à la sortie de la buse de coulée. En effet, à pression de gaz identique (c'est-à-dire à force de cisaillement identique), plus le diamètre de la buse de coulée est petit, plus le diamètre initial du monofilament de métal liquide est petit. Ainsi, l'effet des forces de cisaillement est plus efficace et permet de réduire le diamètre des gouttelettes produites. On obtient ainsi des diamètres de particules écrasées plus petits. En d'autres termes, plus le débit de matière est petit, plus le ratio G/M à pression de gaz identique est élevé entraînant une production de poudre plus fine. Ceci s'accorde avec les résultats de [Li 04].

Ce résultat sur les diamètres d'écrasements a été corrélé aux analyses granulométriques de la poudre produite après chaque expérience. On observe une diminution du diamètre moyen (d_{50}) de la poudre produite, allant de 26 µm pour un faible diamètre de buse de coulée 1.5 mm à 63 µm pour le diamètre de la buse de coulée le plus grand 2 mm. Ce résultat sur les tailles des particules produites est en accord avec les observations réalisées sur les écrasements.

I 5. Évolution du diamètre des écrasements en fonction de la nature du matériau à atomiser

Dans cette partie, une étude sur l'évolution du diamètre équivalent des écrasements en fonction de la nature des matériaux atomisés (Cu, Al et CoCr) a été réalisée. Deux pressions de gaz d'atomisation ont été choisies (0.5 MPa et 1.0 MPa) et les impacts ont été obtenus sur substrats en acier inoxydable polis miroir. Le diamètre de la buse de coulée était de 1.5 mm. La collecte des écrasements a été réalisée dans la phase stabilisée à un instant situé entre T_2 et T_3. La Figure IV.21 présente l'évolution des diamètres équivalents pour les différents matériaux et les différentes pressions d'atomisation.

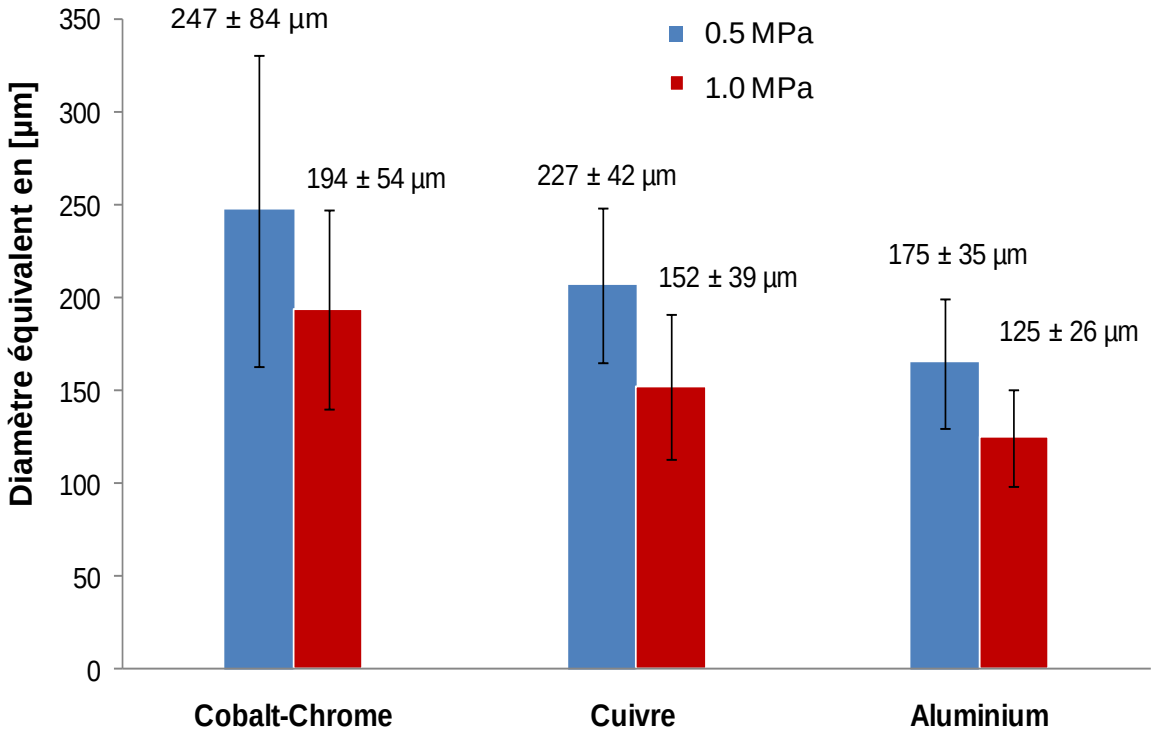


Figure IV.21 : Evolution du diamètre équivalent des écrasements de différents matériaux sur substrat en acier inoxydable 316L

(Pression d'atomisation 0.5 et 1.0 MPa – Buse de coulée de diamètre 1.5 mm)

Les principales propriétés physiques de ces trois matériaux sont données dans le Tableau IV.5.

Tableau IV.5 : Propriétés physiques des matériaux (Al, Cu et CoCr)

Elément	Masse volumique (g/cm^3)	Température de fusion θ_f (°C)	Domaine exploré en température (°C)	Viscosité η à diverses températures θ	
				θ (°C)	η (en 10^{-3} Pa.s)
Al	2.7	660	670-1000	θ_f	1.235
				700	1.15
				800	0.98
				900	0.86
				1000	0.77
Cu	8.96	1084.5	-	θ_f	3.05
				1100	2.99
				1200	2.70
CoCr	8.3	1545	1286 - 1384	-	-

Les diamètres équivalents moyens des écrasements pour les différents matériaux obtenus sont :

- 165 ± 35 µm à 0.5 MPa et 125 ± 26 µm à 1.0 MPa pour l'Al ;
- 227 ± 42 µm à 0.5 MPa et 194 ± 54 µm à 1.0 MPa pour le Cu ;
- 247 ± 84 à 0.5 MPa et 194 ± 54 µm à 1.0 MPa pour le CoCr.

Cette série de mesures permet de mettre en évidence l'effet de la pression d'atomisation sur les diamètres équivalents moyens des écrasements pour les trois matériaux. En effet, quel que soit le matériau écrasé, le diamètre équivalent moyen des impacts diminue avec l'augmentation de la pression d'atomisation, ce qui est en accord avec les évolutions présentées au paragraphe précédent. D'autre part, les écrasements des gouttelettes sont tributaires de plusieurs paramètres liés à la fois à la vitesse d'impact des gouttelettes, à leur viscosité et à la température de fusion des matériaux en particulier. La valeur la plus élevée du diamètre équivalent moyen correspond à celle de l'alliage de CoCr, vient ensuite celui du Cu, et enfin celui de l'Al. Plusieurs hypothèses peuvent expliquer ce comportement à l'écrasement. La première hypothèse proviendrait de la différence de température entre la température

de fusion du bain métallique et celle du gaz argon. La deuxième hypothèse serait liée à la différence de viscosité de ces matériaux. En effet, plus la température de fusion est élevée, plus la viscosité est faible. On peut alors penser que les gouttelettes du CoCr arrivent quasiment en phase liquide au moment d'impact, associées à une température de fusion plus élevée (1845 °C (1545 °C température de fusion + 300 °C de température de surchauffe), ce qui rend la viscosité encore plus faible. Enfin, la différence de masse volumique de cet alliage est aussi plus importante et doit conduire à des vitesses proportionnellement plus fortes. Les mesures PIV ont montré que la vitesse des gouttelettes le long de l'axe principal d'atomisation avant impact du CoCr (69.5 ± 10.2 m/s) était supérieure à celle du cuivre (56.7 ± 8.2 m/s) et beaucoup plus importante de celle de l'aluminium (28.4 ± 5.8 m/s).

Conclusion

Ce travail sur l'étude des écrasements et des facteurs d'impact nous a permis de mettre en évidence que :

- L'impact de gouttelettes sur des substrats en acier inoxydable produit des écrasements homogènes en forme de disque et quasiment exempts d'éclaboussure.
- L'impact sur lamelle de verre se présente sous forme d'écrasement de géométrie circulaire sans éclaboussure avec une présence de particules intégré dans l'écrasement.
- Le diamètre équivalent des écrasements varie de façon significative entre la phase transitoire et la phase stabilisée (257 ± 88 µm sur la phase transitoire contre 169 ± 42 µm pour la phase stabilisée) (poudre de cuivre atomisée à une pression égale à 1.0 MPa).
- Les paramètres opératoires, à savoir la pression du gaz d'atomisation et le diamètre de la buse de coulée, influent sur les diamètres d'écrasement :

  Plus la pression d'atomisation est élevée, plus le diamètre d'écrasement est petit, et il varie de 257 ± 88 µm à 0.5 MPa jusqu'à 94 ± 17 µm à 1.5 MPa pour des particules de cuivre. La diminution du diamètre de la buse de coulée à pression de gaz identique conduit à augmenter le ratio G/M et donc les forces de cisaillement. En conséquence, le diamètre des écrasements diminue comme celui des gouttelettes produites ;

- L'évolution des diamètres équivalents moyens en fonction des paramètres opératoires se retrouve au niveau des évolutions des tailles de particules mesurées a posteriori par granulomètre laser ;

- La viscosité joue un rôle important sur l'écrasement des gouttelettes atomisées : plus la viscosité est élevée, plus les écrasements ont des diamètres équivalents petits. Les résultats des calculs sont en accord avec les résultats expérimentaux et peuvent donc être utilisés à des fins prédictives.

Partie III : Résultats d'analyse de poudre

Cette dernière partie de l'étude expérimentale concerne la caractérisation *a posteriori* des poudres produites par atomisation. Des analyses de distribution granulométrique, de composition et enfin de morphologie sont exposées pour l'alliage métallique FeAl. L'effet des paramètres opératoires sur les propriétés des particules est aussi présenté.

II) Choix de l'alliage FeAl

Le choix de ce matériau est double: d'une part, c'est un intermétallique souvent produit par méthode mécanique (broyage) **[Grosdidier 05]**, et d'autre part, les alliages du type FeAl possèdent une excellente résistance en environnement oxydant, sulfurant ou carburant jusqu'à 1000°C, et une bonne résistance à l'érosion. Ces propriétés associées à une densité relativement faible (< 6) et au coût réduit des matériaux de base permettent la création d'alliages avec un potentiel important pour des applications dans des environnements agressifs, tels que des échangeurs de chaleur ou encore des composants de moteurs ou de turbines **[Lefort 90 ; Vedula 94]**. Toutes ces applications montrent l'intérêt de bien maîtriser la composition de l'alliage pendant la mise en fonte des matières premières. En effet, contrairement à l'alliage stœchiométrique Fe-50%Al qui est fragile **[Sainfort 63 ; Crimp 87 ; Baker 87]**, la réduction de la teneur en aluminium induit la formation d'un alliage moins fragile d'élasticité limitée **[Crimp 86]**. Aussi, les essais d'atomisation ont été réalisés sur un alliage de composition Fe-28 wt.% Al. Le Tableau IV.6 donne quelqu'unes des propriétés physico-chimiques de ces deux matériaux.

Tableau IV.6 : Propriétés des éléments de fer et aluminium

Elément	Fer	Aluminium
N° atomique	26	13
Masse molaire (g/mol)	55.845	26.982
Température de fusion T_f °C	1535	660
Température de vaporisation T_v °C	2467	2750
Masse volumique à 20 °C (kg/cm^3)	2678	7574
Masse volumique à T_f (kg/cm^3)	2390	7035

Avec des températures de fusion différentes, la mise en alliage de ces deux matériaux peut conduire à des modifications de composition du bain métallique liquide. Il est donc nécessaire de prendre en compte le point de fusion de chaque composant, de manière à respecter dans le creuset la charge métallique initiale et obtenir une composition de la poudre finale en adéquation avec le cahier des charges. C'est ce que nous avons voulu vérifier.

III) Protocole expérimental

Trois essais d'atomisation ont été réalisés avec l'alliage Fe-28 wt.% Al. La matière première est constituée de barres de Fe (99.95 at.%) et d'Aluminium (99.95 at.%). Tous ces essais ont été réalisés dans les creusets en alumine. Le diamètre de la buse de coulée est 1.9 mm. La pression relative d'atomisation dans l'autoclave a été maintenue constante à 0.6 MPa. Seule, la contre-pression a été choisie comme paramètre variable (0.1 MPa, 0.2 MPa et 0.3 MPa). Le bain métallique a été maintenu à une température comprise entre 1600 et 1700°C, température contrôlée par pyromètre optique et thermocouples.

Le point de fusion du fer (1535°C) est supérieur à celui de l'aluminium (660°C). Aussi, lorsque les barres d'aluminium commencent à fondre, les barres de fer se retrouvent immergées dans l'aluminium liquide sans que leur propre point de fusion n'ait été atteint. Dans ces conditions, le point de fusion de l'alliage FeAl est inférieur à celui du fer. Malgré tout, pour compenser les pertes en aluminium par évaporation pendant la chauffe du second matériau, le pourcentage massique en aluminium était de 30% au lieu de 28% précisé initialement.

IV) Résultats expérimentaux

IV 1. Analyse de composition de la charge métallique contenue dans le creuset

Après chaque atomisation, on a pu constater qu'une très faible quantité de la charge métallique n'a pas été atomisée et est restée dans le creuset. Une partie de cette charge a été récupérée afin d'étudier sa composition. Après refroidissement du bain métallique liquide, cette charge métallique se présente sous la forme d'un quasi disque sur laquelle deux prélèvements ont été effectués, l'un au centre et l'autre sur

l'extrémité comme schématisé sur la Figure IV.22. Ces échantillons ont ensuite été analysés par technique EDS. La Figure IV.22 présente une vue de coupe de l'échantillon récupéré à la fin de l'atomisation de diamètre 100 mm et d'épaisseur 12 mm.

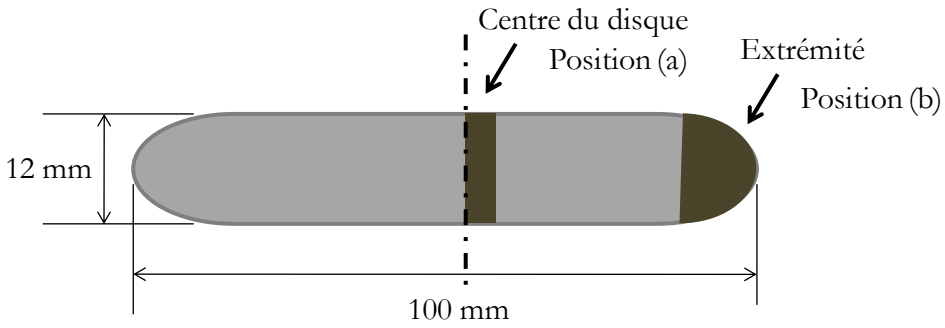


Figure IV.22 : Position des prélèvements de la masse récupérée dans le creuset de l'alliage FeAl

Les résultats des analyses EDS sont présentés Figure IV.23.

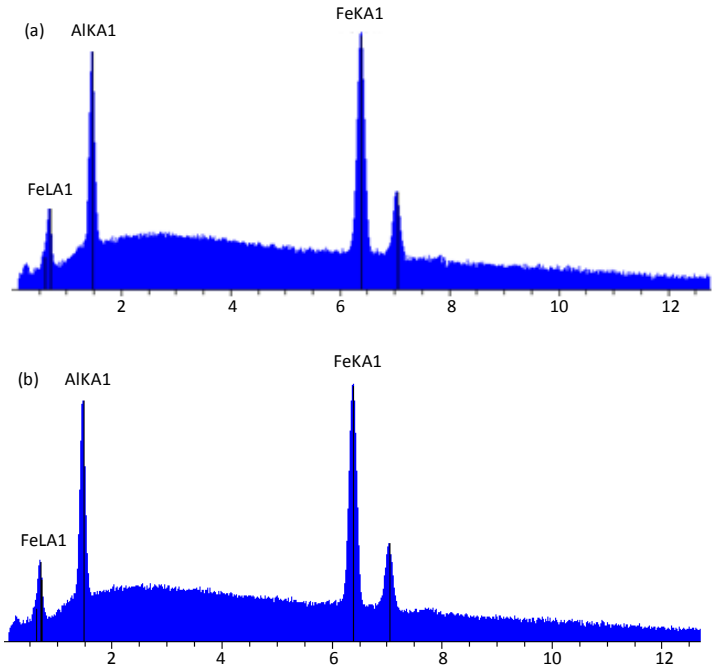


Figure IV.23 : Spectres EDS des échantillons de la masse restante dans le creuset au centre (a) et à la périphérie (b) de l'échantillon

On remarque que le pourcentage massique d'aluminium est pratiquement identique pour les deux prélèvements soit 21.77 % au centre et 21.90 % à la périphérie. Des résultats similaires ont été observés pour le pourcentage massique de fer à savoir

78.23 % pour le centre et 78.10 % pour la périphérie. La charge métallique restante est bien composée des deux matériaux (aluminium et fer) (Tableau IV.7)).

Tableau IV.7 : Récapitulatifs des résultats d'analyses EDS de la charge métallique prélevée dans le creuset ((a) : position du prélèvement au centre du centre de l'échantillon; (b) : position du prélèvement à la périphérie de l'échantillon).

Elément	% massique (position (a))	% atomique (position (a))	% massique (position (b))	% atomique (position (b))
Fe	78.23	63.44	78.10	63.26
Al	21.77	36.56	21.90	36.74

Ces résultats nous permettent de déduire que le mélange dans le bain chauffé par induction est homogène. Ceci est en accord avec des études antérieures **[Allimant 06]** faites sur des charges métalliques obtenues à partir de barres pré-alliées qui ont montré que la composition dans des bains chauffés par induction restait stable pour des matériaux non réactifs.

En revanche, le pourcentage massique de l'aluminium, au départ de 30 wt%, a diminué pour atteindre la valeur de 22 wt%. Cette diminution en pourcentage massique est due à l'évaporation de l'aluminium pendant et après l'étape de chauffe. Cette perte de matière aluminium représente plus de 8 % en pourcentage massique. Aussi, il s'agit lors de la mise en fusion de l'alliage de prendre en compte ce phénomène de manière à obtenir in fine une poudre métallique de la composition désirée.

IV 2. Analyses de la morphologie des particules FeAl

La Figure IV.24 présente les images MEB de la poudre de FeAl atomisée sous une pression d'atomisation 1.0 MPa et une buse de coulée de diamètre 2 mm. On observe sur ces images une morphologie sphérique des particules produites de taille variable. Un zoom de cette première photo permet d'observer la présence de fines particules « satellites », collées aux grosses particules et qui pourraient provenir de collisions entre fines et grosses gouttelettes encore en fusion, ou encore attester des phénomènes de turbulence qui sont visualisables dans la chambre d'atomisation et qui provoqueraient le croisement de fines particules déjà solidifiées avec la trajectoire

de gouttelettes qui viennent d'être atomisées. Ce phénomène a déjà été observé sur les analyses d'écrasements où, de petites particules solidifiées étaient présentes sur les impacts (Figure IV.14 (b) ou Figure IV.20).

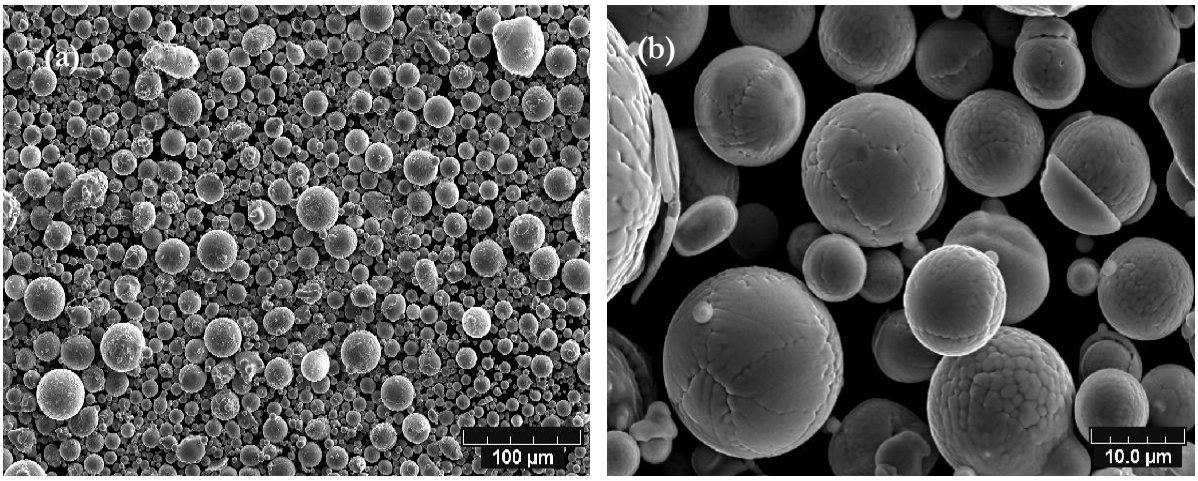


Figure IV.24 : Analyse MEB de la morphologie de la poudre de FeAl

(Pression d'atomisation 1.0 MPa – Buse de coulée de diamètre 2 mm)

IV 3. Analyse de la composition des poudres en fonction de la durée d'atomisation

L'étude de la composition du bain métallique a mis en évidence des pertes en pourcentage massique du matériau dont le point de fusion est le plus bas. Une étude sur l'évolution de la composition et de la morphologie de la poudre en fonction de la durée d'atomisation a été effectuée pour vérifier la stabilité du procédé dans le temps. Ces travaux ont été menés sur la même poudre FeAl que celle définie précédemment. Après atomisation, la poudre a été tamisée et séparée en 5 lots de granulométrie différente à savoir les intervalles [20-40µm], [40-63µm], [63-80µm] et [80-120µm]. Ces tranches granulométriques ont fait l'objet d'analyses MEB, EDS et DRX. Les différentes tranches granulométriques de poudre ont été enrobées avec une résine époxy à durcissement lent. Après 8 h, les particules enrobées forment une couche en se déposant au fond du moule. Ensuite, les lots de poudre enrobée ont pu être analysés par MEB et EDS après polissage.

La Figure IV.25 présente une vue en coupe des différentes tranches granulométriques de la poudre de l'alliage Fe-28 wt% Al.

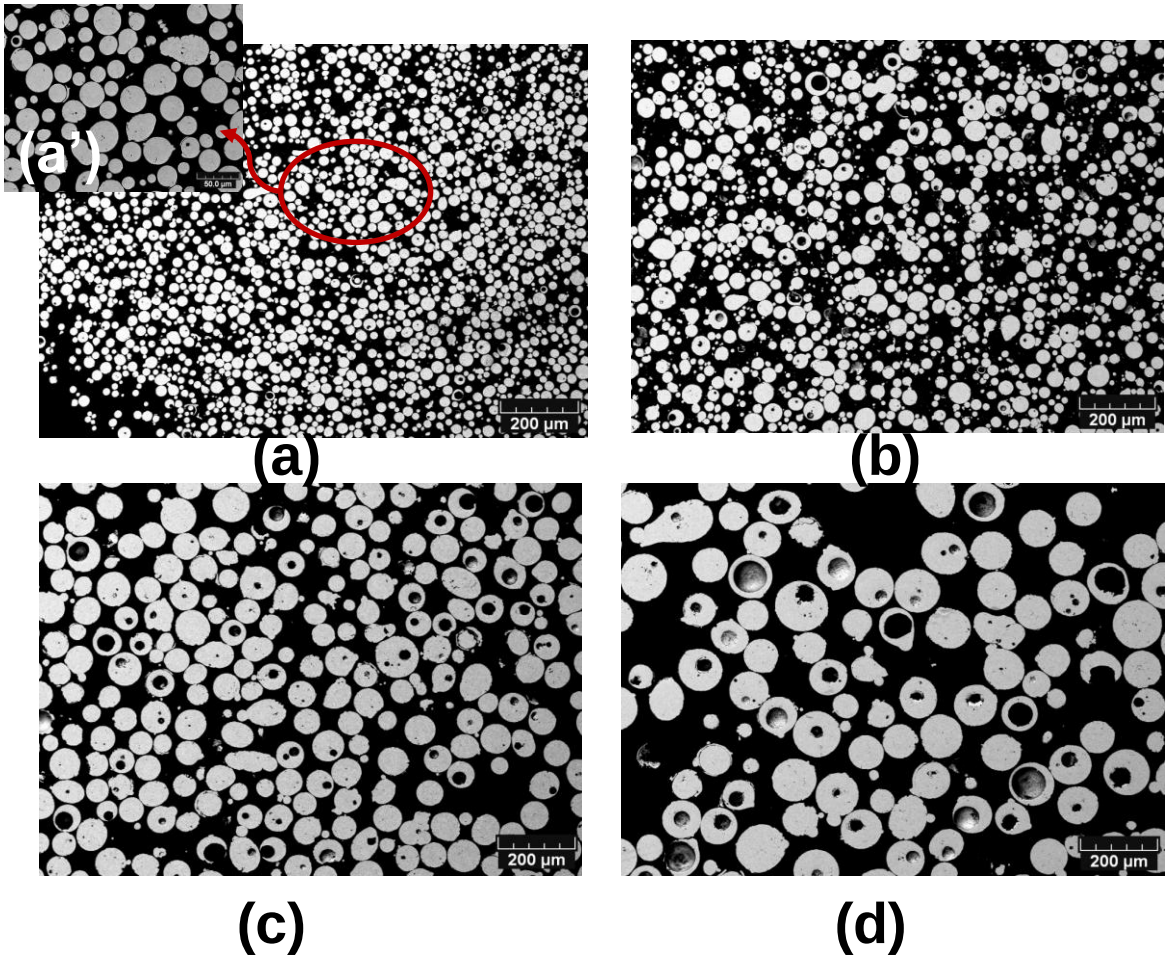


Figure IV.25 : Vue en coupe des différentes tranches granulométriques de la poudre de FeAl (a) [20-40µm], (b) [40-63µm], (c) [63-80µm] et (d) : [80-125µm]

(Pression d'atomisation 1.0 MPa – Buse de coulée de diamètre 2 mm)

Les différents lots ont été analysés par EDS pour connaître leurs compositions chimiques. Le Tableau IV.8 récapitule les différents résultats des analyses EDS. On remarque que la teneur en aluminium est de l'ordre de 28 % massique pour les différentes tranches granulométriques. La faible différence entre la composition de ceux-ci confirme le caractère stable de la composition chimique pour le même lot de la poudre de FeAl, quelle que soit la tranche granulométrique. D'autre part, aucune impureté n'a été détectée dans la composition chimique de la poudre de FeAl.

Tableau IV.8: Récapitulatifs des résultats d'analyse EDS de différentes tranches granulométriques de la poudre de FeAl

Elément (% massique)	Fe (% massique)	Al (% massique)
20-40µm	72.17	27.83
40-63µm	71.67	28.33
63-80µm	71.78	28.22
80-125µm	72.83	27.17

En comparant les deux images (Figure IV.26 (a) et Figure IV.26 (d)), on observe la présence de particules creuses. Dans le cas de la poudre de tranche granulométrique [80 – 120 µm], après analyse, il s'avère que plus de 55 % des particules de cette tranche granulométrique sont creuses, contrairement aux analyses de tranche granulométrique la plus faible (tranche [20-40 µm]) pour laquelle il y a moins de 1% de particules creuses. Ceci, peut être induit par l'évaporation d'une partie de l'aluminium pendant l'atomisation ou par l'augmentation des contraintes de tension de surface.

La Figure IV.26 confirme l'absence de contaminants pour les différentes tranches granulométriques. L'augmentation de l'intensité des pics de FeAl est due à une augmentation du nombre de particules dans chaque lot, la raie moins intense correspondant à une taille de particules comprise entre 80 et 120 µm, et la plus intense correspondant à la poudre la plus fine de granulométrie comprise entre 20 et 40 µm.

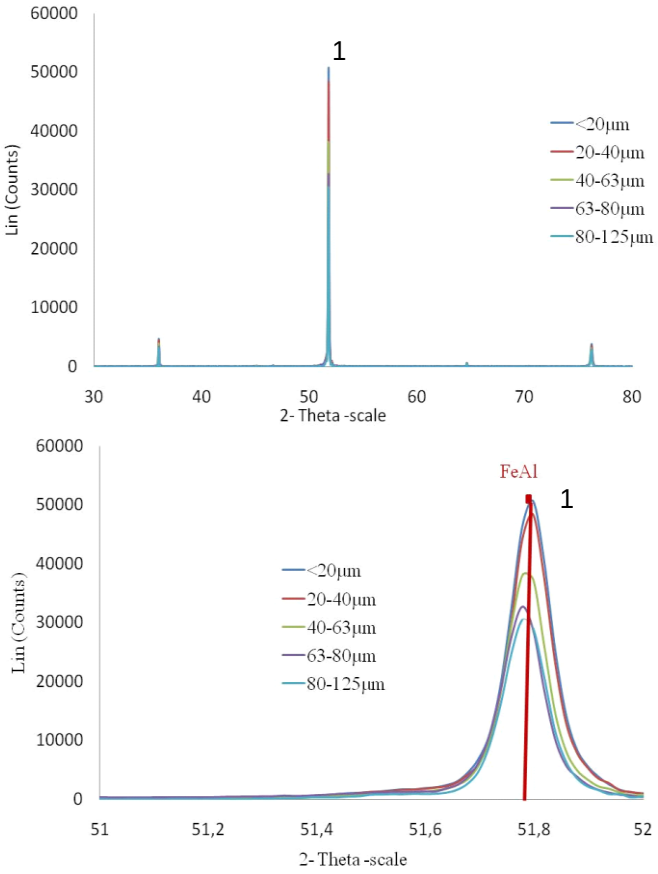


Figure IV.26 : Spectres de diffraction de rayons X des différentes tranches granulométriques de la poudre de FeAl

IV 4. Effet de la contre-pression sur la distribution granulométrique

Le paramètre clé pour cette campagne d'essais est la pression à l'intérieur de la chambre d'atomisation (contre pression). Trois essais ont été réalisés avec succès en faisant varier la pression à l'intérieur de la chambre d'atomisation (0.1, 0.2 et 0.3 MPa), ce qui a permis de produire des lots de poudre avec un rendement d'atomisation supérieur à 97%. La Figure IV.27 présente la distribution granulométrique de la fraction massique cumulée pour différentes valeurs de pression dans la chambre d'atomisation. Ces mesures ont été obtenues par le granulomètre laser Malvern (Mastersizer 2000 Analyzer®, Malvern Instrument Microscopy).

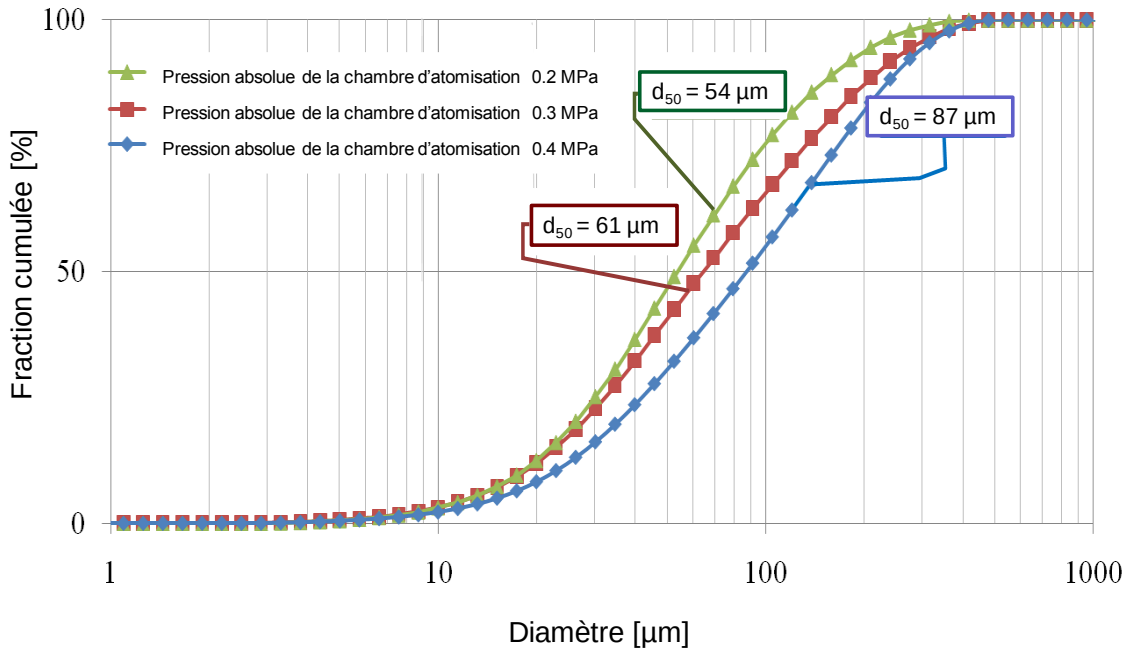


Figure IV.27 : Distributions granulométriques de l'alliage FeAl en fonction de la contre-pression dans la chambre d'atomisation

Les diamètres moyens (d_{50}) obtenus sont de 87 µm pour une contre-pression de 0.1 MPa, 61 µm pour 0.2 MPa et 54 µm pour 0.3 MPa. On constate donc une diminution du diamètre moyen (d_{50}) des poudres avec l'augmentation de la pression dans la chambre d'atomisation. Ceci peut être dû à la diminution de la vitesse du gaz d'atomisation causée par l'augmentation de la pression dans la chambre d'atomisation. Cette contre-pression réduit le ratio G/M, réduisant ainsi l'efficacité de l'atomisation et produisant des particules de taille plus importante à pression d'atomisation identique.

Conclusion

Les analyses effectuées sur la masse d'alliage contenue dans le creuset après atomisation et sur la poudre produite de l'alliage FeAl ont permis de mettre en évidence que :

- La composition chimique d'un alliage non réactif, tel que le Fe_28wt% Al reste stable dans le bain métallique ainsi que dans la poudre produite;
- La prise en compte des températures de fusion est essentielle et conditionne la composition finale des poudres produites ;
- En revanche, la diminution de la teneur en aluminium pendant la phase de chauffe s'explique par une évaporation d'une partie de l'aluminium. Ce résultat

révèle les problèmes liés à la mise en alliage de métaux à forte différence de point de fusion ;

- Des caractéristiques morphologiques différentes existent en fonction de la taille de la poudre produite. Il a été observé qu'au-delà du diamètre moyen de la poudre, l'existence de particules creuses apparaît et l'augmentation de leur nombre est proportionnelle à l'augmentation du diamètre de ces particules.

Conclusion générale

Au cours de ce travail expérimental, différentes approches ont été menées pour obtenir des résultats au cours de l'atomisation. Les évolutions de ces résultats issus de techniques in–situ ont été appréhendées pour différents paramètres opératoires et ont pu être corrélées à de résultats obtenus *a posteriori* sur l'analyse de la poudre. L'ensemble des résultats sur les caractéristiques de poudre a montré que :

Concernant les mesures de vitesse de particules par mesures PIV:

- La faisabilité des mesures PIV à l'intérieur la chambre d'atomisation avec le nouveau système optique et l'obtention de résultats à une distance comprise entre 50 et 110 mm sous le nez de la buse De Laval ;

- La vitesse des particules le long de l'axe principale de l'écoulement varie en fonction de la phase de pressurisation dans l'autoclave. En effet, les valeurs des vitesses des particules varient de 98 m/s pendant la phase transitoire jusqu'à atteindre 169 m/s pendant la phase stabilisée (cas de la poudre de cuivre, à une pression de 1.0 MPa et en utilisant une buse de coulée de diamètre 1 mm) ;

- La nature du matériau atomisé influe également sur la vitesse des particules dans la chambre d'atomisation. Pour une même quantité de mouvement échangée, les particules légères suivent fidèlement le profil de la vitesse de l'écoulement gazeux à l'intérieur de la chambre d'atomisation (cas de l'aluminium). En revanche, les particules lourdes possèdent une vitesse au démarrage de l'atomisation moins importante, mais accélèrent progressivement le long de l'axe principal de l'écoulement dans la chambre d'atomisation. Après la chute de la vitesse du jet de gaz, les particules lourdes continuent d'accélérer dans la chambre d'atomisation.

- La pression d'atomisation, la contre pression et le diamètre de la buse de coulée ont été étudiés pour évaluer leurs effets sur les vitesses maximales des particules produites en utilisant le procédé Nanoval. Les conclusions qui en découlent ont montré que :

    - o L'augmentation de la pression d'atomisation (pression dans l'autoclave) s'accompagne d'une augmentation de la vitesse de l'écoulement gazeux, entraînant une augmentation de la vitesse maximale des particules dans la chambre d'atomisation quel que soit le matériau utilisé exemple ;

    - o A une pression d'atomisation donnée, l'augmentation de la pression à l'intérieur de la chambre d'atomisation (contre pression) permet la réduction de la vitesse du gaz d'atomisation réduisant ainsi le ratio G/M . Cela conduit à une augmentation de la taille des particules produites ;

    - o La diminution du diamètre de la buse de coulée se traduit par une augmentation du ratio G/M, induisant une élévation de la vitesse de particules dans la zone de mesure, quels que soient les matériaux atomisés.

<u>Concernant les analyses d'écrasement de gouttelettes sur un substrat :</u>

- L'augmentation du diamètre de la buse de coulée provoque une augmentation du diamètre équivalent des particules écrasées sur substrat métallique ou sur lame de verre. A l'inverse, l'augmentation de la pression d'atomisation provoque une diminution des diamètres équivalents ;

- La nature des matériaux joue un rôle important sur les caractéristiques d'écrasement. Plus la température du matériau atomisé est élevée plus sa viscosité qui est fonction de la température est élevée et plus la taille des impacts est importante.

<u>Concernant finalement l'analyse des poudres produites :</u>

- L'augmentation de la pression d'atomisation se traduit par une diminution du diamètre de poudre ce qui est en accord avec les résultats de vitesse et de diamètre équivalent ;
- L'augmentation de la contre-pression favorise un refroidissement des gouttelettes produites, réduit la vitesse de l'écoulement gazeux et concourt à diminuer la taille des particules produites ;
- Le diamètre de la buse de coulée joue un double rôle :
    - en diminuant le diamètre du filament de métal liquide ce qui permet une constriction plus rapide et ainsi une meilleure efficacité du processus d'atomisation. De la poudre plus fine est produite ;
    - en affectant le débit massique du métal liquide. Plus le diamètre de la buse de coulée du métal liquide est réduit, plus le ratio G/M augmente et s'accompagne de la formation de particules plus fines.

Conclusion générale

Ce travail de thèse s'inscrit dans la continuité des activités de recherches menées au sein du laboratoire LERMPS sur les poudres métalliques développées pour diverses applications industrielles. Il avait comme objectif principal d'améliorer la compréhension des phénomènes liés au procédé d'atomisation de métal liquide sous jet gazeux. Le procédé Nanoval® employé au laboratoire diffère des autres procédés classiquement utilisés (Free Fall, Close Coupled) par l'ajout d'une buse De Laval dans l'unité d'atomisation. Ce procédé présente des avantages à la fois sur les caractéristiques de la poudre produite (taille de poudre de diamètre <30 µm, morphologie sphérique et distribution granulométrique resserrée…), mais également sur le plan énergétique par la réduction de la consommation du gaz d'atomisation.

De manière à étudier ce procédé, deux approches ont été engagées au cours de cette thèse : la première en modélisation et la seconde sur l'aspect expérimental. L'objectif de ce travail de thèse cherchait à mettre en évidence l'influence des paramètres opératoires sur la dynamique du jet d'atomisation et finalement sur la distribution granulométrique des poudres produites.

Concernant la partie modélisation, celle-ci a été divisée en deux phases. La phase de modélisation monophasique visait à étudier l'incidence de la pression d'atomisation dans l'autoclave et de la contre-pression dans la chambre d'atomisation sur la dynamique de l'écoulement gazeux. Cette phase a constitué une étape nécessaire pour le passage au développement du modèle diphasique. La phase de modélisation diphasique s'est intéressée à caractériser la constriction du filament de métal liquide à la sortie de la buse de coulée sous l'effet des forces de frictions exercées par l'écoulement gazeux en provenance de l'autoclave pour différentes conditions opératoires.

Concernant la partie expérimentale, il s'agissait, par la mise en place des systèmes de diagnostic in situ, de compléter et de conforter les travaux de modélisation par

des résultats expérimentaux. Dans un premier temps, la mise en place du système de Vélocimétrie par Image de Particules (PIV) a nécessité des adaptations particulières pour mesurer les vitesses de particules. Dans un second temps, un dispositif innovant a été spécialement conçu pour mesurer les facteurs d'écrasement des particules en cours de fonctionnement du procédé. Une dernière partie, enfin a consisté à analyser les caractéristiques de la poudre produite *a posteriori* en termes de composition et de morphologie.

Dans le premier chapitre bibliographique, un état de l'art sur la connaissance actuelle des systèmes de production de poudre métallique a été dressé et a clairement mis en évidence le manque d'informations sur le procédé Nanoval®, tant au niveau expérimental que numérique.

Dans le deuxième chapitre, l'installation de production de poudre métallique présente au LERMPS a été décrite ainsi que les dispositifs mis en place pour le diagnostic in-situ. Pour la visualisation du jet d'atomisation par le système de mesures PIV, un dispositif optique additionnel a été conçu pour observer la zone de mesure proche de la buse De Laval comprise entre 50 et 110 mm. Les données brutes issues de l'acquisition ont dû être spécifiquement corrigées pour tenir compte des contraintes liées à l'observation des signaux dans la chambre d'atomisation. Des mesures complémentaires ont été faites à une distance de 500 mm en dessous de la sortie de la buse de coulée. Pour la collecte des particules écrasées, un autre dispositif a été entièrement réalisé permettant de recueillir des impacts de gouttelettes individuelles en cours de fonctionnement du procédé. Les outils d'analyse utilisés pour la caractérisation des gouttelettes/poudres produites sont le microscope optique, le microscope Electronique à Balayage et le Profilomètre 3D.

Le troisième chapitre concerne les résultats de modélisation sous Fluent. Deux paramètres opératoires ont été modifiés pour la partie de modélisation monophasique, à savoir la pression dans l'autoclave et la contre-pression dans la chambre d'atomisation. Les résultats font état d'un écoulement supersonique en dessous de la buse De Laval. Deux zones de compression et de détente en sortie de la buse De Laval sont clairement distinguables. La profondeur de ces deux zones dépend fortement de la pression d'atomisation (pression de sortie de l'autoclave), ainsi que celle de la contre-pression (pression à l'intérieur de la chambre

d'atomisation). Les résultats ont montré qu'à fort débit massique 90 g/s, la zone supersonique s'étend sur une longueur de plus de 40 mm alors qu'à faible débit massique 10 g/s, la zone supersonique ne dépasse pas 10 millimètres de long.

La vitesse de l'écoulement gazeux est également affectée par la pression d'atomisation. En effet, plus la pression d'atomisation est importante, plus la vitesse de l'écoulement gazeux en sortie de la buse De Laval est élevée. Les vitesses maximales atteintes sur l'axe de l'écoulement vertical descendant varient de 335 m/s pour un débit massique de 10g/s à 550 m/s pour un débit massique de 90 g/s. Le suivi de l'interface Métal Liquide/Gaz pour la partie diphasique a permis d'établir des relations entre la pression d'atomisation et la constriction du filament de métal liquide par l'évolution du rayon de courbure de filament de métal liquide. Ainsi, plus la pression d'atomisation est importante, plus le rayon de courbure est faible. Le rayon de courbure varie linéairement en fonction de la pression d'atomisation de 60.6 mm pour une pression d'atomisation de 0.5 MPa à 25.4 mm pour une pression d'atomisation de 2.0 MPa. Pour les faibles valeurs de pression qui correspondent aussi à de faible vitesse de l'écoulement gazeux (Mach<1), le suivi d'interface a permis de montrer qu'à partir d'un débit massique de 5 g/s, la formation de gouttelettes de métal liquide peut être observée.

Dans le quatrième chapitre, les résultats expérimentaux sont présentés. Ce chapitre était divisé en trois parties. La première partie concerne les résultats des mesures de vitesse de particules par PIV. La vitesse des particules le long de l'axe principal de l'écoulement est dépendante de la phase de pressurisation dans l'autoclave et donc de la durée d'atomisation. Sur l'exemple de l'atomisation de poudre de cuivre sous une pression de 1.0MPa et avec un diamètre de buse de coulée de 1 mm, les valeurs des vitesses des particules le long de l'axe principal de l'écoulement varient de 98 m/s pendant la phase transitoire jusqu'à 169 m/s sur la phase stabilisée. En complément à ces résultats, les influences de la pression, contre-pression et diamètre de buse de coulée ont été étudiées ainsi que la nature des matériaux atomisés. Il apparaît que l'augmentation de la pression d'atomisation s'accompagne d'une augmentation de la vitesse de l'écoulement gazeux, entraînant une augmentation de la vitesse des particules dans la chambre d'atomisation et cela quel que soit le matériau atomisé. En revanche, l'augmentation de la contre-pression permet la réduction de la vitesse du gaz d'atomisation provoquant une diminution du

rapport G/M, ce qui induit à une augmentation de la taille des particules produites. Quant au diamètre de la buse de coulée, sa réduction se traduit par une diminution du diamètre initial du filament de métal liquide, conduisant à une diminution de la taille des particules et corrélativement à une élévation de la vitesse de particules. Une comparaison de vitesses a finalement été faite entre des atomisations d'Al, de Cu et de CoCr. Les particules de masse volumique la plus faible (Al) ont des vitesses les plus faibles, les particules les plus lourdes (CoCr) possèdent une vitesse au démarrage de l'atomisation moins importante mais accélèrent progressivement et possèdent la vitesse la plus élevée à 500 mm en dessous de la sortie de la buse. La seconde partie concerne les analyses d'écrasement de gouttelettes sur un substrat plan. Les résultats montrent une bonne concordance entre les évolutions observées sur les vitesses de particules en fonction de paramètres opératoires et les caractéristiques des écrasements. Il apparaît que si le facteur d'étalement est largement dépendant des paramètres de fonctionnement du procédé, le taux d'éclaboussure reste quant à lui très faible et quasiment insensible. La dernière partie de ce chapitre sur l'analyse des poudres produites corrobore les résultats trouvés sur les vitesses et sur les analyses des écrasements. Ainsi, il a été établi que l'augmentation de la pression d'atomisation s'accompagne d'une diminution du diamètre de la poudre, que l'augmentation de la contre-pression favorise un refroidissement des gouttelettes produites permettant de réduire la vitesse de l'écoulement gazeux. La diminution du diamètre de la buse de coulée provoque une diminution de la taille des poudres grâce à une meilleure efficacité du processus d'atomisation.

En perspective à ces travaux, il paraitrait intéressant aujourd'hui de continuer à développer un modèle complet sur les phénomènes d'atomisation. Une solution pourrait être d'envisager de coupler le modèle VOF avec le modèle Level-Set. En effet, les travaux sur la constriction du filament de métal liquide permettent de mettre en évidence les variations induites par les forces de constriction sur le diamètre initial du filament de métal liquide. Le modèle VOF donne de bons résultats tant que ces deux phases sont clairement distinctes. En revanche, une fois que les deux phases liquide/gaz sont miscibles le modèle VOF est incapable de prédire correctement les interfaces liquide/gaz. D'où l'intérêt d'un passage au modèle Level-Set. Concernant la partie expérimentale, une exploitation plus approfondie des résultats aujourd'hui

obtenus est aujourd'hui indispensable pour vérifier et compléter les données numériques et permettre d'améliorer la maîtrise de ce procédé. Il paraîtrait judicieux de travailler en particulier sur l'établissement de relations adimensionnelles pour prendre en compte l'ensemble des paramètres opératoires, et de mettre en évidence le lien entre les paramètres de fonctionnement et génération / comportement des particules dans la chambre d'atomisation. En complément, deux études sont à ce jour à initier : l'étude du bain métallique liquide pour mieux comprendre les phénomènes de vaporisation et de composition de poudre, et l'étude sur les phénomènes de turbulence et de recirculation dans la chambre d'atomisation.

Références

[Allimant 06] **A. Allimant**, Atomisation sous Gaz de Poudres Métalliques : Optimisation du Procédé à partir de la Modélisation du Jet et du Diagnostic In-situ, *Thèse, 2006, Université de Technologie Belfort Montbéliard*

[Allimant 09] **A. Allimant, M.P. Planche, Y. Bailly, L. Girardot, L. Dembinski, C. Coddet**, Evolution of the particle diameters and particle velocities during a liquid metal atomization, *Journal of Flow Visualization and Image processing, (16) 2009, 1-17*

[Anderson 01] **E.I. Anderson, L.R. Terpstra, S. Rau**, Enhanced Understanding of High Pressure Gas Atomization Processing, *Powder Materials: Current Research and Industrial Practices. Warrendale, PA: The Minerals, Metals, and Materials Society, 2001, 3-18*

[Baker 87] **I. Baker**, **D.J. Gaidosh**, Mat. Sci. Eng. 96 (1987) 147

[Chigier 92] **N. Chigier, Z. Farago**, Morphological Classification of Disintegration of Round Liquid Jets in a Coaxial Air Stream, *Atomization and Sprays*, *(2) 1992, 137–153*

[Crimp 86] **M.A Crimp**., **K. Vedula**, *Mat. Sci. Eng. 78 (1986) 193*

[Crimp 87] **M.A Crimp**., **K. Vedula**, High Temperature Ordered Intermetallic II, *ed. by Stoloff N.S., Koch C.C., Liu C.T., Izumi O. (MRS Proc. Vol. 8 1, Pittsburgh, Pa., 1987) p.499*

[Delery 06] **J. Delery**, Méthodes de mesure en aérodynamique. [en ligne]. *Disponible sur : http://www.onera.fr/conferences/mesures-aerodynamique/index.php (consulté le 05/11/10).*

[Dombrowski 63] **N. Dombrowski and W.R. Johns**, Aerodynamic instability and disintegration of viscous liquid sheets, *Chemical Engineering Science, (18), 1963, 203 – 214.*

[Dunkley 99] **J. J. Dunkley**, Gas atomization – A Review of the Current State of the Art, *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials*, (1)1999, 1-12.

[Fraser 91] **R.P. Fraser, N. Dombrowski, J.H. Routley,** The atomization of a liquid sheet by an impinging air stream, *Chemical Engineering Science, (18) 1963, 339 - 353.*

[Fritsching 97] **U. Fritsching, K. Bauckhage**, Ultrasonic field characteristics in resonant standing waves. *Ultrasonic 35 (1997) 151-156*

[Fritsching 99] **U. Fritsching, D. Bergmann, U. Heck, K. Bauckhage**, Particle size distribution with in gas atomization of molten metals, *(1999) International Conference on Powder Metallurgy & Particulate Materials, June 20-24,*

Vancouver, Canada, C.L. Rose and M. Thibodeau (Eds.), Metals Powder Ind. Fed. (MPIF), Princeton

[Fritsching 05] **U. Fritsching**, Droplets and particles in sprays: Tailoring particle properties within spray processes, *China Particuology (3) 2005, 125-133*

[Gaffet 98] **E. Gaffet**, **F. Bernard**, **J.-C. Niepce**, **F. Charlot**, **C. Gras**, **G. Le Caër, J.-L. Guichard**, **P. Delacroix**, **A Mocellin, O. Tillement**, Some recent developments in mechanical activation and mechanosynthesis, *J. Mater. Chem. (9) 1998, 305-314*

[German 94] **M. G. Randall**, Powder Metallurgy Science, *2nd Ed. Princeton: MPIF, 1994, 472*

[Gerking 05] **L. Gerking**, Vorrichtung Zum Verdüsen Eines Schmelzestrahls und Verfahren zum Verdüsen von Hochschmelzenden Metallen und Keramikschmelzen, *Patent DE 103 40 606 B4, 2005*

[Guézennec] **N. Guézennec,** Contrôle actif de la combustion diphasique, *Thèse 2010, Institut National Polytechnique de Toulouse*

[Hirt 81] **C.W. Hirt, B.D. Nichols,** Volume of fluid (VOF) method for the dynamics of free boundaries, *Journal of Computational Physics, (39)1981, 201–225*

[Kleiner 05] **S. Kleiner, F. Bertocco, F. A. Khalid and O. Beffort**, Decomposition of Process Control Agent During Mechanical Milling and its Influence on Displacement Reactions in an Al-TiO2 System, *Materials Chemistry and Physics, (89) 2005, 362-366*

[Krauss 02] **M. Krauss, D. Bergmann, U. Fritsching, K. Bauckhage**, In-situ particle temperature, velocity and size measurements in the spray forming process, *Material Science and Engineering A, Structural materials: properties, microstructure and processing, (326) 2002, 154-164*

[Kudinov 89] **V.V. Kudinov**, **P. Yu Pekshev**, **V.A. Safiullin**. Forming of the structure of plasma-sprayed materials*. High-Temp. Dust Laden Jest, (1989) pages 38 1-418.*

[Lefebvre 90] **A.H. Lefebvre**, Twin-fluid atomization: factors influencing mean drop size, *Atomization and Sprays, Taylor and Francis Inc (Eds), 1988, 101-119*

[Lefebvre 89] **A.H. Lefebvre**, Atomization and Sprays, *Hemisphere Publishing Corporation, USA, 1989*

[Lefort 90] **A. Lefort**, **U. Franzoni**, **O. Tassa**, **D.G.R. Dunstan**, **A. Magnee**, **J. Le Coze**, **O. Cayla**, **N.T. CEAJCENG**, *DEM n090/15, Progress Report, EEC Project n02038-87 (1990)*

[Li 98] **J. Li, Y. Y. Renard, and M. Renard**, A Numerical Study of Periodic Disturbances on two-layer Couette Flow, *Physics of Fluids, (10) 1998, 3056–3071*

[Li 95] **L. Li and M.-O. Lai**, Formation of New Materials in the Solid State by Mechanical Alloying, *Materials and Design, (16)1995, 33-39*

[Li 04] **C.-J. Li**, **J.-L. Li**, *Surface Coating Technology, Vol 184, (2004) 13.*

[Li 05] **X. Li**, Mechanisms of Atomization of a Liquid Jet, *Atomization and. Sprays, (5) 2005, 89–105*

[Liu 00] **H. Liu**, Science and Engineering of Droplets – Fundamentals and Applications, *William Andrew Publishing, 2000, 527*

[Liu 92] **J. Liu, L. Arnberg, N. Backstrom, H. Klang, A. Savage**, Fluid Flow Behavior, Solidification Studies and Some Practical Experience from Ultrasonic Gas Atomization, *Swedish Institute for Metals Research, Stockholm, Sweden (1987)*

[Liu 93] **A. B. Liu and R.D. Reitz**, Mechanisms of Air-assisted Liquid Atomization, *Atomization and Sprays, (3) 1993, 55–75*

[Livage 00] **J. Livage**, les procédés sol-gel, Revue Verre, *(6) 2000, Institut du verre – http://www.institutduverre.fr*

[Lubanska 70] **H. Lubanska**, Correlation of spray ring data for gas atomization of liquid metals, *Journal of Metals (22) 1970, 45–49.*

[Mansour 90] **A. Mansour, N. Chigier**, Disintegration of liquid sheets, Physics of Fluids A, Fluid dynamic, (2) 1990, 706 - 719.

[Mansour 91] **A. Mansour and N. Chigier**, Dynamic behavior of liquid sheets, Physics of Fluids A. Fluid dynamic, (3) 1991, 2971 - 2980.

[Marchand 09] **O. Marchand, G. Bertrand, M.P. Planche, Y. Bailly, and L. Girardot**, Particle Image Velocimetry Diagnostics for Suspension Plasma Spraying, *pp 855-860, Thermal Spray 2009: Proceedings of the International Thermal Spray Conference, B.R. Marple, M.M. Hyland, Y.C. Lau, CJ. Li, R.S. Lima, G. Montavon, editors*

[Marmottant 01] **P. Marmottant**, Atomisation d'un liquide par un courant gazeux. *Thèse de mécanique des fluides et transferts. Grenoble : INPG, 2001, 220 p*.

[Mates 05] **S.P. Mates**, **G.S. Settles**, A study of liquid metal atomization using closecoupled nozzles*, Part 2: Atomization behaviour. Atomization & Sprays, 2005, vol. 15,Issue 1, pp. 41-60.*

[Mates 95] **S.P. Mates**, **G.S. Settles**, *A Flow Visualization Study of the Gas Dynamics of Liquid Metal Atomization Nozzles*. ***In** : Proc. of the 1995 International Conference on Powder Metallurgy and Particulate Materials, 1995, Seattle, USA., Part. 1, pp. 15-29. ISBN: 1-87895-456-3*

[Ménard 07] **T. Ménard**, Développement d'une méthode Level Set pour le suivi d'interface Application de la rupture de jet liquide*, Thèse de l'Université de Rouen, 2007*

[Mueller 72] **T.J. Mueller, W.P. Sule, A.F. Fanning, T.V. Giel, F.L. Galanga**, Analytical and Experimental Study of Axisymmetric Truncated Plug Nozzle Flow Fields, *UNDAS TN-601-FR-10, 1972.*

[Neikov 09] **O. D. Neikov, S. Naboychenko, I.B. Mourachova, V. G. Gopienko, I.V. Frishberg and D.V. Lotsko**, Handbook of Non-ferrous Metal

Powders: Technologies and Applications, *Elsevier Science and Technology, 2009, 634 pp*

[Ohnesorge 36] **W. A. Ohnesorge**, *Die Bildung von Tropfen aus Düsen beim Zerfall flüssiger Strahlen* (La formation de gouttes à partir de buses et la rupture de jets liquides). *Zeitschrift für Angewandte Mathematik und Mechanik, 1936, tome 16, pp. 355-358.*

[Osella 91] **S. A. Osella, S. D. Ridder, F. S. Biancaniello, P. I. Espina**, The Intelligent Control of an Inert-gas Atomization Process, *The Journal of the Minerals Metals & Materials Society, (43) 1991, 18-21*

[Sulzer 10] **Sulzer Metco**, Accuraspray-g3, *Product Manual 40857 MAN EN 03*

[Rayleigh 77] **L. Rayleigh** (Strutt, J. W.). On the instability of jets. ***In** : Proceedings of the London mathematical society, 1878, vol. 10, pp 4 -13.*

[Reitz 1978] **R. D. Reitz**, Atomization and Other Break-up Regimes of a Liquid Jet, *Thesis of Wisconsin-Madison University, 1978*

[Romankov 09] **S. Romankov, S. D. Kaloshkin, Y. Hayasaka, N. Hayashi, E. Kasai, and S.V. Komarov**, Effect of process parameters on the formation of Ti–Al coatings fabricated by mechanical milling , *Journal of Alloys and Compounds (484) 2009, 665–673*

[Sainfort 63] **G. Sainfort**, **P. Mouturat**, **P. Pépin**, **J. Petit**, **G. Cabane**, **M. Salesse**, *Mémoires Scientifiques de la Revue de Métallurgie, LX, n02 (1963) 125*

[Savat 33] **F. Savat**, Mémoire sur la constitution des veines liquides lancées par des orifices circulaires en minces parois, *(1833) Ann. de Chim., 53 :337-386.*

[Sethian 99] **J. A. Sethian,** Level set methods and fast marching methods, *Cambridge University Press, 1976*

[Stobik 00] **M. Stobik**, Nanoval atomizing – Superior Flow Design for Finer Powder, *Proceeding of the International Conference on Spray deposition and Melt Atomization, 2000, Bremen, Germany, 511-520*

[Stobik 02] **M. Stobik**, Nanoval atomizing-capabilities, applications and related processes, *Kollokium Sprühkompaktieren/Sprayforming, Bauckhage and Uhlenwinkel, Bremen, Allemagne, (6) 2002, 65–80*

[Stobik 03] **M. Stobik**, The Nanoval Effect and Its Application in Gas Atomization of Metals, *Journée technique LERMPS-UTBM: Les Poudres Métalliques dans L'industrie: Elaboration, Applications, Enjeux, Université de Technologie de Belfort-Montbéliard, 2003*

[Tanguy 06] **S. Tanguy, T. Ménard, A. Berlemont, J. L. Estivalezes, F. Couderc** , Level set method for interface tracking: development and applications. *La houille Blanche-Revue Internationale de l'eau (2) 2006, 23-31*

[Ting 02] **J. Ting, M.W. Peretti, W.B. Eisen**, The effect of wake-closure phenomenon on gas atomization performance, *Materials Science and Engineering. A, Structural materials: properties, microstructure and processing, (326) 2002, 110–121.*

[Vedula 94] **K. Vedula**, Intermetallic Compounds*: Vo1.2, Practice. ed. by Westbrook J.H. and Fleischer R.L., (John Wiley & Sons Ltd, 1994)*

[Weber 31] **C. Weber,** Zum Zerfall eines Flüssigkeitsstrahles (A propos de la désintégration d'un jet liquide), *Zeitschrift für Angewandte Mathematik und Mechanik, 1931, tome 11, vol. 2, pp. 136-154.*

[Wagner 10] **C. Wagner, S. Luidold, H. Antrekowitsch and K. Rimmer**, Application of New Gas-Atomization System for Alloys and Chalcogenides, *Proceedings of the International Conference on Powder Metallurgy & Particulate Materials, 2010*

[Walz 89] **A. Walz**, Apparatus for Producing Superfine Powder in Spherical Form, *Brevet US4822267, 1989*

[Zibret 03] **D. Zibret**, développement d'une technique de visualisation et de vélocimetrie volumique polychromatique dédiée aux écoulements tridimensionnels instationnaires, *Thèse, 2003, Université de Franche Comte.*

Liste des figures

Figure I.1 : Schéma de principe d'une unité de broyage à haute énergie **[Romankov 2009]**..... 16
Figure I.2 : Schéma de principe d'incorporation de particules par mécanosynthèse, ou alternance de déformations plastiques, fractures, collages **[Gaffet 98]**..... 16
Figure I.3 : Représentation des différentes étapes du procédé sol-gel **[Livage 00]**..... 17
Figure I.4 : Formation d'embruns sur les rivages sous l'effet du vent..... 19
Figure I.5 : Schéma de la rupture de Rayleigh d'un jet cylindrique **[Marmottant 01]**..... 22
Figure I.6 : Répartition des différents régimes de rupture en fonction des nombres de Reynolds et d'Ohnesorge **[Liu 00]**..... 24
Figure I.7 : Effet de la vitesse d'un écoulement gazeux coaxial sur le mode de rupture d'un jet d'eau circulaire **[Liu 00]**..... 25
Figure I.8 : Répartition des différents régimes de rupture en fonction des nombres de Reynolds et de Weber aérodynamique **[Chigier 92]**..... 27
Figure.I.9 : Régimes de désintégration d'un jet coaxial eau-air, D_l = 3mm; e = 0:75mm.1-Régime de Rayleigh non axisymétrique ; 2-Régime membrane ; 3-Régime fibre ; 4-Régime superpulsant **[Guézennec 10]**..... 27
Figure.I.10 : Schémas de principe des méthodes d'élaboration de poudre métallique ((a) atomisation par jet de gaz **[German 94]**, (b) atomisation par jet d'eau **[German 94]**, (c) atomisation par ultrasons **[Fritsching 97]** et (d) atomisation par centrifuge **[Liu 00]**) par atomiseur Free Fall..... 28
Figure.I.11 : Types d'atomiseurs (a) Free-Fall et (b) Close-Coupled **[Neikov 09]**..... 29
Figure.I.12 : Configuration Free Fall **[Espina 98]**..... 30
Figure I.13 : Différents exemples de configuration du système Close-Coupled ((a) **[Anderson 01]**, (b) **[Stobik 03]** et (c) **[Osella 91]**..... 31
Figure I.14 : Configuration Free Fall modifiée **[Czisch 08]**..... 31

Figure I.15: Champ d'écoulement dans une buse De Laval avec un filet de matière fondue au centre et entouré de gaz **[Gerking 05]**..... 32
Figure I.16 : Rendement du procédé Nanoval pour une taille de poudre inférieure de 20µm en fonction de la distribution en taille **[Stobik 00]**..... 33
Figure I.17 : Consommation de gaz pour les différents types d'atomiseurs **[Stobik 00]**..... 33
Figure I.18 : Distribution du gaz d'atomisation à proximité de l'unité d'atomisation type Free-Fall pour deux configurations de buse **[Fritsching 05]** 36
Figure I.19 : Vitesse sur l'axe de la buse Free-Fall pour un écoulement annulaire P_0/P_a=5 **[Fritsching 05]**..... 36
Figure I.20 : Configurations de buses d'atomisation de métal liquide de type Close Coupled (Convergent et convergent/divergent **[Mates 05]** 37
Figure I.21 : Domaine de calcul 2D axisymétrique utilisé pour les calculs sous Fluent 6.3 (buse De Laval) **[Allimant 09]** 38
Figure I.22 : Profils et champs de vitesse de l'écoulement gazeux à travers la buse De Laval **[Allimant 09]**..... 39
Figure I.23 : Relation entre la dépression à l'extrémité de la buse de coulée et le flux de gaz à 15°C (cas d'un balayage des débits d'argon de 10 à 90 g/s) **[Allimant 06]**..... 41
Figure I.29 : Banc de visualisation Strioscopie de type Z..... 44
Figure I.30 : Visualisation par strioscopie des écoulements de gaz d'une buse HPGA pour différents rapports de pression (P_{amont}/P_{aval}) **[Mates 95]**..... 44
Figure I.31 : Variation du nombre de Mach en fonction de la pression du gaz d'atomisation **[Mates 95]**..... 45
Figure I.32 : Image d'un jet d'atomisation par ombroscopie **[Guézennec 10]** 46
Figure I.33 : Composants et orientation du système de détection **[Krauss 02]** 46
Figure I.34 : Distribution en nombre en fonction de la vitesse des particules, la température, et le diamètre pour différentes positions de mesure par rapport à la sortie de la buse de coulée (d_0 = 4 mm) (150, 200 et 300 mm) (atomisation obtenue par procédé de dépôt par atomisation (spray forming))**[Krauss 02]**.. 47
Figure I.35: Dispositif de mesures par PIV [Husted 09] 48
Figure II.1 : Vue d'ensemble de l'installation d'atomisation Nanoval® présente au LERMPS..... 52
Figure II.2 : Schéma des éléments de l'autoclave 52
Figure II.3 : Eléments constitutifs de l'unité d'atomisation..... 55

Figure II.4 : Schéma de principe du système PIV 60
Figure II.5 : Photo du laser double cavité de la gamme « Twins Big Sky Lazer ». 61
Figure II.6 : Caméra PCO Sensicam à matrice CCD 62
Figure II.7 : Zone d'observation et positionnement du banc PIV **[Allimant 06]** 65
Figure II.8 : Trajectoire optique des champs d'observation 66
Figure II.9 : Dispositif expérimental pour l'observation de la zone 50 – 110 mm en aval de la buse De Laval (a) Dispositif en conception sous Catia ; (b) Photo du système de déviation du champ d'observation (protection des miroirs) et (c) Position de la boîte de protection des miroirs dans la chambre d'atomisation 67
Figure II.10 : Image de la zone d'observation à 50 mm en aval de la sortie de la buse De Laval 68
Figure II.11 : Image obtenue par PIV avec le dispositif des miroirs 68
Figure II.12 : Schéma du dispositif expérimental de collecte des écrasements au cours de l'atomisation 69
Figure II.13 : Processus d'analyse d'images d'un écrasement de particule par ImageJ ((a) : Image obtenue par microscope optique, (b) : Image type 8bit, (c) : Image binarisée, (d) : Image dé-bruitée, (e) : Image avec la surface fermée remplie, (f) : Contour de la lamelle après analyse, ... 71
Figure II.14 : Micrographie (a) et profil correspondant (b) d'un écrasement typique de particule de cuivre sur un substrat en acier inoxydable 316L 72
Figure II.15 : Exemple de distribution granulométrique et de fraction cumulée relative obtenue pour la poudre de cuivre 73
Figure II.16 : Exemple de morphologie de poudre obtenue par analyse MEB 74
Figure III.1 : Domaine de calcul axisymétrique choisi pour l'étude de l'écoulement gazeux 83
Figure III.2 : Zoom du domaine de calcul utilisé pour l'écoulement gazeux 84
Figure III.3: Maillage de la zone de calcul avec un zoom sur le raffinement dans la zone convergente/divergente de la buse De Laval 85
Figure III.4 : Champ de pressions pour l'écoulement gazeux argon 87
Figure III.5 : Champ de températures statiques de l'écoulement gazeux argon 87
Figure III.6 : Champ de vitesses axiales et nombre de Mach correspondant pour l'écoulement gazeux argon 88

Figure III.7 : Champ de pressions de l'écoulement gazeux pour différentes pressions d'atomisation (0.5 MPa, 1.0 MPa et 1.5 MPa (jet supersonique, $P_1/P_2>2$)) 90
Figure III.8 : Exemple de champ du nombre de Mach (a) et le champ de vitesses (b) correspondant de l'écoulement gazeux à 0.5 MPa 91
Figure III.9 : Exemple de champ de température statique pour une pression d'atomisation de 0.5 MPa 92
Figure III.10 : Champs de vitesses axiales de l'écoulement gazeux à 10 g/s et 90 g/s 93
Figure III.11 : Vitesses axiales de l'écoulement gazeux pour différents débits massiques du gaz d'atomisation 94
Figure III.12 : Vitesses axiales du jet de gaz dans la [zone 1] pour différents débits massiques 95
Figure III.13 : Vitesses axiales du jet de gaz dans la [zone 2] pour différents débits massiques 96
Figure III.14 : Vitesses axiales du jet de gaz dans la [zone 3] pour différents débits massiques 97
Figure III.15 : Vitesses axiales pour différentes contre-pressions Pression du gaz d'atomisation de 2 MPa 98
Figure III.16 : Champ de vitesse axiale et le champ de température statique (locale) correspondant pour différents contre-pressions 0.1 MPa et 0.5 MPa . 99
Figure III.17 : Domaine de calcul (1/4 du domaine réel) choisi pour l'étude en 3D de la constriction du filament de métal liquide 101
Figure III.18 : Maillage non structuré de la géométrie en 3D 102
Figure III.19 : Maillage de la zone de calcul avec un zoom sur le raffinement dans la zone convergent/divergent de la buse De Laval 103
Figure III.20 : Méthodologie de calcul pour la modélisation diphasique 105
Figure III.21 : Fraction volumique de l'aluminium pour un débit massique de 3 g/s 107
Figure III.22 : Fraction volumique et champ de vitesses de l'aluminium pour les débits massiques 1 et 5 g/s 108
Figure III.23 : Distribution de la fraction liquide d'aluminium en fonction du temps 109
Figure III.24 : Distribution de la fraction liquide d'aluminium et champ des vitesses correspondant au temps 10^{-3} s 111

Figure III.25 : Profils des fractions volumiques d'aluminium à deux pressions différentes (0.5 et 2.0 MPa) 112
Figure III.26 : Evolution de la courbure des interfaces Liquide/Gaz pour différents débits massiques en fonction de la position en amont de la buse de coulée 113
Figure III.27 : Evolution du rayon de courbure de interfaces Métal-Liquide/Gaz pour différents pression d'atomisation 114
Figure IV.1: Exemple de capture PIV (a) et champ de vecteurs vitesse associé (b)(Poudre de cuivre atomisée à 1.0 MPa (absolu) - Buse de coulée de 1.5 mm de diamètre) 118
Figure IV.2 : Vitesse instantanée des particules en fonction de la durée d'atomisation (Poudre de cuivre atomisée à 0,5 MPa - Buse de coulée de 1 mm de diamètre) 121
Figure IV.IV.3 : Vitesse instantanée de particules en fonction de la durée d'atomisation (Poudre de cuivre atomisée à 0.5 MPa - Buse de coulée de 1 mm de diamètre) 122
Figure IV.4 : Rapports des pressions absolues $P_{Autoclave}$ / $P_{Chambre}$ en fonction de la durée d'atomisation 123
Figure IV.5 : Evolution de la vitesse des particules le long de l'axe principal d'atomisation en fonction du temps pendant la phase stabilisée 124
Figure IV.6 : Profils de vecteurs vitesses (corrigés) dans une section du jet pour différentes positions en aval de la buse De Laval, pour différentes pressions d'atomisation (Cas de la poudre de cuivre et d'aluminium, pression d'atomisation 0.5 MPa (a), 1.0 MPa (b) et 1.5 MPa (c) – Buse de coulée de diamètre 1.5 mm) 126
Figure IV.7 : Evolution des vitesses des particules le long de l'axe central (Poudres d'aluminium et de cuivre atomisées à 0.5 et 1.0 MPa - Buse de coulée de 1.5 mm de diamètre) 127
Figure IV.8 : Evolution de la vitesse des particules le long de l'axe principal d'atomisation en fonction de la nature des matériaux atomisés le long de l'axe central d'atomisation (aluminium - cuivre) 129
Figure IV.9 : Evolution des moyennes des vitesses des particules le long de l'axe principal d'atomisation en fonction de la nature de matériau utilisée 130
Figure IV.10 : Profil des vitesses des particules le long de l'axe principal d'atomisation à différentes pressions d'atomisation 131

Figure IV.11 : Evolution de l'amplitude de vitesse des particules le long de l'axe principal à différentes contre-pressions dans la chambre d'atomisation (0.1, 0.3 et 0.5 MPa) 132
Figure IV.12 : Moyenne des vitesses $V_{centerline}$ et les diamètres moyens des particules en fonction pour trois pressions d'atomisation 134
Figure IV.13 : Micrographies d'écrasements de cuivre sur substrat poli miroir (inox 316L) (a) et sur lamelle de verre (b) 137
Figure IV.14 : Positionnement des trois instants pour la collecte des écrasements 138
Figure IV.15 : Evolution du diamètre équivalent des écrasements et du diamètre moyen de la poudre pour différents instants au cours de l'atomisation 139
Figure IV.16 : Morphologies d'écrasements projetés sur les substrats en inox polis miroir pour trois pressions de gaz d'atomisation (0.5 MPa, 1.0 MPa et 1.5 MPa), (Poudre de cuivre) 140
Figure IV.17 : Distribution des diamètres d'écrasement projetés sur les substrats en acier inoxydable en fonction des pressions de gaz d'atomisation et du taux d'éclaboussure 142
Figure IV.18 : Micrographie (a) et profil typique d'écrasement d'une particule de cuivre sur un substrat en acier inoxydable 316L 143
Figure IV.19 : Micrographies des écrasements de particules de cuivre projetées sur les lamelles en verre en fonction du diamètre de la buse de coulée : 1.5 mm, 1.8 mm et 2.0 mm (Pression d'atomisation 1.0 MPa) 145
Figure IV.20 : Evolution du diamètre équivalent des écrasements en fonction du diamètre de la buse de coulée 146
Figure IV.21 : Evolution du diamètre équivalent des écrasements de différents matériaux sur substrat en acier inoxydable 316L 147
Figure IV.22 : Position des prélèvements de la masse récupérée dans le creuset de l'alliage FeAl 153
Figure IV.23 : Spectres EDS des échantillons de la masse restante dans le creuset au centre (a) et à la périphérie (b) de l'échantillon 153
Figure IV.24 : Analyse MEB de la morphologie de la poudre de FeAl 155
Figure IV.25 : Vue en coupe des différentes tranches granulométriques de la poudre de FeAl (a) [20-40µm], (b) [40-63µm], (c) [63-80µm] et (d) : [80-125µm] 156
Figure IV.26 : Spectres de diffraction de rayons X des différentes tranches granulométriques de la poudre de FeAl 158

Figure IV.27 : Distributions granulométriques de l'alliage FeAl en fonction de la contre-pression dans la chambre d'atomisation..... 159

Résumé

La demande croissante de poudres d'alliages métalliques aux propriétés spécifiques utilisées en particulier en projection thermique et fabrication rapide pousse les chercheurs à améliorer et à optimiser sans cesse les procédés de production de ces poudres. L'objectif affiché sur ces procédés est de maîtriser à la fois morphologie/ distribution de taille des particules produites et coût de fabrication. Actuellement, la majorité de ces poudres est produite par des procédés d'atomisation par fluide et essentiellement par le procédé d'atomisation gazeuse. Parmi ces procédés, le procédé Nanoval utilisant une buse «De Laval» est l'un des plus performants en termes de distribution granulométrique et de rendement.

L'objectif principal de ce travail de thèse vise à améliorer la compréhension des phénomènes physiques mis en jeu par le procédé Nanoval afin d'en optimiser le fonctionnement. Deux approches composent ce travail :

- une partie numérique de modélisation sous Fluent. Deux modèles ont été étudiés, un modèle monophasique relatif à l'écoulement gazeux dans l'unité d'atomisation (passage de l'autoclave à la chambre d'atomisation) et un modèle diphasique relatif à la constriction du filament de métal liquide en sortie de buse de coulée. Cette étude numérique a permis de mettre en évidence l'effet des paramètres opératoires tels que la pression d'atomisation et le diamètre de la buse de coulée sur la dynamique du jet de gaz, sur la striction du filament de métal liquide ainsi que les zones de forte pression et de haute vitesse avant, pendant et après la désintégration du filament métallique.
- une partie expérimentale pour laquelle la mise en place d'outils de diagnostic in–situ a été nécessaire pour la caractérisation du procédé en cours de fonctionnement. Trois analyses ont été conduites. La première renseigne de la dynamique du jet d'atomisation évaluée à partir de mesures de Vélocimétrie par Images de Particules (PIV) à proximité de la sortie de la buse De Laval. La deuxième concerne les caractéristiques à l'écrasement des particules sur un substrat placé dans la chambre d'atomisation. La troisième et dernière analyse porte sur les propriétés des particules produites et la comparaison avec la matière récupérée après refroidissement dans l'autoclave. Différents paramètres opératoires ont été explorés (pression d'atomisation, diamètre de la buse de coulée, pression dans la chambre d'atomisation, nature du métal) et reliés à leur influence sur la vitesse et le diamètre des particules. Des relations directes entre les résultats de ces trois analyses ont pu être démontrées ainsi qu'une bonne adéquation entre résultats expérimentaux et résultats issus de la modélisation

Mots clés : Atomisation gazeuse, procédé Nanoval®, Modélisation, Vélocimétrie par Images de Particules (PIV), Ecrasements, Poudres d'alliages métalliques.

Abstract

The growing demand for metal alloy powders with specific properties used in thermal spray application and rapid manufacturing encourages researchers to improve and optimize their manufacturing processes. The aim of these processes is to master both morphology/particle size distribution and manufacturing cost. Today the vast majority of powders are produced by fluid atomization and mainly gas atomization process. Among them, the Nanoval process, consisting of a De Laval nozzle is one of the most outstanding process in terms of granulometric distribution and output.

The main objective of this thesis is to improve the understanding of the physical phenomena occurring in the Nanoval process to optimize the way it operates. Two approaches will be developed:

- A numerical study using Fluent. The two following models were studied, one monophasic concerning gas flow in the atomization unit form autoclave to atomization chamber and the other, a diphasic model concerning the finest part of the filament in the exit of the melt nozzle. This numerical study has highlighted the effect of parameters such as atomization pressure, nozzle diameter on the gas dynamics, fine filament, high-pressure and high speed areas before, during the process and after the disintegration of the metallic filament.

- And an experimental study which required the implementation of the in-situ diagnostic tools to characterize the process under working conditions. Three analyses were carried out. The first concerns the dynamics of the atomization jet from Velocimetry measures by Particle Image Velocimetry (PIV) close to De Laval nozzle exit. The second deals with the characteristics obtained when particles impact the substrate in the atomization chamber. The third describes the particle properties and deals with the comparison with the matter in the autoclave after cooling process. Different operating parameters were explored (atomization pressure, melt nozzle diameter, pressure in the atomization chamber, nature of metal) and linked to their influence on the particle velocity and diameter. Narrow links between the analysis results were demonstrated as well as a good adequacy between experimental and modeling results.

- Keywords : Gas atomization, Nanoval process ®, Velocimetry measures, Particle Image Velocimetry (PIV), Splats, Metal alloy powders.