



Etude expérimentale et numérique de la compression de poudre organique en presse à rouleaux, alimentée par une vis sans fin

Thibaut Lecompte

► To cite this version:

Thibaut Lecompte. Etude expérimentale et numérique de la compression de poudre organique en presse à rouleaux, alimentée par une vis sans fin. Mécanique [physics.med-ph]. Institut National Polytechnique de Grenoble - INPG, 2005. Français. <tel-00126694>

HAL Id: tel-00126694

<https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00126694>

Submitted on 25 Jan 2007

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

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

Remerciements

Je dois pour commencer remercier mes parents car sans eux, je n'aurais pas vu le jour, et cette thèse non plus.

Mes pensées vont bien sûr aussi à mes directeurs et parrain de thèse :

- Pierre, qui m'a accueilli au sein du laboratoire 3S et qui m'a laissé une grande autonomie tout au long de ces trois années ; autonomie que j'ai fort appréciée et que j'espère avoir utilisée à bon escient.
- Gérard, qui a toujours fait montre d'un réel enthousiasme pour mes travaux et qui m'a dispensé des encouragements appuyés chaque fois qu'il le fallait.
- Jean-Claude, qui a su nous faire confiance et qui nous a lui aussi laissé une grande liberté d'action.

L'argent est le nerf de la recherche. C'est pour cela qu'il nous faut remercier Rhodia, notre partenaire industriel ainsi que la région Rhône-Alpes pour la confiance qu'ils nous ont manifestée en renouvelant leurs aides financières au cours de ces trois années.

A la technique, il me faut absolument remercier Laurent Debove, pour la conception de la presse et les bonnes adresses de fournisseurs ; Roger Sabbia , pour les soudures et certains usinages ; et surtout Alexandre Martin , dont la réserve de savoir, de compétence et d'objets électroniques en tout genre m'ont été plus qu'indispensables pour la réalisation de l'asservissement et des équipements de la presse. Merci aussi à Didier Imbault et à Yuan Chen pour leur initiation à ABAQUS, à Bud pour ses conseils sur MatLab, à Seb et Juliette pour leur aide sur LateX...

Une thèse, ce ne sont pas que des équations, de la technique et de la science. C'est aussi un moment privilégié pour l'apprentissage des relations humaines et les rencontres. La liste serait trop longue des gens que j'ai pu apprécier de côtoyer au laboratoire 3S et à l'école des Mines. Il me faut tout de même remercier Eric Serris et Laurent Perier-Camby pour leur accueil chaleureux au centre SPIN, Jean-Claude Masteau pour sa participation active aux réunions de travail, Pierrot pour son savoir, ses discussions et ses références bibliographiques, Genek pour sa vodka très polonaise et son humour très polonais, Paulette pour sa présence très féminine et son humour très masculin, Denis Favier pour les vacances, le magnum de Gigondas, la sortie ski et le modèle qu'il est. Je n'oublie évidemment pas l'immense Vincent Gadin, champion de jeux de mots laids, de citations comiques, de ski de randonnée, de parcours VTT improbables et de happage de M&M's.

La vie et l'équilibre d'un thésard sont conditionnés par ce qui se passe en dehors de la thèse. Ma vraie vie, à moi, c'est Agnès : Agnès qui a accouché de nos deux enfants en même temps que nous accouchions de nos deux thèses, qui a été un soutien sans faille dans les moments où les minutes semblaient des secondes, comme dans les moments où les secondes semblaient des heures ; Agnès à qui je ne dédierai pas cette thèse, car je n'aurais pas aimé qu'on me dédie des figures et des équations...

*"Plus ça rate, plus on a de chance que ça réussisse",
Devise shadoke.*

Sommaire

Introduction générale	1
-----------------------	---

Partie I Etudes et modélisations de la compaction des poudres en presse à rouleaux

9

Chapitre 1

Aspects expérimentaux et types d'essais : De la poudre au granulé
--

1.1	Présentation	12
1.2	La poudre	13
1.3	L'Alimentation en poudre	13
1.3.1	Alimentation par gravité	14
1.3.2	Influence de l'air lors de l'alimentation par gravité	15
1.3.3	Alimentation forcée	17
1.3.4	Interactions Alimentation/Vitesse des rouleaux	18
1.3.5	Aspects géométriques	19
1.3.6	En résumé : comment choisir l'alimentation pour obtenir de bonnes propriétés sur les compacts?	21
1.4	Les rouleaux et la compaction	24

1.4.1	Géométrie des rouleaux	24
1.4.2	Disposition des rouleaux	25
1.4.3	Entraînement des rouleaux et Presse	25
1.4.4	Mesure du couple d'entraînement	26
1.4.5	Plaques de confinement	26
1.4.6	Comportement du lit de poudre entre les rouleaux	26
1.4.7	Mesures de pression normale et de contrainte tangentielle à l'interface poudre/rouleaux	28
1.4.8	Influence du coefficient de travail et de l'entrefer sur les profils de pression	30
1.4.9	Influence des propriétés plastiques de la poudre et du coefficient de frottement poudre/paroi sur le profil de contrainte	32
1.4.10	Mesure de la densité de la poudre dans la zone inter-rouleaux	33
1.4.11	Mesures de l'entrefer et introduction du coefficient de prédensification	34
1.5	Observations sur les Plaquettes	35
1.5.1	Aspect qualitatif	35
1.5.2	Efficacité du procédé	37
1.5.3	Moyens de caractérisation des plaquettes	38
1.6	Les granulés	40
1.7	Conclusion	41

Chapitre 2

Aspects théoriques : modélisation analytique de la compaction à rouleaux

2.1	Introduction	43
2.2	Théorie de Johanson (1965 <i>b</i>)	44
2.2.1	Dans la zone d'alimentation	45
2.2.2	Critère d'écoulement de Jenike	45
2.2.3	Dans la zone de compaction	53
2.2.4	Détermination de l'angle α	56
2.2.5	Choix et dimensionnement d'une presse	57
2.2.6	Conclusion	59
2.3	Théorie de Katashinskii & Shtern (1983 <i>a</i>)	60
2.3.1	Introduction	60

2.3.2	Établissement du système d'équations à résoudre	61
2.3.3	Résolution du système d'équations	71
2.3.4	Hypothèses	76
2.3.5	Conclusion	76
2.4	Conclusions sur les modèles existants	77

Chapitre 3

De l'expérimentation vers la modélisation
--

3.1	Introduction	79
3.2	Comparaison entre modèles analytiques et numériques (Dec et al. 2001)	80

Conclusion

Partie II Caractérisation du comportement et des propriétés de la poudre utilisée

Introduction

Chapitre 4

Comportement élastoplastique de la poudre et mesure du frottement poudre/paroi

4.1	Généralités sur la poudre étudiée	90
4.2	Les approches théoriques de modélisations du comportement des matériaux pulvérulents	91
4.3	Un outil pour la modélisation de la compression des poudres : le CAP Model	93
4.3.1	Surface de charge	93
4.3.2	Détermination des paramètres du modèle pour une poudre donnée	95
4.4	Démarche expérimentale et cadre théorique de la détermination des paramètres du Cap	96

4.4.1	Droite de rupture	96
4.4.2	Cap et coefficient de frottement	97
4.5	Détermination des paramètres Élastiques	102
4.5.1	Conditions aux limites	102
4.5.2	Recherche d'un champ de contrainte admissible	103
4.5.3	Recherche d'une solution : introduction des fonctions de Bessel .	104
4.5.4	Composantes du tenseur des contraintes	105
4.5.5	Démarche expérimentale de recherche des paramètres élastiques	107
4.5.6	Validation de la démarche	112
4.6	Essais de compression uniaxiale en matrice instrumentée	113
4.6.1	Description du dispositif expérimental et principe de mesure . .	113
4.6.2	Étalonnage du montage (Capteur de déplacement et Jauges) . .	117
4.6.3	Le comportement de la poudre ne présente pas de viscosité . . .	122
4.6.4	Comportement plastique de la poudre	123
4.6.5	Comportement élastique de la poudre	125
4.6.6	Frottement de la poudre à la paroi	128
4.7	Comportement à la compression de la poudre avec montée en tempé- rature (Goubier 2003)	132
4.7.1	Dispositif et protocole expérimental	132

Synthèse et conclusions sur le comportement de la poudre étudiée

Partie III Etude expérimentale de la compaction des poudres en presse à rouleaux

Chapitre 5 Influence des paramètres opératoires sur les paramètres spécifiques de la presse
--

5.1	Introduction	140
-----	------------------------	-----

5.2	Présentation du montage expérimental	141
5.2.1	Description de la presse	141
5.2.2	Alimentation	141
5.2.3	Pièce intermédiaire vis/rouleaux	142
5.2.4	Technologie et commande de la presse	143
5.2.5	Les rouleaux	144
5.2.6	Entraînement des rouleaux	145
5.2.7	En résumé	145
5.2.8	Description de l'instrumentation de la presse	145
5.2.9	Acquisition des données	147
5.2.10	Dimensionnement et étalonnage des capteurs	149
5.3	Les paramètres instrumentaux et opératoires du procédé	155
5.3.1	Du choix des paramètres pertinents	155
5.3.2	Capacité de la vis sans fin	156
5.3.3	Stabilité de l'effort exercé par la presse	158
5.3.4	Défauts sur les rouleaux	159
5.3.5	Stabilité de l'entraînement des rouleaux	160
5.4	Détermination de la zone de bon fonctionnement de la presse	160
5.4.1	État de cohésion apparent des plaquettes	162
5.4.2	Stabilité du couple et de l'entrefer dans les différentes zones	163
5.5	Résultats obtenus sur le couple spécifique et l'entrefer	166
5.6	Pressions mesurées dans la zone inter-rouleaux	168
5.6.1	Justification de l'utilisation du coefficient de prédensification R	169
5.6.2	Profils de pression en fonction des paramètres opératoires	170

Chapitre 6

Influence des paramètres opératoires sur les compacts produits

6.1	Aspect des plaquettes produites	179
6.2	Épaisseur des plaquettes	179
6.3	Densité apparente des plaquettes	181
6.3.1	Glissement à la paroi	182
6.4	Etude de la cohésion des plaquettes produites : essais de poinçonnage	184
6.4.1	Présentation du montage	184
6.4.2	Résultats obtenus	185
6.4.3	Homogénéité de la résistance sur la largeur des plaquettes	186

6.5 Porosité des plaquettes 186

Conclusion

Partie IV Simulation numérique de la compression de la poudre

Introduction

Chapitre 7

Modélisation des données expérimentales et démarche d'implémentation

7.1 Introduction 195
7.2 Mise en équation des données expérimentales 196
7.3 Création d'une subroutine 197
7.3.1 Equation caractéristiques du modèle 197
7.3.2 Intégration numérique 198

Chapitre 8

Compression de la poudre

8.1 Compression de la poudre en matrice 205
8.1.1 Remarque 205
8.1.2 géométrie et cinématique 206
8.1.3 résultats obtenus 206
8.2 Compression de la poudre en presse à rouleaux 207
8.2.1 cinématique et géométrie du lit de poudre 207
8.2.2 Conditions aux limites 208
8.2.3 Modélisation "3D en conditions 2D" 208
8.2.4 Pression variable sur la largeur 210
8.3 Conclusions sur la démarche 211

Conclusion générale	213
----------------------------	------------

Annexes	217
----------------	------------

Annexe A

Quelques définitions

A.1 Tenseur des contraintes :	217
---	-----

Annexe B

Quelques démonstrations

B.1 Relation entre le tenseur des contraintes et le tenseur des déformations	219
B.2 Loi associée	220

Annexe C

Théorie de Shima & Yamada (1984)

C.1 Equations constitutives du modèle	221
C.2 Méthode énergétique	222
C.2.1 Énergie de déformation	224
C.2.2 Énergie dissipée par frottement	224
C.2.3 Résolution du système	225
C.3 Conclusion	225

Annexe D

Le schéma de résolution explicite
--

Annexe E

Programme Fortran en mode IMPLICITE
--

Annexe F

Equations particulières de la méthode utilisée pour la subroutine
--

Annexe G

Programme Fortran en mode EXPLICITE
--

Annexe H

Nomenclature

Introduction générale

Problématique posée par l'entreprise Rhodia

Cette thèse a été réalisée en collaboration entre trois partenaires : l'entreprise Rhodia (Centre de Recherche de Lyon), l'Ecole des Mines de St Etienne (centre SPIN - science des processus industriels et naturels) et le laboratoire 3S (Sols, Solides, Structures), à Grenoble .

Un grand nombre de poudres produites par Rhodia sont stockées et transportées sous forme de sacs d'une tonne (appelés "Big-Bags" ou "Mag-Sacs"). Mais au cours des transports ou des stockages, certains pulvérulents ont tendance à s'agglomérer entre eux jusqu'à parfois créer une énorme motte d'une tonne, rendant la vidange des sacs des plus compliquées. Pour pallier ce problème, l'idée est d'augmenter la taille des grains de poudre en les transformant en granulés, afin d'améliorer leur coulabilité et de réduire les risques d'agglomération. Là, deux choix s'offrent à l'industriel : la granulation sèche ou la granulation humide.

La granulation humide consiste à agiter le produit en présence d'un liant pour faciliter l'agglomération des grains. C'est un processus qui peut être continu ou discontinu. La granulation sèche est toujours un procédé continu : la poudre de départ est acheminée entre des rouleaux, eux même placés sous une presse. La poudre est donc compactée et ressort sous forme de plaquettes. Ces plaquettes sont ensuite concassées dans un granulateur, composé de pales de broyage et d'un tamis. La taille du tamis donne la taille des grains. La Figure 1 présente ces différentes étapes.

La granulation sèche possède donc plusieurs avantages vis-à-vis de la granulation humide : elle consomme moins d'énergie et moins de produits liants ; elle améliore la productivité ; elle permet d'avoir une meilleure homogénéité de la taille des granulés ; les granulés ont moins d'humidité résiduelle.

En outre la granulation, qu'elle soit réalisée par voie sèche ou par voie humide, permet de limiter fortement la production de fines poudres qui génèrent une pollution dans l'air environnant et des pertes de matière coûteuses, et éventuellement d'élaborer des mélanges de poudre plus homogènes, avec des grains qui contiennent tous une même proportion de chacun des produits du mélange ; elle permet aussi un remplissage plus homogène des moules de pressage lors de la production de comprimés, ou encore la réduction du volume apparent du produit.

C'est ainsi que Rhodia pratique, avec succès, la granulation sèche sur certains de ses produits. Mais plusieurs poudres organiques posent des problèmes : parfois il faut une mise au point très longue avant d'obtenir les paramètres optimaux de compaction ; d'autres

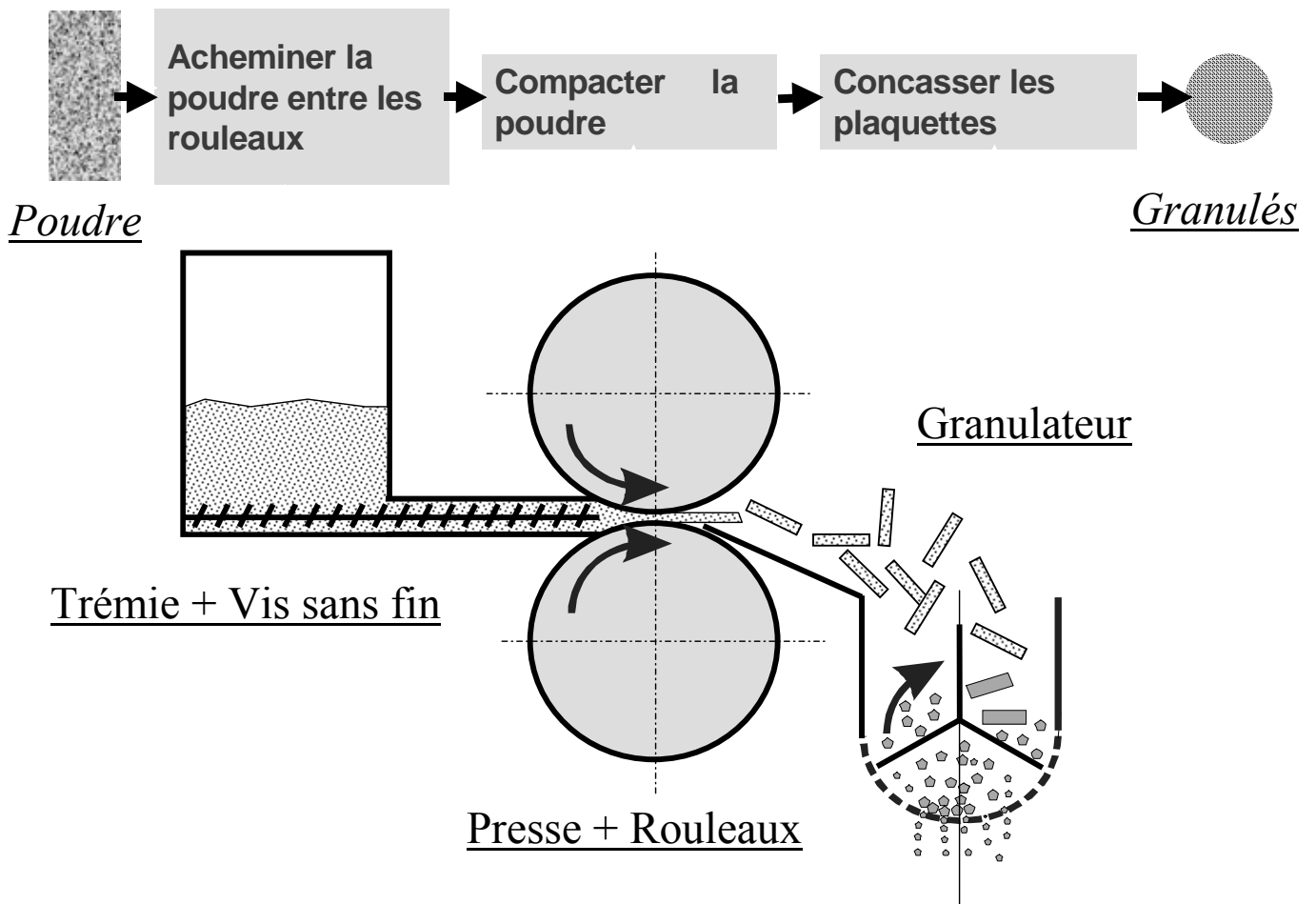


FIG. 1 – Les trois étapes de la granulation sèche des poudres

fois on n'y parvient pas. Bien connaître l'aptitude à la compaction et à la granulation des poudres reste ainsi un enjeu très important pour les industriels qui utilisent ou produisent des matériaux sous forme de poudre.

L'objet de cette étude est donc de chercher à mieux appréhender les liens qui peuvent exister entre les caractéristiques de la poudre, les paramètres d'alimentation et de compaction du procédé et les caractéristiques des plaquettes produites lors de la compaction en presse à rouleaux. Ainsi, par des expériences simples réalisées sur la poudre, le but est de gagner du temps sur l'optimisation du procédé ou de ne pas en perdre (si on trouve le moyen de savoir si oui ou non le produit peut être compacté). L'aspect "granulation" n'est pas traité ici dans son ensemble : l'étude s'arrête avant le passage de la plaquette dans le granulateur. Afin de répondre au mieux aux attentes de Rhodia, nous avons travaillé en parallèle sur deux fronts : d'une part au niveau expérimental, une presse à rouleaux instrumentée a été réalisée, pour permettre de visualiser un certain nombre de paramètres instrumentaux au cours de la compaction : le couple, l'entrefer et la distribution de pression à la surface des rouleaux ; d'autre part au niveau simulation numérique, en modélisant

le procédé sur un logiciel du commerce. L'objectif est de comprendre grâce au montage expérimental les paramètres qui ont une réelle influence sur l'état des compacts produits, et à un niveau intermédiaire sur les profils de pression entre les rouleaux. Nous voulons aussi valider les résultats de la simulation numérique en les confrontant aux résultats expérimentaux ; le but ultime étant de pouvoir travailler de manière prédictive à partir des tests simples sur la poudre de départ, et d'essais de simulation. En résumé, l'objectif de ce travail de thèse peut s'énoncer comme suit :

"A partir d'une poudre donnée, être capable par des expériences simples de caractérisation et grâce à la modélisation (numérique ou non) de : 1/prédire si cette poudre pourra être compactée en presse à rouleaux ; 2/connaître les paramètres optimaux de compaction ; 3/ savoir quelle qualité (homogénéité, densité, cohésion) pourra être obtenue au mieux sur les plaquettes produites ; et tout ceci en s'attachant à réduire au maximum le temps dévolu aux expériences et aux calculs numériques."

Pour ce faire, Rhodia a choisi un type de poudre organique qui lui pose problème. Le présent travail a été réalisé sur cette seule poudre.

État de l'art et articulation des travaux

Qui veut débiter sur le sujet de la compaction des poudres en presse à rouleaux lira les articles de Dehont et al. (1989) pour avoir un point de vue global du procédé et de ses applications ; et de Dec et al. (2001) pour un point sur les modèles.

L'objet de cette partie n'est pas de réaliser une bibliographie exhaustive et complète sur la granulation sèche des poudres, mais de donner succinctement des repères historiques de la granulation et des recherches effectuées sur le sujet. Ces dites recherches (expériences, modèles) seront développées plus complètement dans les différents chapitres de ce rapport de thèse.

La compaction des poudres en presse à rouleaux est un procédé utilisé depuis un grand nombre d'années et dans plusieurs secteurs industriels : il a été utilisé pour la première fois à la fin du XIX^e siècle pour la valorisation des fines de charbon sous forme de boulets. Dans les années 60, le procédé a commencé à être utilisé sur des poudres métalliques. Puis ce fût au tour des entreprises pharmaceutiques et chimiques de s'y intéresser, au milieu des années 80.

Aujourd'hui le traitement des pulvérulents en granules dans l'industrie est de l'ordre de la dizaine de milliards de tonnes par an. Il concerne entre autres : les charbons, qui représentent à eux seuls 3.5 milliards de tonnes par an, les ciments (un milliard de tonnes par an), les industries cosmétique, chimique et pharmaceutique etc. Dehont et al. (1989) ont bien résumé les champs d'application de la compression des poudres en presse à rouleaux. Ils discernent plusieurs champs opératoires :

- bP°. Les processus basse pression : Effort par unité de largeur des rouleaux $F_l = 2000kN.m^{-1}$,
- mP°. Les processus moyenne pression : $F_l = 2000$ à $6000kN.m^{-1}$,
- hP°. Les processus haute pression : $F_l > 6000kN.m^{-1}$,
- bT°. A température ambiante,
- mT°. A température moyenne (100°C),
- hT°. A haute température (jusqu'à 1000°C),
- Liant. Avec produit(s) liant(s),
- Ø. Sans produit liant.

Et ils associent à ces champs opératoires différents domaines d'application (cf. Tableau 1)

TAB. 1 – Les différents champs opératoires et domaines d'application de la compaction de poudres en presse à rouleaux

Domaine d'application	Pression	Liant	Température
houille, charbon de bois	bP°	Ø ou liant	mT°
minerais (chrome, manganèse, fer...)	mP°	Ø	mT°
oxydes métalliques	mP°	Ø	bT° ou mT°
poudres métalliques	hP°	liant	hT°
chaux, magnésie	hP°	liant	bT°
phosphates, carbonates	hP°	liant	bT°
argile	bP°	liant	hT°
potasse	mP°	liant	mT°
engrais	hP°	liant	bT°
sels (chlorure de sodium...)	mP°	liant	bT°
détergents	bP°	liant	bT°
alimentation surgelée	bP°	liant	bT° (-20°)
produits pharmaceutiques	bP°	liant	bT° (-20°)

Mais malgré ces nombreux champs d'application, la compression des poudres en presse à rouleaux demeure relativement peu étudiée et surtout très empirique. Et même si c'est un procédé simple à mettre en oeuvre, il met en jeu un grand nombre de paramètres, qui ne sont pas toujours bien maîtrisés.

Les précurseurs de l'étude de ce procédé sont apparus dans les années 60 : ce sont essentiellement Vinogradov, Chekmarek, Klimenko et Katashinskii pour le monde soviétique et Johanson, Worn, Perks, Tundermann et Singer pour le monde occidental. La plupart

de ces auteurs se sont attachés à étudier la compaction des métaux et des céramiques, avec une approche très empirique. Plusieurs d'entre eux ont développé des montages capables de mesurer la pression à la surface des rouleaux et même d'accéder au coefficient de frottement de la poudre à la surface des rouleaux.

C'est Johanson (1965*a*) qui fut le premier à proposer une modélisation, en s'inspirant des travaux de Jenike & Shield (1959) sur la coulabilité et la cohésion des poudres . Il sera suivi dans les années 80 par Katashinskii et Shtern (1983), qui ont une approche plus métallurgique et utilisent un modèle de Cam-Clay puis par Shima & Yamada (1984) qui ont pour leur part une approche énergétique. A l'aune du XXI^e siècle, des tentatives ont été effectuées en modélisation numérique en deux dimensions (Zavaliangos et al. 2003, Chang et al. 1999), toujours en utilisant des modèles de la métallurgie des poudres.

Le procédé, après avoir séduit les houillers et les métallurgistes, a été étudié dans les années 80 par les pharmaciens. En France, nous citerons Dehont et al. (1989). Il faut enfin remarquer la contribution notable de l'Université Technologique de Compiègne à travers trois thèses soutenues dans les années 90. Michel (1994), Petit-Renaud (1998), Simon (2000) se sont notamment intéressés aux relations entre l'alimentation et les compacts produits.

Ce travail de thèse s'inscrit donc dans la continuité de tous les travaux cités précédemment, tant pour l'aspect expérimental que théorique. La presse que nous avons développée s'apparente dans sa conception aux presses de laboratoire habituellement utilisées, mais possède des caractéristiques géométriques plus proches de celles des presses industrielles (cf Tableau2), et des dispositifs nouveaux en instrumentation.

TAB. 2 – Principales expériences de compactage en presse à rouleaux de la littérature

Référence	Diamètre des rouleaux (mm)	Largeur des rouleaux (mm)	Vitesse de la surface des rouleaux (mm.s ⁻¹)
Simon (2000)	130	50	0-100
Michel (1994)	100	46	0-100
Dec & Komarek (1992)	300 à 1000	50.8	48
Jérôme et al. (1991)	250	40	43-353
Shima & Yamada (1984)	80	20.2	16-100
Tundermann & Singer (1968)	85.2	50.8	0-669
Katashinskii & Vinogradov (1965)	175	38-79	28
<i>Lecompte</i>	240	50	0-377

En ce qui concerne la modélisation numérique, nous avons emprunté à la mécanique des sols le Cap model pour caractériser le comportement de la poudre de départ. La modélisation envisagée est en trois dimensions et cherchera à reproduire fidèlement le comportement spécifique dû au type d'alimentation (ici une unique vis sans fin horizontale).

Dans ce travail, dans un premier temps nous reviendrons sur les différents aspects théoriques et expérimentaux de la compaction des poudres en presse à rouleaux, établissant les prérequis et la justification des travaux présentés ensuite : la caractérisation de la poudre (Seconde partie) et une étude expérimentale de la compaction (Troisième partie). La quatrième partie traitera de la modélisation numérique et donnera une synthèse des apports de ce travail de thèse.

Première partie

Etudes et modélisations de la compaction des poudres en presse à rouleaux

Introduction

Dans cette partie, nous présentons dans le détail les aspects expérimentaux et théoriques de la compaction en presse à rouleaux. Dans un premier temps nous suivons le cheminement de la poudre et voyons à chaque fois quels types d'expérimentations et de montages sont proposés par la littérature pour chacune des étapes du procédé et lesquels paraissent adéquats dans un but de modélisation. Par la suite nous présentons une analyse critique la plus complète possible des deux théories phares de la compaction en presse à rouleaux : le modèle de Johanson et l'approche du type Katashinskii et Shtern. L'étude de ces théories a déjà été traitée de nombreuses fois, mais jamais de manière extrêmement détaillée. Notre démarche a donc été de reprendre point par point le déroulement des théories en faisant ressortir les hypothèses clés, afin de pouvoir éventuellement formuler des avis critiques sur la question. De plus, l'étude de ces théories est un bon moyen de se familiariser avec la compaction des poudres en presse à rouleaux et de comprendre l'intérêt de réaliser une étude expérimentale plus poussée. Nous terminons par la présentation des approches numériques effectuées dans la littérature. Tout ceci nous permettra d'exprimer l'ensemble de nos besoins expérimentaux pour la caractérisation mécanique de la poudre, ainsi que les options choisies pour l'expérimentation et la modélisation de la compaction des poudres en presse à rouleaux.

Chapitre 1

Aspects expérimentaux et types d'essais : De la poudre au granulé

Sommaire

1.1	Présentation	12
1.2	La poudre	13
1.3	L'Alimentation en poudre	13
1.3.1	Alimentation par gravité	14
1.3.2	Influence de l'air lors de l'alimentation par gravité	15
1.3.3	Alimentation forcée	17
1.3.4	Interactions Alimentation/Vitesse des rouleaux	18
1.3.5	Aspects géométriques	19
1.3.6	En résumé : comment choisir l'alimentation pour obtenir de bonnes propriétés sur les compacts ?	21
1.4	Les rouleaux et la compaction	24
1.4.1	Géométrie des rouleaux	24
1.4.2	Disposition des rouleaux	25
1.4.3	Entraînement des rouleaux et Presse	25
1.4.4	Mesure du couple d'entraînement	26
1.4.5	Plaques de confinement	26
1.4.6	Comportement du lit de poudre entre les rouleaux	26
1.4.7	Mesures de pression normale et de contrainte tangentielle à l'interface poudre/rouleaux	28
1.4.8	Influence du coefficient de travail et de l'entrefer sur les profils de pression	30
1.4.9	Influence des propriétés plastiques de la poudre et du coefficient de frottement poudre/paroi sur le profil de contrainte	32
1.4.10	Mesure de la densité de la poudre dans la zone inter-rouleaux	33
1.4.11	Mesures de l'entrefer et introduction du coefficient de pré-densification	34
1.5	Observations sur les Plaquettes	35

1.5.1	Aspect qualitatif	35
1.5.2	Efficacité du procédé	37
1.5.3	Moyens de caractérisation des plaquettes	38
1.6	Les granulés	40
1.7	Conclusion	41

1.1 Présentation

Par soucis de clarté, nous allons définir ce que sont l'entrefer, le lit de poudre, le compact ou la plaquette, la pression radiale, la contrainte tangentielle, la vitesse périphérique des rouleaux et la capacité. La Figure 1.1 illustre ces termes communément utilisés.

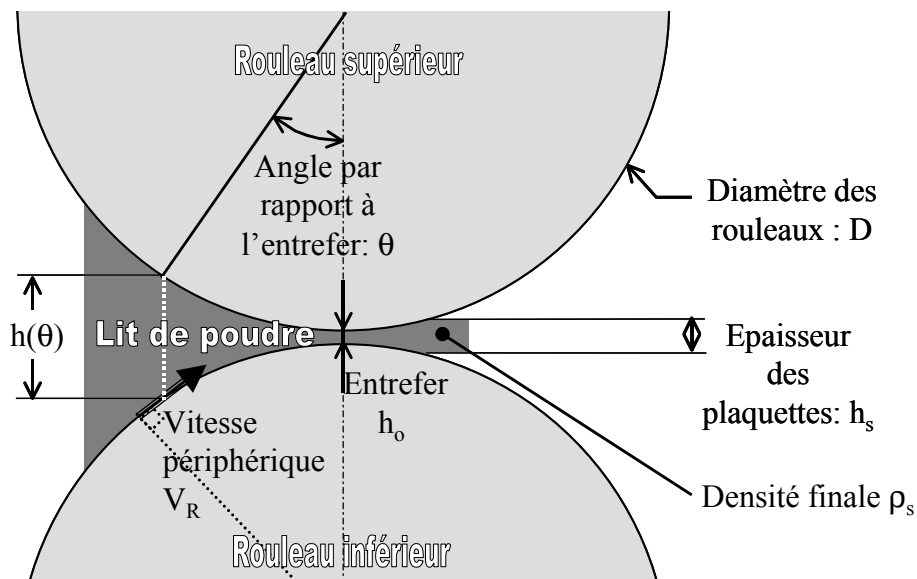


FIG. 1.1 – Les différentes variables et le vocabulaire communément utilisé pour la compaction en presse à rouleaux

- L'entrefer est la distance minimale séparant les deux rouleaux, c'est-à-dire la distance entre les deux rouleaux à la ligne des centres. Nous l'appellerons toujours h_0 .
- La pression radiale est la composante normale des contraintes exercées par les rouleaux sur la poudre, elle est aussi appelée contrainte normale aux rouleaux. Cette composante étant toujours du même signe (négative), nous préférons utiliser le terme de pression et l'appelons $P(\theta)$.

- La contrainte tangentielle est la composante tangentielle des contraintes exercées par les rouleaux sur la poudre. Elle est notée $\tau(\theta)$.
- Ce que nous appelons "lit de poudre" par la suite est l'ensemble de poudre compris entre les deux rouleaux, qu'elle soit densifiée ou non. Une tranche du lit de poudre est toujours positionnée avec l'angle par rapport à l'entrefer, que nous nommons θ . La hauteur du lit de poudre à la position θ sera nommée $h(\theta)$ ou parfois h_θ
- La vitesse périphérique des rouleaux (V_R) est la vitesse linéaire de la surface des rouleaux en m/s. Soit D le diamètre des rouleaux en m, N la vitesse de rotation des rouleaux en tr/min, et ω la vitesse des rouleaux en rad/s, on peut écrire :

$$V_R = \frac{\pi DN}{60} = \frac{\omega D}{2} \quad (1.1)$$

- La capacité de la presse est la masse de plaquettes produite par unité de temps, nous l'appellerons aussi débit massique, noté Q_m .

1.2 La poudre

Nous l'avons vu, la simplicité et les coûts opérationnels faibles de la compaction des poudres en presse à rouleaux font que ce procédé est très "populaire", et utilisé aussi bien pour les matériaux miniers, minéraux, métallurgiques, chimiques, alimentaires, cosmétiques que pharmaceutiques. Les propriétés d'écoulement de la poudre vont avoir une influence sur l'alimentation. Les propriétés de compaction vont, elles, jouer un rôle important à la fois sur l'alimentation et la compression entre les rouleaux. Les propriétés d'élasticité et de résistance à la rupture des grains vont conditionner la compression, la relaxation et l'état final des plaquettes produites. Il y a plusieurs moyens de mesurer ces différents paramètres, que nous énoncerons un peu plus loin (deuxième partie). Un autre paramètre prépondérant est le caractère hydrophile du produit. En effet, Inghelberg & Remon (1998) ont montré que sur certaines poudres pharmaceutiques, le fait d'humidifier la poudre réduisait considérablement la production de fines et améliorait la cohésion des compacts. Il a donc fallu au cours de nos essais contrôler le taux d'humidité dans l'air afin de s'assurer que nos essais soient bien reproductibles.

1.3 L'Alimentation en poudre

"*Le système d'alimentation est la clé d'un bon processus de compaction*" (Guigon & Simon 2003). Chaque poudre se compacte et s'écoule différemment. C'est pourquoi il existe plusieurs technologies d'alimentation, adaptées à chaque produit. On peut les classer en deux familles :

- L'alimentation par gravité : la trémie se trouve en général au dessus des rouleaux, qui sont installés horizontalement.

- L'alimentation forcée : les rouleaux peuvent être installés horizontalement ou verticalement et la poudre est acheminée par une ou plusieurs vis sans fin.

1.3.1 Alimentation par gravité

Si la poudre possède de bonnes qualités d'écoulement, une masse volumique assez conséquente et une bonne aptitude à la compaction elle pourra être introduite entre les rouleaux simplement par gravité. Mais quel que soit la poudre, on rencontrera avec ce type d'alimentation un certain nombre de problèmes : l'écoulement par gravité crée des fluctuations de l'alimentation (la poudre a tendance à s'écouler par 'paquets') ; le niveau du produit dans la trémie a une influence sur le débit de vidange et sur la pression à l'entrée des rouleaux ; l'air emprisonné dans le lit de poudre induit une vitesse limite de compaction pour laquelle le flux d'air remontant dans le lit de poudre crée de fortes hétérogénéités dans les plaquettes produites ; le débit de poudre n'est pas contrôlé, et induit aussi une vitesse limite de rotation des rouleaux pour laquelle la poudre ne s'écoule pas assez vite par rapport à l'entraînement des rouleaux.

Pietsch (1976) nous donne des pistes pour pallier ces problèmes. Dans l'idée d'avoir une distribution homogène de la poudre entre les rouleaux dans le sens transversal comme dans le sens d'éjection des compacts, la trémie peut être équipée de détecteurs de niveau ; on peut aussi installer une plaque de régulation de débit et des lames d'uniformisation en sortie de trémie (Figure 1.2).

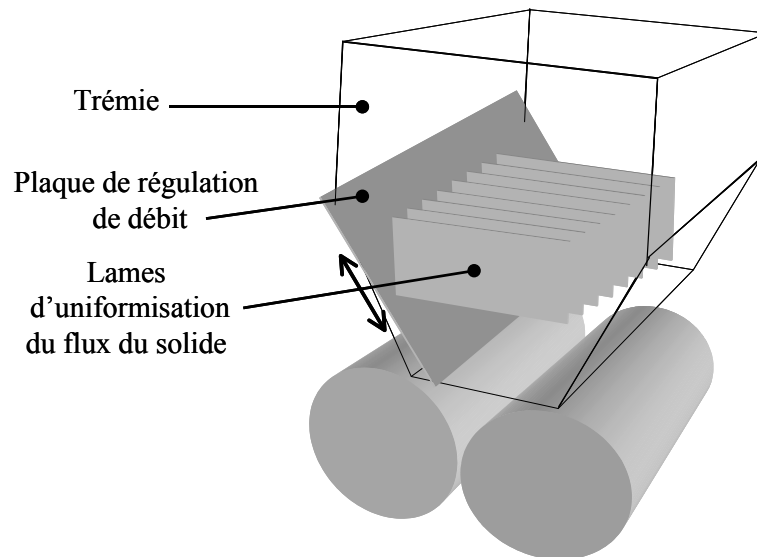


FIG. 1.2 – Systèmes de régulation et d'uniformisation du débit

On peut aussi alimenter la trémie par un distributeur mécanique, afin d'assurer une pression constante sur les rouleaux. Pour éviter la formation d'arches solides de poudre qui viendraient empêcher l'écoulement, et ainsi permettre une alimentation plus régulière, Dec (1987) a imaginé et utilisé une trémie équipée d'un vibreur. Vinogradov (2002) (Figure 1.3)

a brossé un inventaire des différents dispositifs utilisés avec une alimentation par gravité pour des poudres métalliques.

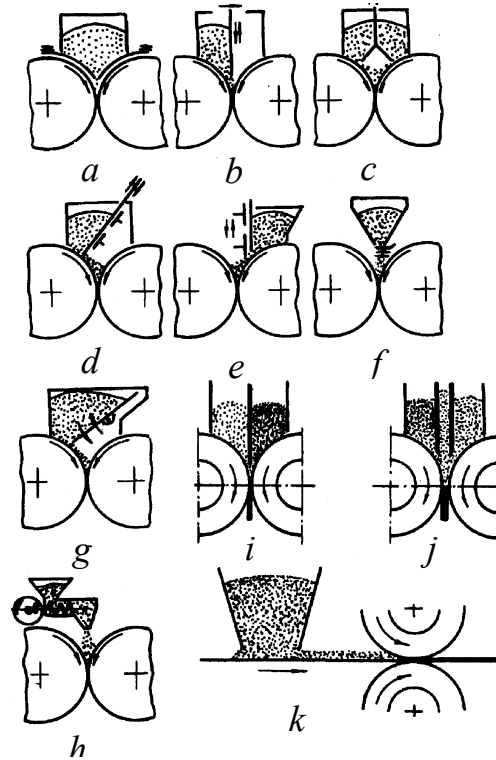


FIG. 1.3 – Les différents dispositifs d'alimentation par trémie pour les poudres métalliques : a et b : l'épaisseur des plaquettes est indépendante de la vitesse des rouleaux et est déterminée par la position des plaques d'alimentation ; g et h : Le niveau de poudre est établi en faisant varier le rapport entre le débit de la vis d'alimentation et la vitesse des rouleaux ; c, d et e : le débit de poudre est régulé en ajustant la largeur du passage entre les rouleaux et les plaques ; f : le débit de poudre est régulé sans rapport avec la position de la trémie par rapport aux rouleaux ; i, j et k : ce genre de système permet aussi la production de matériaux bi-métalliques ou tri-métalliques.

1.3.2 Influence de l'air lors de l'alimentation par gravité

Michel (1994) nous rappelle dans sa thèse que le gaz interstitiel a une réelle influence sur l'efficacité du compactage : un flux d'air transversal (suivant la largeur des rouleaux) engendre une diminution de la largeur de compactage. Spinov & Vinogradov (1967) ; le compact produit est moins large que la zone d'alimentation. Si le flux d'air est longitudinal (dans le sens de l'écoulement de la poudre), il a tendance à s'écouler au centre du lit de poudre et à engendrer une diminution de la densité des compacts au centre. Dans le premier cas, les plaquettes sont dentelées et des fines sont évacuées par le jeu entre les rouleaux et les plaques de confinement (si elles existent). Dans le second cas on

peut observer une rupture au centre des plaquettes produites. La Figure 1.4 illustre ces phénomènes, qui sont d'autant plus observés que :

- 1/ La vitesse des rouleaux est grande
- 2/ La largeur de la zone d'alimentation et des rouleaux est grande

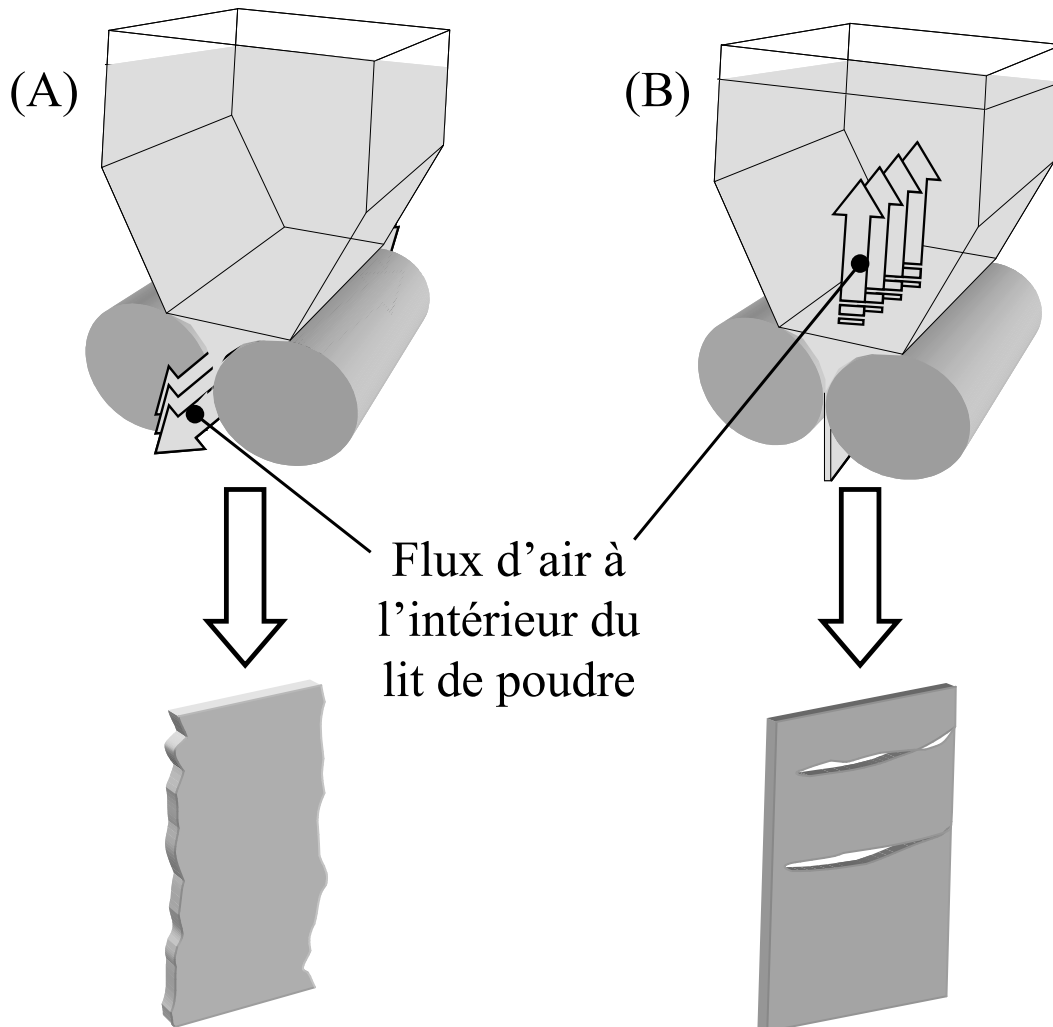


FIG. 1.4 – (A) L'air qui s'évacue sur les bords provoque une diminution de la largeur des compacts (Spinov & Vinogradov 1967) ; (B) L'air qui s'évacue vers le haut provoque une baisse de la densité au centre (Tundermann & Singer 1969)

En effet, une augmentation de la vitesse des rouleaux accroît la vitesse de l'air, et une augmentation de la largeur du lit de poudre accroît la quantité d'air à évacuer. Il existe donc une vitesse limite imposée par la désaération du lit de poudre, pour une largeur, un état de surface des rouleaux, et un type de poudre donnés. Une manière de résoudre ce problème est de désaérer la poudre en sortie de trémie ou dans la trémie avant qu'elle ne soit comprimée entre les rouleaux.

En résumé, l'alimentation par gravité sera utilisée pour des poudres relativement lourdes comme les poudres métalliques, avec les équipements adéquats pour la distribution et la désaération du lit de poudre. En ce qui concerne les poudres fines, légères et/ou à écoulement restreint, ce qui est le cas de la majorité des poudres utilisées dans les industries chimique et pharmaceutique, une alimentation forcée par une ou plusieurs vis sans fin montées en parallèle sera indispensable.

1.3.3 Alimentation forcée

La vis d'alimentation a un rôle très influent sur le bon fonctionnement du procédé car elle régule le débit de production, elle pré-densifie la poudre et exerce une pression de pré-compaction sur le lit de poudre. La géométrie des vis et leur position est très variable. Elles peuvent être disposées verticalement, horizontalement, voire inclinées. La Figure 1.5, montre les différentes configurations utilisées dans l'industrie. Chaque constructeur justifie son choix de manière différente et il semblerait que l'influence de ce paramètre soit très négligeable.

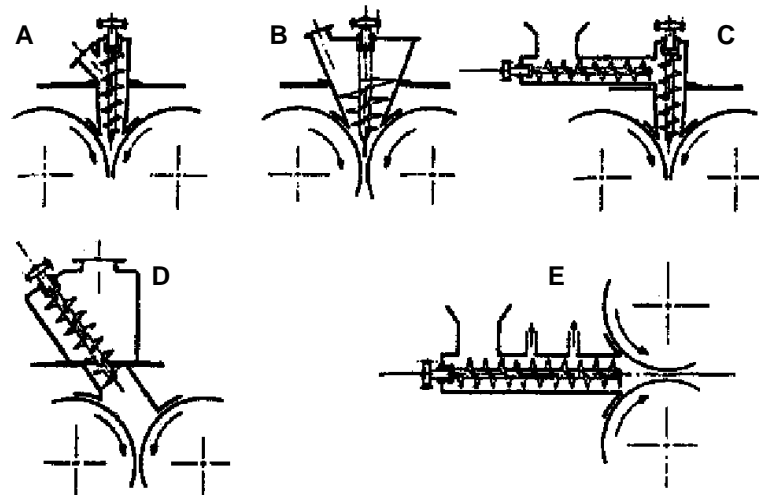


FIG. 1.5 – Les différents dispositifs d'alimentation forcée par une vis sans fin (Pietsch 1996)

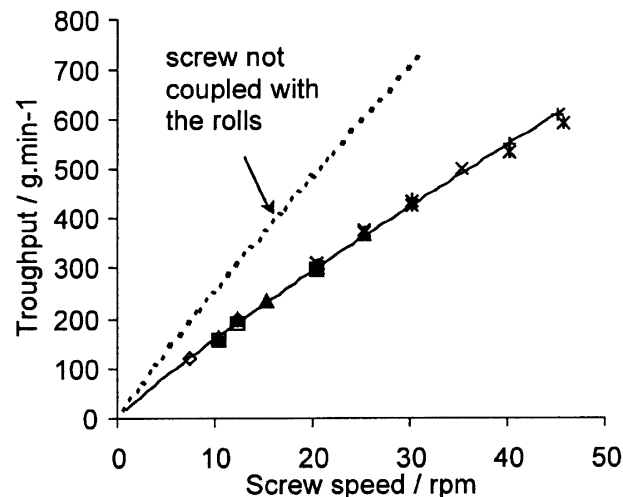
La vis peut être à pas, diamètre et longueur variable ou non. Aucun article de la littérature ne mentionne explicitement de méthode de choix en ce qui concerne le type, la géométrie et l'inclinaison de la vis. Ce choix semble être l'apanage des constructeurs, qui adaptent de manière empirique l'alimentation au type de poudre et au débit volumique demandé par leurs clients. Pour une alimentation forcée, de la même manière que pour l'alimentation par gravité, il est très conseillé d'équiper le montage d'un système de désaération, afin d'éviter les flux gazeux d'une part, et la compression de l'air à l'intérieur des compacts d'autre part.

1.3.4 Interactions Alimentation/Vitesse des rouleaux

On ne peut pas vraiment parler d'alimentation sans parler de la vitesse des rouleaux. En effet, la capacité de la presse, c'est-à-dire la masse de matière comprimée par unité de temps, est limitée par la capacité de la poudre à être désaérée. C'est donc la vitesse de compaction de la poudre, qui est directement corrélée à la vitesse des rouleaux d'une part et au débit d'alimentation d'autre part, qui imposera une valeur limite de productivité au procédé. Il existe donc une valeur critique pour la vitesse des rouleaux et le débit d'alimentation à ne pas dépasser pour la capacité de la presse, à partir de laquelle l'air comprimé dans les plaquettes réduit leur résistance (Pietsch 1991).

En outre, les conditions de fonctionnement du procédé sont elles aussi imposées par le duo débit d'alimentation/vitesse d'entraînement des rouleaux. Ce rapport Vitesse des rouleaux (en tr/min) / Vitesse de la vis sans fin (en tr/min) a été appelé coefficient de travail (C_w) par Goidin-Jérôme et al. (1992). Les mêmes auteurs affirment que sur les poudres pharmaceutiques les ajustements de vitesse sont plus importants que les ajustements habituels de pression, la vis d'alimentation ayant un rôle très important de pré-densification (Hervieu et al. 1994). Nous verrons tout de même que si les vitesses ont une influence non négligeable, on peut difficilement ne pas tenir compte de la pression, qui va avoir une influence sur la valeur de l'entrefer et de la densité finale des plaquettes.

Sheskey & Hendren (1999) disent d'ailleurs le contraire lorsqu'ils exposent leurs résultats sur des polymères : pour eux lorsque la pression augmente, le pourcentage de fines augmente et des fissures apparaissent sur les plaquettes aux faibles vitesses d'alimentation, alors que les variations des vitesses de la vis d'alimentation et des rouleaux ont peu d'influence sur la tenue mécanique des compacts produits... Nous nous ferons notre propre



Roll speed Vr rpm \diamond 3.9 \square 5.9 \blacktriangle 6.9 \times 9.8 $*$ 11.8 + 15.1

FIG. 1.6 – Figure tirée de (Guigon & Simon 2003) : "Débit massique du compacteur en fonction de la vitesse de la vis sans fin pour différentes vitesses d'alimentation, comparé au débit massique délivré par la vis non couplée aux rouleaux"

idée sur la question dans la troisième partie de ce rapport.

Simon et Guigon (Simon 2000, Simon & Guigon 2003, Guigon & Simon 2003) ont observé les conséquences de l'utilisation d'une alimentation forcée par une vis sans fin cylindrique à pas constant sur les plaquettes produites et sur le lit de poudre dans la zone inter-rouleaux. Ils définissent trois zones de fonctionnement :

- Une zone de **sous-alimentation** : le débit assuré par la vis sans fin est trop faible par rapport à l'entraînement des rouleaux. A ce moment là, la poudre n'est pas compactée,
- Une zone de **sur-alimentation** : il y a trop de poudre acheminée par la vis comparé à l'évacuation possible entre les rouleaux,
- Une zone de **"bonne compaction"** : entre les deux zones précédentes, les compacts produits sont cohésifs.

Souvent le coefficient de travail, qui quantifie la "confrontation" entre la poudre acheminée par l'alimentation et la poudre qui peut effectivement être entraînée par les rouleaux paraît donc être un paramètre plus judicieux que la vitesse ou le débit de la vis sans fin seuls. Mais ce coefficient est un rapport de vitesses de rotation, ce qui n'a pas beaucoup de sens lorsqu'on veut transposer les résultats d'un montage à un autre. En effet chaque vis d'alimentation a une géométrie et une capacité propre et surtout cette capacité n'évolue pas proportionnellement à la vitesse de la vis. De plus les rouleaux ont un diamètre différent pour chaque montage, donc une vitesse périphérique différente pour une même vitesse de rotation.

Lors de leurs essais, Simon et Guigon ont trouvé que la capacité de la presse restait la même pour une même vitesse de la vis sans fin et une vitesse des rouleaux variable : la capacité de la presse est donc directement corrélée à la vitesse de la vis sans fin. Par contre, le débit massique (ou capacité) assuré par la vis à vide, c'est-à-dire non couplée avec les rouleaux est plus important (Figure 1.6). Cela signifie que la pression exercée par les rouleaux sur le lit de poudre modifie les conditions de glissement au niveau de l'hélice de la vis sans fin.

Si pour la même vitesse de rotation d'une vis donnée la capacité est constante quelque soit la vitesse des rouleaux, alors il paraîtrait plus judicieux d'utiliser, dans un souci d'universalité, la capacité sous charge de la vis sans fin plutôt que sa vitesse de rotation. De la même manière, la vitesse de rotation des rouleaux semble moins appropriée que la vitesse périphérique, c'est-à-dire la vitesse linéaire à la paroi des rouleaux, qui peut s'apparenter à une vitesse "d'entraînement" de la poudre.

1.3.5 Aspects géométriques

Guigon et Simon ont aussi visualisé l'influence de l'alimentation forcée sur l'homogénéité des compacts suivant leur largeur. Les Figures 1.7 nous montrent des résultats obtenus en effectuant un suivi de points à l'aide d'une camera. Nous pouvons observer que la vitesse des grains dans la zone d'alimentation oscille fortement, avec une périodicité correspondant à la vitesse de rotation de la vis sans fin. Les Figures 1.8 nous montrent les conséquences de ces variations de vitesse sur la mesure de la pression à l'interface

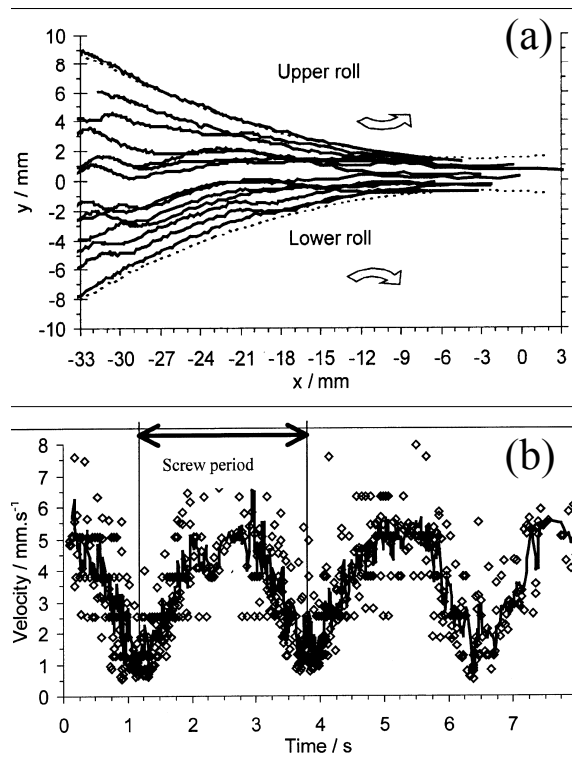


FIG. 1.7 – (a) Tracé des trajectoires des particules avec des positions initiales différentes; (b) Vitesse axiale des particules en fonction du temps dans la zone $x \in (-33; -28)$ et $y \in (-2.5; 2.5)$, c'est-à-dire en sortie de vis sans fin et au voisinage du plan de symétrie du montage, moyenne sur cinq mesures consécutives (matériau = lactose + 0,5% de charbon + 0,5% de stearate de Mg). On remarque que la vitesse moyenne des particules oscille entre 0,5 et 6 $\text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$ avec une fréquence qui correspond à la fréquence de rotation de la vis (vitesse de rotation de la vis, $V_s=22,7$ rpm) (Guigon & Simon 2003)

poudre/paroi des rouleaux. Nous pouvons voir que là aussi, le maximum de pression oscille avec une fréquence semblable. Enfin la Figure 1.9 montre des résultats sur la densité des compacts, mise en évidence par mesure de transmission de lumière à travers les plaquettes. Tous ces résultats illustrent le fait que la position angulaire de la dernière spire de la vis sans fin a une influence sur la distribution de pression dans le lit de poudre et donc sur l'uniformité des plaquettes. Les auteurs ont effectué des tests complémentaires avec une alimentation à piston (donc sans rotation et avec une avance constante) et n'ont pas observé de phénomènes cycliques. Ils en ont donc déduit que les oscillations périodiques de la densité des plaquettes, du mouvement de poudre et de la pression étaient essentiellement dues à la forme et au mouvement de la vis sans fin.

La poudre ne subit pas une pression uniforme en sortie de vis sans fin (dans le plan perpendiculaire au mouvement global du matériau), mais cette pression est directement corrélée à la position de l'extrémité de l'hélice de la vis. La Figure 1.10 illustre leur postulat : lorsque la dernière spire de la vis est loin du plan d'alimentation (ici position du dessus), la poudre comprise entre la spire et le plan d'alimentation est peu compactée,

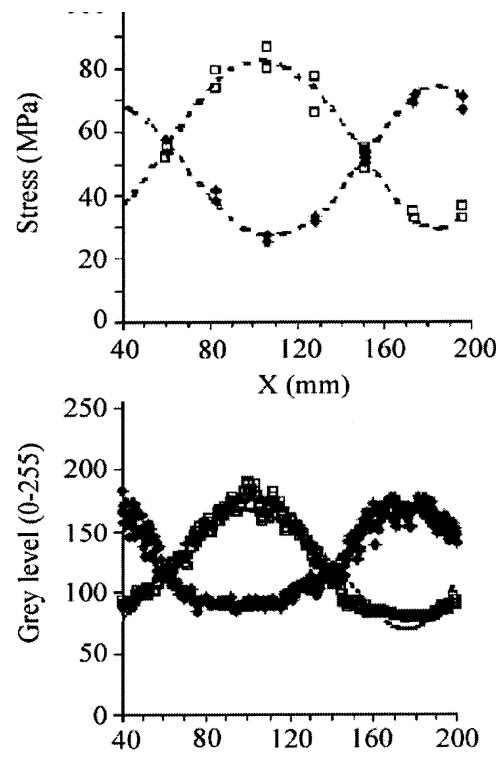


FIG. 1.8 – Figure tirée de (Simon & Guigon 2003). En haut : courbes de pression maximale en fonction du temps, pour des capteurs placés symétriquement par rapport au plan médian des rouleaux (\blacklozenge capteur 1 et \square capteur 2). En bas : mesure des niveaux de gris sur les positions des deux capteurs de pression. On peut observer sur ces figures que la position angulaire de la vis sans fin a bien une influence sur la pression d'une part et la densité du compact d'autre part.

et ne pousse pas la poudre qui est devant elle, entre les rouleaux. Mais lorsque la vis tourne, cet espace se réduit et la pression locale augmente, jusqu'à surpasser la "contre-pression" induite par les rouleaux et permet de faire avancer la poudre. Ainsi, plus la poudre est compressible et plus on observera de fluctuations sur la pression. La Figure 1.11 montre les oscillations du maximum de pression mesuré par deux capteurs disposés symétriquement de part et d'autre du plan médian des rouleaux. On observe nettement que la pression exercée sur le chlorure de sodium varie beaucoup moins que pour l'alumine, qui est plus compressible.

1.3.6 En résumé : comment choisir l'alimentation pour obtenir de bonnes propriétés sur les compacts ?

Nous l'avons vu, la géométrie et la cinématique de la vis sans fin, mais aussi les propriétés de compaction de la poudre utilisée ont une grande influence sur l'hétérogénéité des plaquettes. Malheureusement, les auteurs ne donnent pas vraiment de pistes pour résoudre ce problème. Il nous disent simplement que des plaquettes qui ont le même

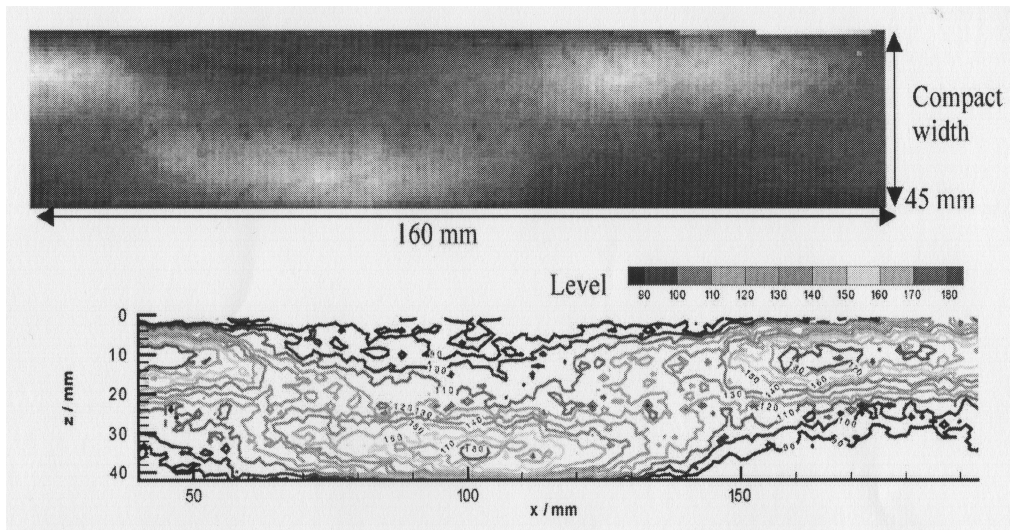


FIG. 1.9 – (Simon & Guigon 2003) Lumière transmise à travers une plaquette de chlorure de sodium (en haut) et niveaux de gris de la photographie (en bas) : les zones moins denses (plus lumineuses) alternent d'un côté à l'autre du compact. (Simon & Guigon 2003)

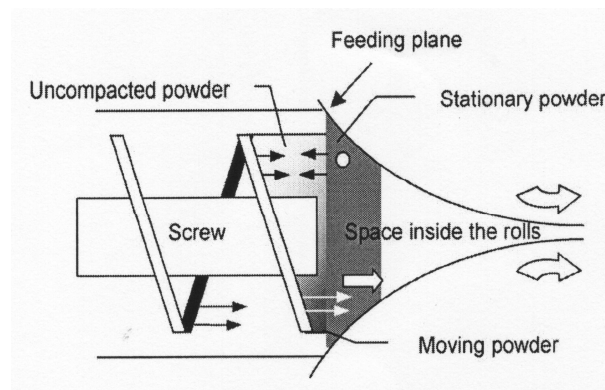


FIG. 1.10 – Schéma illustrant l'influence de la position de l'extrémité de la vis sans fin sur le mouvement des particules dans la zone inter-rouleaux. (Simon & Guigon 2003)

entrefers sont des plaquettes de même qualité, sans préciser ni ce qu'ils entendent par 'qualité' ni si un entrefers plus grand engendre une meilleure qualité ou si c'est l'inverse. Lammens & Pörtner (2000) nous donnent quelques pistes à ce sujet, en affirmant que l'entrefers joue un grand rôle dans l'homogénéité des compacts. Ils présentent pour ce faire des photographies du même genre que celles de la Figure 1.9, sur lesquelles on peut voir qu'un entrefers (imposé) plus grand permet de produire des compacts plus homogènes en atténuant l'effet de la vis sans fin.

Ce que l'on peut constater est que l'extrémité de la vis utilisée par Simon est le plus près possible des rouleaux, que les rouleaux sont eux même assez petits (130 mm de diamètre), et qu'il n'y a pas de pièce intermédiaire entre les rouleaux et la vis sans fin.

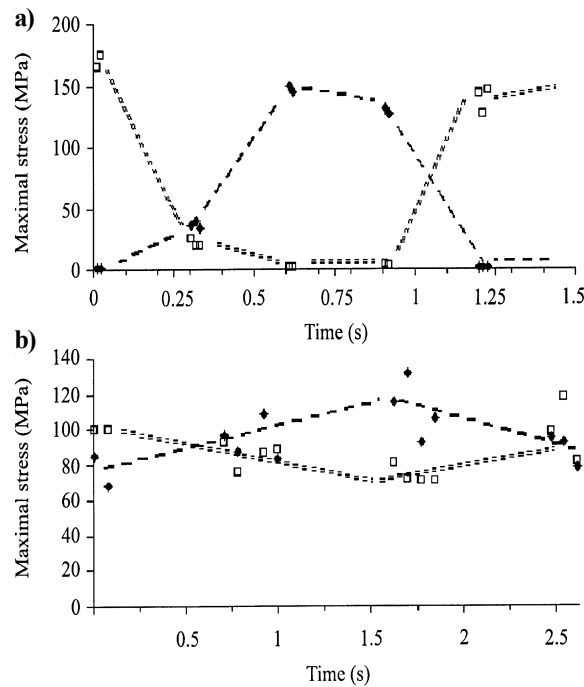


FIG. 1.11 – Pression maximale appliquée sur le lit de poudre, à 15 mm de part et d’autre du plan médian des rouleaux (\blacklozenge capteur 1 et \square capteur 2), en fonction du temps pour deux poudres différentes : (a) Alumine (b) Chlorure de Sodium (Simon & Guigon 2003). On peut observer ici que le Chlorure de sodium, moins compressible, subit moins de variations de pression entre les rouleaux

Avec des rouleaux plus grands, on peut imaginer que la contre-pression qu’ils exercent sera moins franche : pour une hauteur de la zone d’alimentation identique, la longueur de cette zone sera plus grande, augmentant l’espace de pré-densification et de ce fait créant une zone tampon. Ensuite, si on éloigne les rouleaux de l’extrémité de la vis et que l’on place une pièce intermédiaire de la forme adéquate, nous agrandirons encore cette zone tampon, rendant ainsi la pré-densification et la précontrainte plus homogènes dans le temps. Enfin, en diminuant le pas de l’hélice de la vis sans fin, l’effet de l’extrémité pourrait être atténué. Mais l’efficacité de la vis s’en verrait très probablement altérée.

De plus, il ne faut pas oublier le fait qu’on peut difficilement dissocier l’alimentation, le type de poudre et les rouleaux utilisés. Pour une poudre de compressibilité et de propriétés de frottement à la paroi données, la géométrie et la rugosité de la surface des rouleaux auront une grande importance. En effet, une augmentation du frottement (ou de l’adhérence) à la paroi des rouleaux entraîne une augmentation de la zone d’entraînement de la poudre et une augmentation de l’entrefer, diminuant de ce fait l’influence de la pression de pré-compaction et donc de l’alimentation. Il faudrait envisager une géométrie des rouleaux adaptée au type d’alimentation et au type de poudre, en n’oubliant pas le type de compacts que nous cherchons à obtenir.

Continuons donc le cheminement de la poudre : elle a été transportée vers la zone inter-rouleaux, est pré-compactée et va maintenant subir une forte pression de compaction entre

les rouleaux.

1.4 Les rouleaux et la compaction

1.4.1 Géométrie des rouleaux

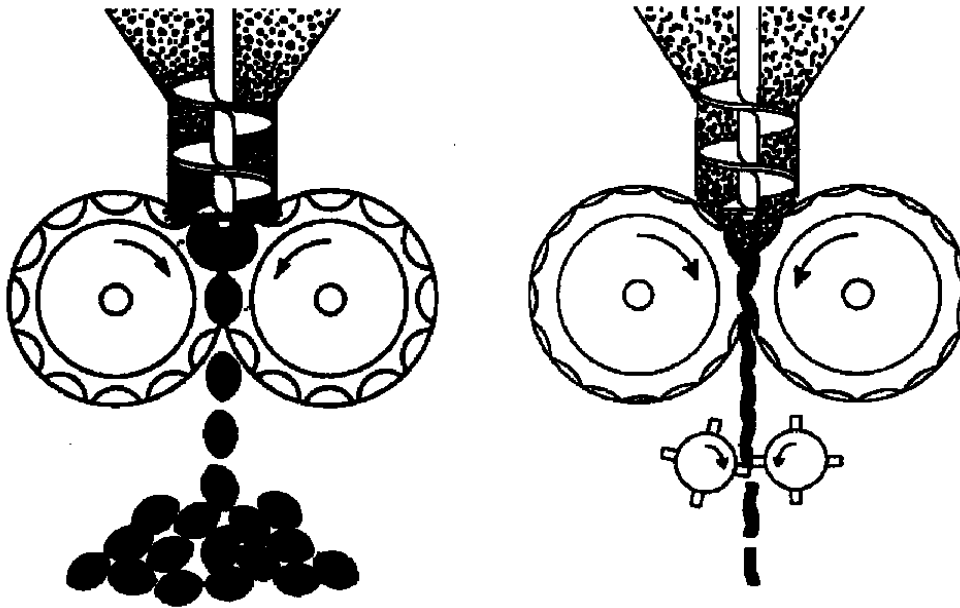


FIG. 1.12 – Les deux types d'utilisation de la compression en presse à rouleaux et les rouleaux associés : le briquetage et la compaction/granulation (Guigon & Simon 2003)

Le choix des rouleaux se fait avant tout en fonction du type de compacts que nous voulons obtenir. Dans ce travail de thèse, nous utilisons la compaction en presse à rouleaux dans le cadre d'un processus de compaction/granulation. Dans ce cas, les contraintes géométriques sur les plaquettes produites sont quasiment nulles. Ce qui importe est surtout que les plaquettes qui donneront des granulés soient cohésives et se dissolvent toutes à la même vitesse. En effet les produits élaborés par Rhodia sont souvent des produits semi-finis, destinés à être dissous avec d'autres produits par la suite. Mais la compaction peut être utilisée à d'autres fins. Par exemple pour la production de boulets de charbon, des poches seront évidées à la surface des rouleaux et donneront aux compacts leur forme définitive. On peut appliquer le même principe à la production de comprimés pharmaceutiques ou de doses de produits ménagers ou alimentaires, comme un palliatif à la compression en pastilleuses (compression entre deux poinçons). Nous parlerons alors de briquetage (de l'anglais *briquetting*). La Figure 1.12 présente ces deux types d'utilisation de la compression en presse à rouleaux.

Les rouleaux utilisés pour la compaction/granulation sont souvent corrugués, voire cannelés afin de mieux entraîner la poudre vers l'entrefer. Nous verrons par la suite que

le coefficient de frottement poudre/paroi a une influence non négligeable sur l'état de compaction des plaquettes produites.

Le diamètre des rouleaux intervient sur la taille de la zone de pincement (cf. Théorie de Johanson Chapitre 2, Section 1) et sur la pression maximale admissible (plus les rouleaux sont grands, plus la pression applicable est grande). La largeur des rouleaux, elle, a une certaine influence sur l'homogénéité des compacts produits : en effet, même en utilisant des plaques de confinement sur les cotés des rouleaux, il peut exister des effets de bord : la densité des compacts est moins grande sur les bords que sur les cotés. Donc si les rouleaux sont trop minces, les effets de bord peuvent intervenir jusqu'en leur plan médian. A l'opposé, si les rouleaux sont trop larges, les plaquettes peuvent avoir tendance à être détériorés au centre à cause de l'air qui est comprimé à l'entrefer.

Les presses de laboratoires sont souvent équipées de rouleaux lisses afin de simplifier les mesures et les calculs pour la modélisation. Ce sera le cas pour notre montage expérimental. Nous avons de plus choisi des rouleaux assez grands (240 mm de diamètre et 50 mm de large) afin de pouvoir exercer des pressions relativement élevées (jusqu'à 700 MPa). Évidemment, pour pouvoir supporter de telles pressions sans se déformer de manière trop significative, les rouleaux sont toujours traités en surface.

1.4.2 Disposition des rouleaux

Les rouleaux sont généralement de même diamètre. Ils peuvent être montés en chape (montage de roulements disposés de part et d'autre des rouleaux) ou en porte-à-faux. Chacun de ces deux types de montage a bien sûr ses avantages et ses inconvénients. Le montage en porte-à-faux permet un meilleur accès aux rouleaux pour la maintenance ou la surveillance des machines de production et pour la visualisation sur les presses de laboratoire. Le montage en chape est lui beaucoup plus rigide, mais moins accessible. C'est pourquoi la majorité des presses de laboratoire, n'ayant à supporter que de faibles charges et demandant un accès aisé à l'entrefer, sont souvent montées en porte-à-faux. Par contre, dès que l'on doit monter dans les hautes pressions et augmenter la taille des rouleaux et des structures, il est conseillé d'utiliser un montage en chape pour éviter un fléchissement de l'arbre moteur.

Nous avons pris le parti de nous rapprocher le plus possible des conditions industrielles (rouleaux de grand diamètre, couple et pression d'entrée assez élevés). Aussi notre montage sera le plus rigide possible, c'est-à-dire monté en chape.

Pour que l'entrefer puisse varier, toutes les presses à rouleaux sont munies d'un rouleau fixe et d'un rouleau mobile. Le rouleau mobile est en général guidé en translation par des chemins de roulements montés sur des rails de guidage.

1.4.3 Entraînement des rouleaux et Presse

L'entraînement des rouleaux peut se faire à l'aide de deux moteurs distincts, mais il est conseillé de n'utiliser qu'un seul moteur couplé à un réducteur permettant d'avoir exactement la même vitesse de rotation sur les deux rouleaux, pour éviter de créer un cisaillement dans le sens de l'évacuation des compacts. Néanmoins Masaki et al. (1997) ont étudié l'effet sur la densité des plaquettes de l'utilisation d'une vitesse différentielle

entre les rouleaux, assurée par le montage de deux rouleaux de diamètres différents. Ils montrent que pour un léger différentiel de vitesse (jusqu'à 1.33), les déformations dues au cisaillement induit par le différentiel permettent d'obtenir sur une poudre de cuivre électrolytique une densité plus grande, dans les mêmes conditions de pression et d'alimentation. Ce cas d'étude est assez isolé et s'il est applicable aux poudres de cuivre, rien ne dit qu'il l'est pour d'autres poudres.

La pression exercée sur les rouleaux est assurée en général par une presse hydraulique. Certaines presses de laboratoire n'ont pas de système de pression : c'est l'entrefer entre les deux rouleaux qui est fixé au début de l'essai. Ce mode de fonctionnement s'éloigne un peu trop du mode de fonctionnement industriel. Nous avons choisi de placer nos rouleaux sous une presse d'une capacité maximale de 500 kN, ce qui permet d'obtenir un effort maximal par unité de largeur sur les rouleaux de 10000 kN.m^{-1} (les valeurs de fabricants de presses varient entre 1000 et 15000 kN.m^{-1}). Cette presse peut être contrôlée en déplacements ou en efforts. Contrairement à plusieurs études de la littérature, nous ne travaillerons pas à entrefer constant, mais à effort global de la presse constant (ce qui est le mode d'utilisation le plus couramment employé dans l'industrie).

1.4.4 Mesure du couple d'entraînement

Le couple d'entraînement des rouleaux a été mesuré dans plusieurs travaux (comme celui de Tundermann & Singer (1968)). Les auteurs ont montré que pour des poudres métalliques, le couple avait tendance à augmenter fortement avec une diminution de l'entrefer. Il utilisent en général le terme de 'moment résultant' pour désigner le moment par unité de largeur nécessaire à l'entraînement des rouleaux.

Afin de mesurer ce moment résultant ($C_L = C/L$), notre montage est équipé d'un couple mètre disposé sur un des arbres moteurs.

1.4.5 Plaques de confinement

Pour éviter les pertes de poudre fine sur les bords des rouleaux, sont communément utilisées des plaques de confinement. Nous avons choisi de munir le montage de ce type de plaques, directement montées sur la pièce qui réalise l'interface entre la vis d'alimentation et la zone inter-rouleaux (cf. Deuxième partie).

1.4.6 Comportement du lit de poudre entre les rouleaux

Les théories que nous allons expliciter un peu plus loin (cf. 2.2 et 2.3) et les expériences données dans la littérature permettent de donner trois zones distinctes entre les rouleaux (Figure 1.13) :

- **a. La zone d'alimentation**, qui débute en sortie de vis ou de trémie. La poudre qui entre dans cette zone subit une pression de pré-compaction nommée en générale P_o . Dans cette zone les rouleaux glissent sur la poudre.
- **b. La zone de pincement ou de compaction** : c'est dans cette zone que la poudre subit une montée en pression significative. L'entrée dans cette zone est ca-

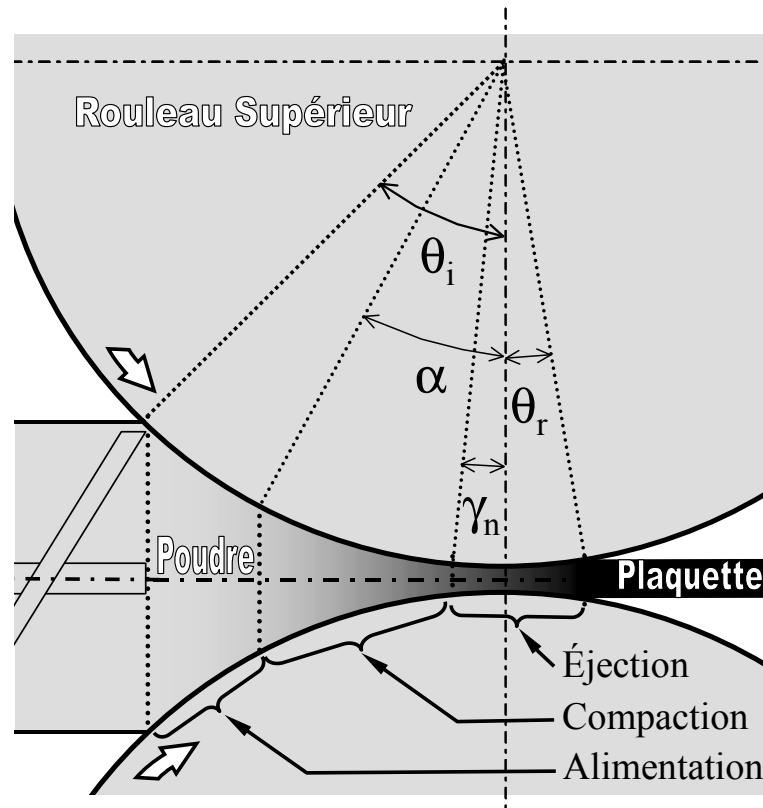


FIG. 1.13 – Les trois zones de l’espace inter-rouleaux : Alimentation/Compaction/Éjection et les quatre angles qui les caractérisent : l’angle d’entrée de la poudre θ_i , l’angle de pincement α , l’angle neutre γ_n et l’angle de relaxation θ_r ou θ_f

ractérisée par l’angle de pincement (de l’anglais *nip angle*). Communément nommé α il représente l’angle à partir duquel la poudre est entraînée par les rouleaux. Selon Johanson (1965b), à partir de cet angle la poudre en contact avec les rouleaux est entraînée à la vitesse de la paroi des rouleaux. L’existence de l’angle de pincement est communément accepté de tous. Il pose cependant un certain nombre de problèmes : comment trouver cet angle sur un profil de contrainte enregistré à la surface des rouleaux ? Comment peut-il exister une frontière si nette entre la poudre entraînée par la surface des rouleaux et celle qui ne l’est pas.

Pour Katashinskii & Shtern (1983a), la poudre est d’abord entraînée à une vitesse moins grande que celle des rouleaux, puis à partir d’un angle qu’ils appellent angle neutre (γ_n), c’est l’inverse qui se produit : la poudre ‘s’échappe’ plus vite que les rouleaux ne l’entraînent. C’est à partir de cet angle qu’on peut faire débuter la zone d’éjection.

- **c. La zone d’éjection** est donc délimitée d’un côté par l’angle neutre. De l’autre, c’est la relaxation des plaquettes, due à l’élasticité du matériau et de l’air emprisonné dans le compact qui imposera l’angle de relaxation (θ_r). En sortie de la zone d’éjection, la plaquette n’est plus en contact avec les rouleaux.

1.4.7 Mesures de pression normale et de contrainte tangentielle à l'interface poudre/rouleaux

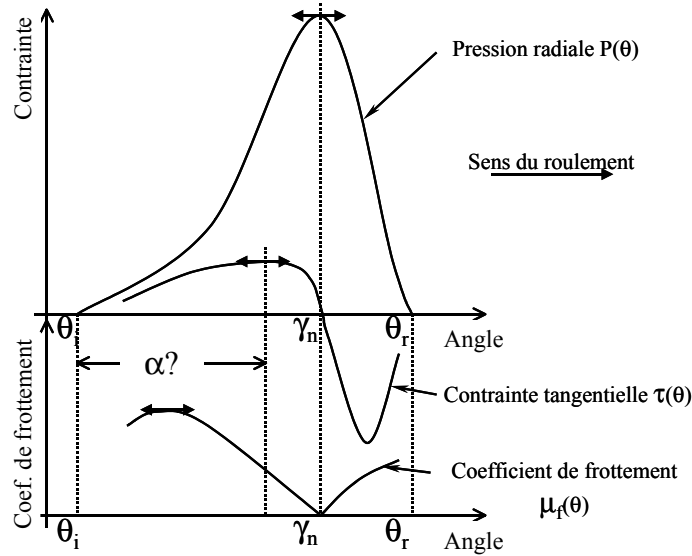


FIG. 1.14 – Profils de mesure de la pression radiale et de la contrainte tangentielle obtenus généralement dans la littérature.

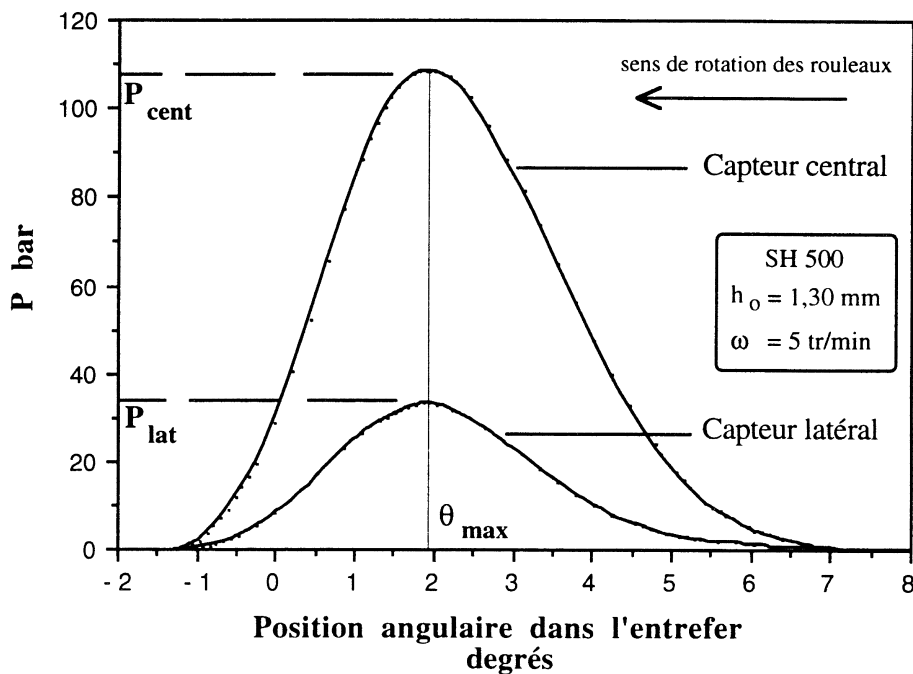


FIG. 1.15 – Profils de mesure de la pression radiale en deux endroits différents sur la largeur des rouleaux (Michel 1994)

De nombreux travaux expérimentaux ont été réalisés dans le but de mesurer les contraintes à la surface des rouleaux. Dans l'immense majorité des cas, le système utilisé comprend un ou plusieurs capteurs d'effort affleurant la surface du rouleau ¹. Pour observer les profils de contrainte en fonction de la position des rouleaux par rapport à l'entrefer, il faut ajouter au dispositif un capteur angulaire. R.T. Dec (1990), Michel (1994), Petit-Renaud (1998), Simon (2000) ont utilisé un tel dispositif. Pour obtenir les profils de contrainte tangentielle, certains auteurs (Chekmarek et al. 1963, Katashinski & Vinogradov 1965, 1966) ont mis en place des capteurs inclinés.

Les capteurs de force utilisés dans la littérature sont de deux sortes : dynamométriques à jauges de contrainte ou piézoélectriques. Les profils de contraintes mesurés à l'aide de ces capteurs ont toujours la même forme (Figure 1.14).

Chekmarek et al. (1963) interprètent ce graphique en définissant trois zones : jusqu'à un certain angle la contrainte tangentielle croît. D'après lui cela signifie que la poudre s'écoule dans cette zone moins vite que la paroi n'avance : c'est la zone de stagnation (en anglais *Lag Zone*). Ensuite cette contrainte décroît jusqu'à zéro. Nous sommes dans la zone dite d'adhésion. Lorsque la contrainte tangentielle est nulle, la pression radiale est à son maximum : nous sommes à l'angle neutre. Ensuite, la contrainte tangentielle est négative : cela signifie que c'est la poudre qui va maintenant plus vite que la paroi des rouleaux : nous sommes dans la zone d'éjection.

Nous avons placé les différents angles caractéristiques de la zone inter-rouleaux. L'angle θ_i correspond au pied de la courbe : c'est l'angle pour lequel la poudre entre en contact avec les rouleaux. L'angle de relaxation θ_r correspond lui à l'annulation des contraintes lorsque la plaquette formée quitte les rouleaux. L'angle neutre γ_n se trouve à la valeur maximale de pression radiale. Il est compliqué de positionner l'angle de pincement α . Certains le placent en θ_i . Mais il pourrait tout aussi bien se trouver au début de la zone d'adhésion puisque Johanson le définit comme l'angle à partir duquel la poudre adhère aux rouleaux ; ou encore quelque part entre les deux...

Michel (1994), Petit-Renaud (1998), Simon (2000) ont utilisé des capteurs piézoélectriques dans le but de rendre l'acquisition plus rapide et ainsi pouvoir effectuer des mesures fiables dans les grandes vitesses de rotation des rouleaux : la déformation du capteur crée une charge électrique qui est convertie en une tension (0...10V) proportionnelle. Michel (1994) et Petit-Renaud (1998) ont utilisé deux capteurs, un au centre et un vers le bord du rouleau, afin de visualiser les différences de pression radiale dues aux effets de bord. La Figure 1.15, tirée de la thèse de Michel (1994), nous montre le résultat obtenu lors de la compaction d'une poudre d'alumine, avec une alimentation par trémie. Il explique la grande différence de pression entre le centre et le bord par le fait que les plaques de confinement ralentissent la poudre, créant ainsi une différence de débit de poudre et donc de densité.

Simon (2000) a placé deux capteurs symétriquement par rapport au plan médian des rouleaux. Il observe (Figure 1.8) une alternance dans le temps des maximums de contrainte de part et d'autre des rouleaux. Ces résultats ne sont pas contradictoires, car Michel utilise une alimentation par gravité alors que Simon utilise une alimentation forcée. Néanmoins,

¹Seul Kuleshov (1985) a notre connaissance a utilisé la photo-élasticimétrie sur des matériaux biréfringents. Mais ses mesures se limitent aux basses pressions du fait de la faible résistance des rouleaux

mis à part l'influence de la position de la dernière spire de la vis d'alimentation, la forme de la vis elle même devrait accentuer la différence de pression entre le milieu et le bord des rouleaux (rappelons que la vis est de forme cylindrique alors que la zone inter-rouleaux est de forme rectangulaire ; il risque donc d'y avoir plus de poudre acheminée au centre que sur les bords).

Notre montage, au vu des travaux que nous venons d'énoncer, a pour ambition de donner des profils de pression en trois dimensions. Pour ce faire, nous avons monté trois capteurs de pression, placés plus ou moins loin du centre et de part et d'autre des rouleaux (pour plus de détails, lire la troisième partie de ce rapport)

1.4.8 Influence du coefficient de travail et de l'entrefer sur les profils de pression

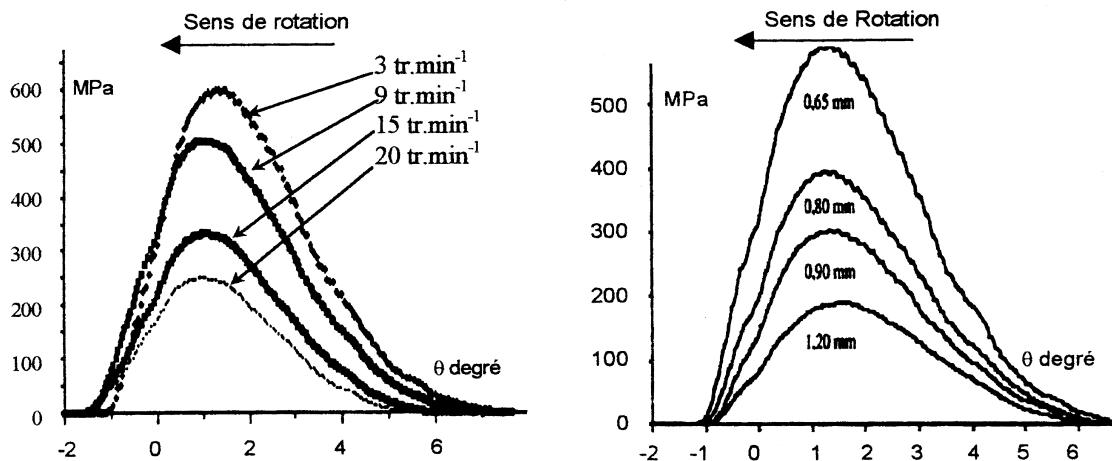


FIG. 1.16 – Profils de mesure de la pression radiale pour plusieurs conditions opératoires. A gauche : la vitesse de rotation des rouleaux varie ; à droite : l'entrefer varie (Michel 1994)

Michel, toujours avec une alimentation par trémie, a mis en évidence le fait que pour un entrefer donné, une augmentation de la vitesse de rotation entraînait une diminution de la pression maximale et de la largeur du profil des pressions, et un décalage de l'angle neutre, c'est-à-dire du sommet du profil, vers l'entrefer (Figure 1.16). Il a aussi montré qu'en augmentant l'entrefer pour une même vitesse de rotation, la contrainte maximale diminuait. Pour ce type d'alimentation, nous avons vu que le débit d'alimentation était directement corrélé avec l'aptitude à l'écoulement de la poudre. Ce qui signifie que pour un débit d'alimentation donné :

- à entrefer constant, la pression diminue avec un accroissement de la vitesse des rouleaux ;
- à vitesse constante, la pression diminue avec un accroissement de l'entrefer.

Avec une alimentation forcée et une commande de la presse en effort, on peut donc s'attendre à ce qu'une augmentation de l'effort pour un même coefficient de travail (Vi-

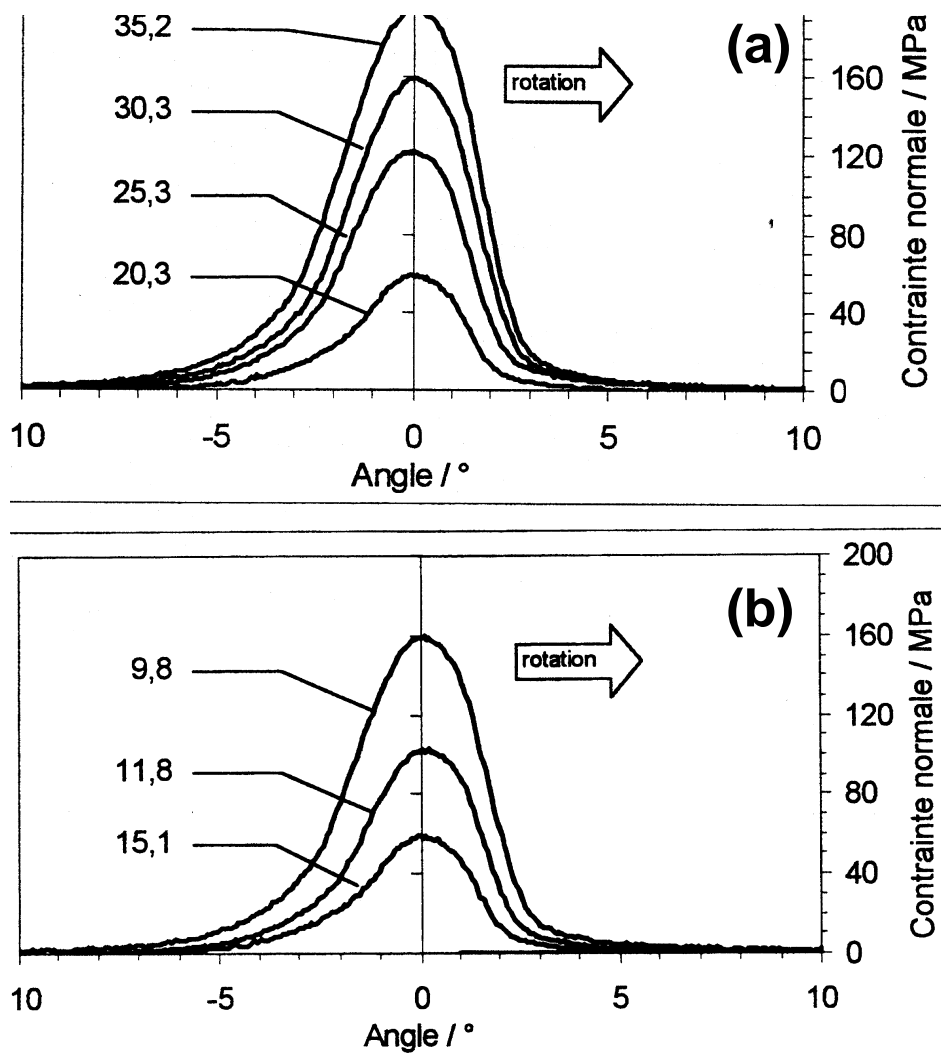


FIG. 1.17 – (a) Evolution des profils de pression radiale maximale à vitesse de vis d'alimentation constante en faisant varier la vitesse des rouleaux; (b) Evolution des profils de pression radiale maximale à vitesse de rouleaux constants et à vitesse de vis variable (Simon 2000)

tesse des rouleaux/ Vitesse de la vis) provoque une diminution de l'entrefer et donc une croissance du maximum de pression.

Pour un effort constant de la presse, l'aire sous la courbe de pression (en raisonnant en 2 dimensions) ou le volume (en travaillant en trois dimensions) doit être constant. Donc une variation du coefficient de travail pour un même effort va avoir tendance à aplanir (rendre "large et plat") ou accentuer (rendre "mince et pointu") le profil.

Des études dans ce sens n'ont jamais été réalisées de manière poussée, notamment en trois dimensions. Simon montre dans sa thèse l'évolution des profils de pression radiale maximale à vitesse de vis d'alimentation constante en faisant varier la vitesse des rouleaux, puis à vitesse de rouleaux constants et de vis variable (Figure 1.17). Le problème est qu'il

n'est pas dit si la pression évolue ou reste constante au cours des essais. Nous pouvons juste déduire qu'une augmentation de la vitesse de la vis ou une diminution de la vitesse des rouleaux ont le même effet : ils créent une augmentation de la pression de pré-compaction et de ce fait une augmentation de la pression radiale maximale subie par les rouleaux. De plus cette pression maximale globale n'est pas représentative d'une distribution globale de la pression. Il semble probable que la pression soit distribuée de manière plus homogène sur la largeur des rouleaux lorsque le coefficient de travail est petit : la pression étant plus forte, la poudre devrait se redistribuer sur la largeur des rouleaux.

On pourra mesurer l'uniformité des profils en effectuant le rapport entre la contrainte maximale et la contrainte moyenne du profil.

1.4.9 Influence des propriétés plastiques de la poudre et du coefficient de frottement poudre/paroi sur le profil de contrainte

Dec & Komarek (1997) ont représenté sur un diagramme l'évolution de la contrainte entre les rouleaux en fonction de certains paramètres de la poudre (Figure 1.18).

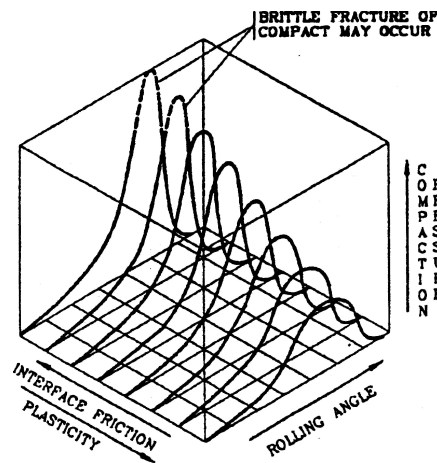


FIG. 1.18 – Evolution qualitative de la contrainte dans la zone inter-rouleaux en fonction des paramètres matériau : on y voit qu'une croissance du frottement poudre/paroi et une diminution de la plasticité du matériau provoquent une augmentation de la contrainte (Dec & Komarek 1997)

Sur cette figure on peut observer, de manière qualitative, que si le frottement à la paroi est très influent, la contrainte appliquée à la poudre l'est aussi. Ce que l'auteur appelle *plasticity* peut être compris comme "aptitude à la compression" : plus le matériau est compressible, moins il faut exercer de pression pour le compacter.

1.4.10 Mesure de la densité de la poudre dans la zone inter-rouleaux

Une étude intéressante a été réalisée pour visualiser l'évolution de la densité de poudre à l'intérieur des rouleaux par Tundermann & Singer (1969). Les auteurs ont stoppé en cours de processus la compaction d'une poudre métallique, récupéré la partie du lit de poudre assez cohésive pour être extraite, et visualisé la distribution de densités locales sur un plan perpendiculaire à l'axe des rouleaux. En partant de l'hypothèse que la poudre ne se densifie que dans la zone de compaction et que sa vitesse à la paroi est la même que celle des rouleaux, on peut écrire la densité d'une tranche de poudre ρ_θ pour un angle θ donné par rapport à l'entrefer en fonction de la densité du compact produit ρ_s :

$$\frac{\rho_s}{\rho_\theta} = \frac{h_\theta + h_0}{h_0} = \frac{D(1 - \cos \theta) + h_0}{h_0} \quad (1.2)$$

où h_θ est la hauteur de la tranche d'angle θ , h_0 est l'entrefer et D est le diamètre des rouleaux.

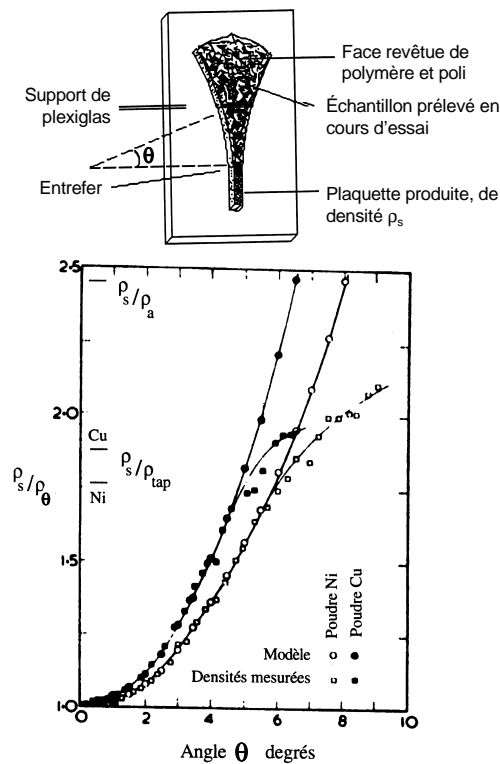


FIG. 1.19 – Densités mesurées par la méthode de Tundermann & Singer (1969) confrontées au modèle

Les auteurs ont confronté ces valeurs théoriques à leurs valeurs expérimentales. Les résultats sont consignés sur la Figure 1.19.

Nous pouvons remarquer qu'à partir d'un certain angle (environ 4,5° pour le cuivre et 6° pour le Nickel), les valeurs mesurées et calculées ne concordent plus du tout. Ce qui

prouve qu'avant ces angles, le mécanisme de densification par réduction de section est bien prépondérant alors que dans la zone des angles supérieurs, qui correspond à la zone d'alimentation, c'est un autre mécanisme qui doit être en jeu : il se peut qu'il y ait un réarrangement des particules.

Encore une fois, ces mesures ont été réalisées avec une alimentation par trémie. Il se peut qu'en exerçant une pression de pré-compaction plus importante à l'aide d'une alimentation forcée, la zone de compaction soit plus grande, voire que la zone d'alimentation soit réduite à néant, le réarrangement des particules se faisant dans la vis sans fin.

1.4.11 Mesures de l'entrefer et introduction du coefficient de pré-densification

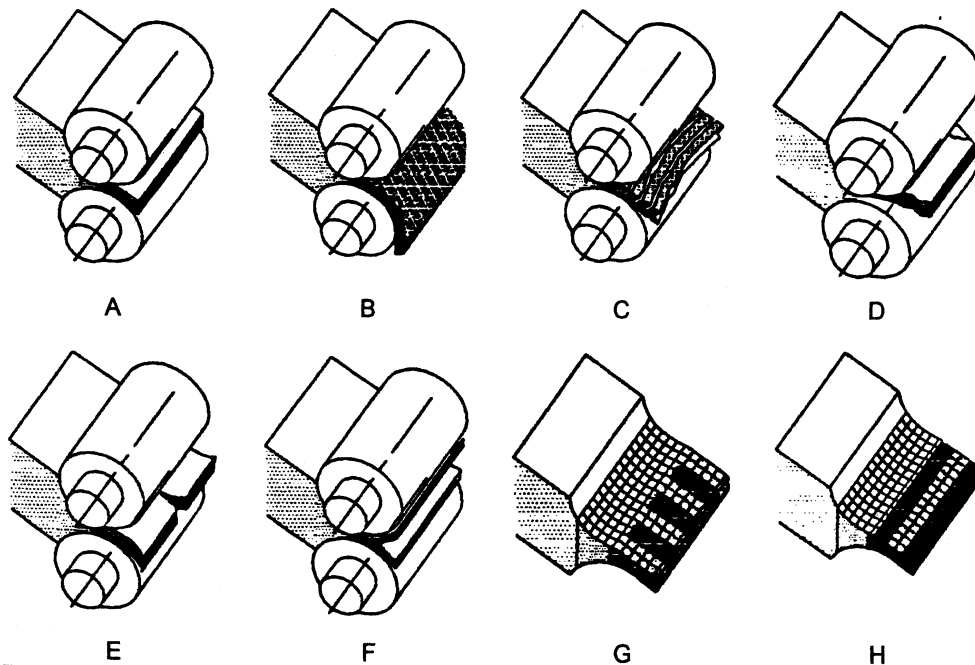


FIG. 1.20 – Différents cas de plaquettes rencontrés en sortie de presse : (a)plaquette de bonne qualité (b)poudre non compactée (c)cassure des plaquettes en 'allumettes' dans le sens transversal (d)pas de compaction sur les bords (e)rupture longitudinale au centre de la plaque (f)dédoublément de la plaque : rupture dans l'épaisseur (g) Distribution non uniforme suivant la largeur (h) Distribution non uniforme dans le sens d'avance de la plaquette (Dec 1995).

L'entrefer (en anglais *gap*) est la distance minimale entre les rouleaux ou encore la distance entre les rouleaux sur la ligne des centres. Sa mesure est en général assurée de manière indirecte par un ou plusieurs capteurs de déplacement mesurant la variation de distance entre les axes des rouleaux ou simplement le déplacement du rouleau mobile.

L'entrefer est évidemment très lié au coefficient de travail (rapport Vitesse de rotation des rouleaux/ Vitesse de rotation de la vis sans fin). Guigon & Simon (2003) expriment

l'entrefer h_0 en fonction du débit massique de la presse à rouleaux (Q_m) et de la vitesse périphérique des rouleaux (V_R). Nous appellerons le rapport suivant coefficient de pré-densification et le noterons R :

$$R = \frac{Q_m}{L \cdot V_R} \quad (1.3)$$

où L est la largeur des rouleaux. Nous obtenons ainsi :

$$h_0 = \frac{Q}{L \cdot \rho_s \cdot (1 - \eta_1) \cdot V_R} = \frac{R}{\rho_s \cdot (1 - \eta_1)} \quad (1.4)$$

η_1 est le glissement de la poudre sur les rouleaux :

$$\eta_1 = 1 - \frac{V_{poudre}}{V_R} \quad (1.5)$$

et ρ_s est la masse volumique moyenne des compacts.

Pour établir cette relation, les auteurs supposent que la différence entre l'épaisseur des plaquettes formées et l'entrefer est négligeable. Nous verrons par la suite qu'avec notre poudre cette hypothèse n'est pas vraiment vérifiée. Mais si nous acceptons ici cette hypothèse et négligeons le glissement de la poudre à la paroi dans les zones de densification et d'éjection, nous pouvons écrire :

$$h_0 = \frac{R}{\rho_s} \quad (1.6)$$

De plus, si nous supposons que dans la zone de bon fonctionnement les compacts produits ont une densité constante dans le temps, alors nous pouvons en déduire que l'entrefer est directement proportionnel au coefficient de pré-densification R.

R est une alternative au coefficient de travail énoncé par Goidin-Jérôme et al. (1992). R nous paraît plus facilement transposable entre des études sur des presses de géométrie différente.

Si les hypothèses que nous avons formulées sont vérifiées, alors à partir du moment où nous choisissons pour R une valeur correspondant à une zone de bon fonctionnement, nous pourrions prédire la valeur de l'entrefer. Il suffira de vérifier lors de nos essais si la variation de l'entrefer est linéaire par rapport à R.

Le rapport R, l'entrefer, la compressibilité des compacts, les contraintes subies dans la zone inter rouleaux, tous ces paramètres vont avoir une influence sur les compacts produits. Nous allons maintenant décrire qualitativement quels types de plaquettes ont été observées dans la littérature et quels types d'essais plus quantitatifs ont été réalisés.

1.5 Observations sur les Plaquettes

1.5.1 Aspect qualitatif

Dec a très bien résumé par un schéma (Figure 1.20) les différents cas de plaquettes rencontrés en sortie de presse. Pour le type de poudre que nous utilisons, un autre mode de

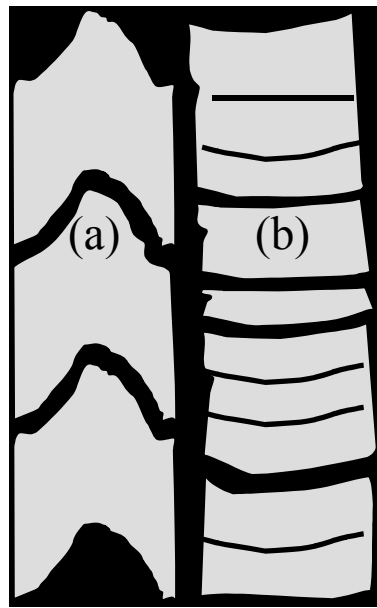


FIG. 1.21 – Modes de rupture observés par Englander (1996) sur des poudres pharmaceutiques : (a) Craquelures (type "arêtes de poisson"), (b) Zébrures (type "allumettes")

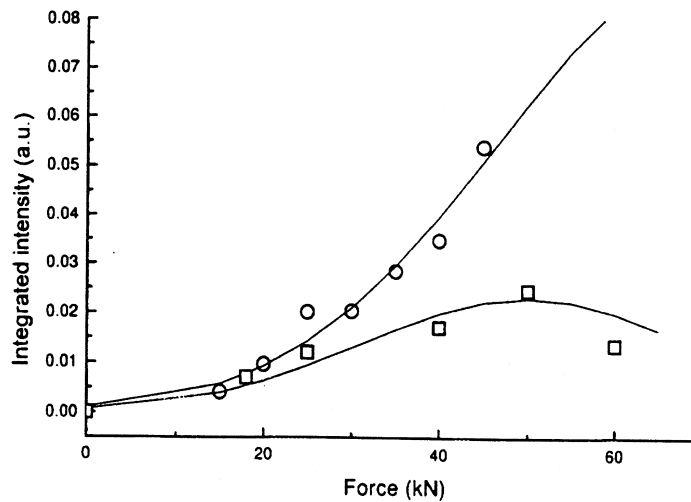


FIG. 1.22 – Résultats d'émissions acoustiques réalisées par Solanen et al. (1997) sur des poudres pharmaceutiques : chaque emission acoustique comprise dans les fréquences sensibles correspondre à la relaxation du produit est enregistrée via l'air par un microphone ; les sons de la machine sont d'une fréquence très inférieure aux sons du lit de poudre. L'intensité et le nombre de ces emissions sont donc enregistrés dans le temps, puis les courbes mesurées sont (sous forme de pics) intégrées. C'est cette "intensité intégrée" qui est présentée sur le graphique : \circ pour la cellulose micro cristalline ; \square pour l'amidon de maïs.

rupture est observé, qui a déjà été évoqué par Englander (1996) sur des poudres pharmaceutiques : la plaque subit des craquelures "en forme d'arêtes de poisson" (Figure 1.21).

Solanen et al. (1997) ont réalisé des essais d'émission acoustique sur deux poudres d'élasticité différente pour mesurer les émissions acoustiques de relaxation des produits dans la zone inter-rouleaux : une cellulose micro cristalline (MC) et un amidon de maïs (MS). Ils ont mis en évidence le fait qu'à partir d'un certain effort de compression exercé par la presse le nombre de ces émissions acoustiques chute pour l'amidon alors qu'il continue de croître pour la cellulose (Figure 1.22). Les auteurs ont remarqué que lorsque les émissions acoustiques dues à la relaxation de l'amidon commençaient à chuter, les plaquettes produites étaient morcelées en sortie de presse. La relation entre les propriétés de résistance et d'élasticité du matériaux est donc mise en évidence : l'amidon de maïs est deux fois plus élastique que la cellulose micro cristalline (modules d'Young de ces deux matériaux : $E_{amidon}=370$ MPa , $E_{cellulose}=710$ à 1030 MPa), et se brise à partir d'un certain effort de compression.

Sans aller jusqu'aux fissures visibles à l'oeil nu, certaines micro-fissures ou hétérogénéités dans la microstructure peuvent apparaître, en particulier lors de la compression de mélanges de poudres de comportements plastiques différents. Gronau & Regener (1997) ont visualisé ce phénomène par mesures d'ultra-sons sur un alliage aluminium/titane réalisé en presse à rouleaux : les atténuations des ondes permettent de déceler les micro-fissures dues à la baisse de plasticité du titane vis-à-vis de l'aluminium en cours de compaction. Ce moyen de mesure permet aussi, en observant les variations de vitesse d'ondes ultrasoniques, de différencier les compositions chimiques dans les plaquettes.

Mais il n'est pas toujours obligatoire d'obtenir des plaquettes lisses et belles au regard et au toucher. En effet, dans un objectif de compaction/granulation, peu importe la forme des compacts produits, pourvu qu'ils soient cohésifs, denses et que le procédé engendre peu de poudres fines.

Nous touchons du doigt un problème assez caractéristique de la compaction des poudres à rouleaux, à savoir quels sont les moyens de caractériser l'efficacité du procédé et la qualité des plaquettes produites.

1.5.2 Efficacité du procédé

On peut affirmer que d'un point de vue industriel de productivité, l'efficacité du procédé sera caractérisée par le débit de plaquettes produites, pour une consommation d'énergie par masse de poudre produite la plus faible possible. Mais il faut pour cela se placer non seulement dans la zone de bon fonctionnement, zone pour laquelle des plaquettes cohésives sont produites, mais aussi compacter des plaquettes de bonne qualité.

En général, est considérée de bonne qualité une plaquette dense et de distribution de densité homogène. Pour la production de plaques métalliques par rouleaux lisses ou encore de comprimés par briquetage, il faudra aussi contrôler l'aspect final du produit. Il faut savoir que souvent l'aspect final du produit est liée à l'homogénéité des contraintes subies.

Katrus & Radchenko (1983) définissent l'indice de performance C_g du compactage en fonction de la densité initiale ρ_i du lit de poudre, de la densité finale ρ_s , de l'épaisseur finale du compact h_s et du diamètre D des rouleaux :

$$C_g = \frac{\rho_s h_s}{\rho_i D} \quad (1.7)$$

Cet indice paraît intéressant car il prend en compte la densité et l'épaisseur finale de la plaque, qui sont directement corrélés au débit de solide produit. D et ρ_i vont avoir une influence sur l'énergie dissipée au cours du compactage : D va jouer sur le couple d'entraînement des rouleaux, et plus ρ_i est petit par rapport à ρ_s , plus l'énergie de compression devra être élevée. Par contre il faudrait ajouter à cet indice un critère d'homogénéité C_h , qui pourrait être le rapport entre la densité maximale mesurée sur la plaquette produite ρ_{sMAX} et la densité moyenne de la plaquette $\tilde{\rho}_s$:

$$C_h = \frac{\rho_{sMAX}}{\tilde{\rho}_s} \quad (1.8)$$

Voyons maintenant quels sont les moyens utilisés pour caractériser les plaquettes et quels paramètres ont été observés dans la littérature.

1.5.3 Moyens de caractérisation des plaquettes

On l'a dit, les compacts peuvent être caractérisés selon leur géométrie, leur densité et leur résistance mécanique mais aussi parfois simplement de manière qualitative. **L'épaisseur de la plaque** est en général légèrement supérieure à la valeur de l'entrefer mesuré ($h_s > h_o$). Pietsch (1991) impute cet écart à trois causes différentes :

- **a.** L'élasticité du montage (déformation locale de la surface des rouleaux, jeu dans les axes des rouleaux) qui induit une erreur de mesure (il faut rappeler que la mesure de l'entrefer se fait en général de manière indirecte). Cette élasticité sera d'autant plus grande que le produit compacté est rigide : Shima & Yamada (1984), pour des poudres métalliques, attribuent cet écart de hauteur uniquement à la déformation du montage. Un moyen de visualiser la déformation des rouleaux et l'entrefer réel serait d'utiliser une caméra (et encore, cette mesure serait réalisée au bord des rouleaux seulement). Simon (2000), qui a utilisé une caméra, ne fait pas de remarques à ce sujet. Il faut aussi noter que certains auteurs ne mesurent l'entrefer qu'avant la compaction (ils l'appellent entrefer nominal). Il est donc évident que le rattrapage de jeu du montage joue dans ce cas un rôle très important. Ce ne sera pas notre cas puisque nous mesurerons l'entrefer durant tout le temps des essais.
- **b.** La relaxation de l'air emprisonné dans la plaquette lors de la compaction.
- **c.** L'élasticité du compact, qui se relaxe plus ou moins.

A priori, l'épaisseur des plaquettes de poudres organiques et pharmaceutiques, qui ont une porosité relaxée assez conséquente, augmente fortement en sortie de rouleaux : nous considérerons donc dans nos travaux que la différence de hauteur est essentiellement due à l'élasticité du produit et de l'air qui y est confiné.

Mesure de la densité : des tests de mesure de la distribution de masse volumique dans la largeur et l'épaisseur du compact ont été réalisés à l'aide d'un microscope QTM (Quantitative Television Microscope) par Tundermann & Singer (1969). Ils ont étudié de la poudre de fer et ont montré que les effets de bord étaient limités à une zone restreinte le long des rouleaux. Ils ont aussi montré l'existence d'une vitesse limite des rouleaux, pour laquelle la densité au centre est plus faible, du fait des mouvements de l'air. Enfin, ils ont observé qu'un entrefer réduit et une contrainte élevée amélioreraient l'homogénéité dans l'épaisseur.

Un moyen plus simple d'accéder à la masse volumique sur un endroit donné des rouleaux serait de prélever un échantillon dont on connaît parfaitement la géométrie et de peser cet échantillon. Nous avons effectué ce genre de prélèvements en poinçonnant la plaquette produite. On peut aussi affiner ces mesures en utilisant la porosimétrie mercure ou/et la pycnométrie hélium sur des fragments prélevés sur la plaque.

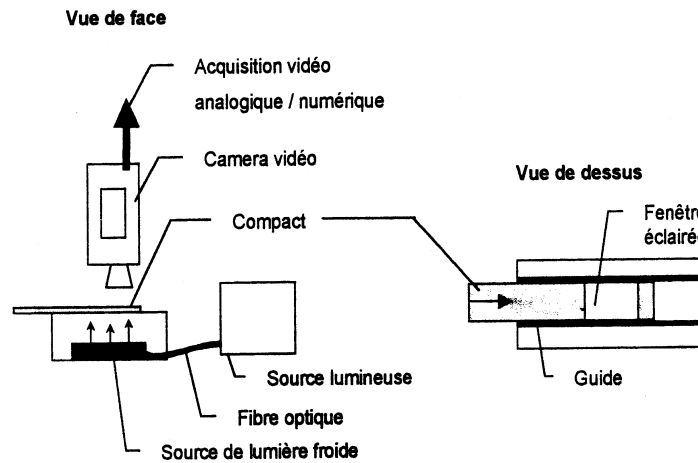


FIG. 1.23 – Dispositif de mesure de transmission de lumière (Simon 2000)

Simon (2000), nous l'avons vu, a procédé de manière plus qualitative, en mesurant la quantité de lumière traversant le compact. Il a ainsi pu conforter ses intuitions quant à l'influence de l'alimentation sur l'homogénéité des plaquettes formées. Le principe de la mesure, qui est d'ailleurs fortement inspiré des travaux de Tundermann & Singer (1969) dans sa réalisation, est schématisé sur la Figure 1.23.

Mesures de résistances mécaniques : Lorsque cela a été possible, c'est-à-dire que la cohésion de la plaquette l'a permis, certains auteurs ont taillé des éprouvettes dans les compacts produits pour effectuer des tests de rupture par traction uniaxiale. Tundermann & Singer (1969) ont ainsi pu montrer que la résistance à la rupture de plaques de fer électrolytique produites par compaction en presse à rouleaux était supérieure à celle de plaques produites par compression en presse uniaxiale. Ils ont aussi montré par les mêmes essais que la vitesse des rouleaux n'avait pas d'influence sur cette valeur de résistance. L'inconvénient de ce genre de test est qu'il est impossible de mesurer de résistance locale à la rupture.

Pour mesurer l'élasticité locale des compacts, Simon (2000) a utilisé des tests d'indentation, qui s'apparentent aux tests de dureté Rockwell. Il parvient par ces tests sur une

plaque de sel formée par compaction à mettre en évidence l'hétérogénéité du comportement élastique de la plaque (Figure 1.24).

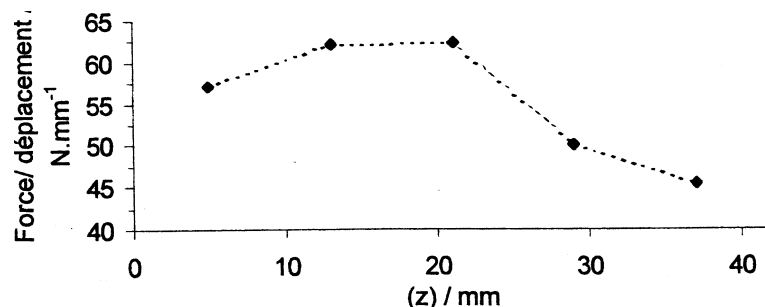


FIG. 1.24 – Mise en évidence de l'hétérogénéité du comportement élastoplastique en surface des plaquettes par des tests d'indentation (Simon 2000) : z est la position suivant la largeur de la plaquette

Nous pourrions penser, si les compacts que nous produisons nous le permettent, prélever des petits échantillons et accéder à la contrainte de rupture en traction par des essais de flexion trois points, ou encore des essais de compression diamétrale comme cela se fait sur les comprimés produits en presse uniaxiale. Mais effectuer ce genre d'essais sur des poudres pharmaceutiques ou organiques paraît douteux. Nous avons donc imaginé utiliser le test de poinçonnage évoqué pour la mesure de la densité afin de mesurer la contrainte à la rupture par cisaillement du compact. (cf. Partie 3)

1.6 Les granulés

Les mesures effectuées sur les granulés ont été empruntées à la pharmacopée : ce sont des tests d'attrition (rupture par rotation de pâles et mesure de la vitesse de reformation de la poudre), de chocs (lancé du compact d'une certaine hauteur), de friabilité, de granulométrie, de dissolution ou d'écoulement. Goidin-Jérôme et al. (1992) ont utilisé ce genre de tests de manière systématique sur des granulés réalisés par compaction/granulation afin de créer une hiérarchie entre les différents réglage du compacteur/granulateur. Ces tests ne permettent pas d'accéder à une valeur quantitative universelle de la résistance ou de l'élasticité des granulés.

On peut aussi réaliser des tests de compression en matrice, car parfois la granulation est utilisée à des fins de compression des granulés, qui ont l'avantage d'avoir une meilleure coulabilité et reproductibilité de remplissage des matrices de compression des pastilleuses.

A notre connaissance, la seule analyse quantitative de type absolu, c'est-à-dire qui ne dépend pas des conditions opératoires ou des machines de mesures elles mêmes, effectuée sur les granulés, est la mesure de leur densité moyenne, qui est bien souvent corrélée à leur cohésion (Sheskey & Hendren 1999).

1.7 Conclusion

Nous avons présenté l'ensemble des expériences réalisées autour de la compaction des poudres en presse à rouleaux. Nous avons vu que les mécanismes en jeu étaient assez bien appréhendés par les auteurs. Mais de manière assez nette, la compression des poudres non métalliques ainsi que l'alimentation forcée n'ont pas une place de choix dans la littérature. Les travaux des années 60 à 90 dans les pays sous influence soviétique concernaient les poudres métalliques comme le cuivre ou le fer, avec une alimentation par gravité. Les travaux effectués depuis les années 90 dans la pharmacopée et sur les produits organiques restent très qualitatifs (recherche d'une hiérarchie entre les solides). Il reste donc du grain à moudre (et à compacter...). Nous allons maintenant montrer qu'évidemment ces lacunes se répercutent sur les théories et les modèles analytiques de la compaction des poudres en presse à rouleaux.

Chapitre 2

Aspects théoriques : modélisation analytique de la compaction à rouleaux

Sommaire

2.1	Introduction	43
2.2	Théorie de Johanson (1965<i>b</i>)	44
2.2.1	Dans la zone d'alimentation	45
2.2.2	Critère d'écoulement de Jenike	45
2.2.3	Dans la zone de compaction	53
2.2.4	Détermination de l'angle α	56
2.2.5	Choix et dimensionnement d'une presse	57
2.2.6	Conclusion	59
2.3	Théorie de Katashinskii & Shtern (1983<i>a</i>)	60
2.3.1	Introduction	60
2.3.2	Établissement du système d'équations à résoudre	61
2.3.3	Résolution du système d'équations	71
2.3.4	Hypothèses	76
2.3.5	Conclusion	76
2.4	Conclusions sur les modèles existants	77

2.1 Introduction

Trois théories de référence apparaissent dans la littérature :

1. La théorie de Johanson (1965*b,a*), la première en date et la plus simple, fondée sur le fait qu'il existe une zone dite d'alimentation et une zone de compaction à proprement parler, et utilisant des lois de frottement assez simples entre les grains et des grains à la paroi. Cette théorie est développée dans la section 2.2.
2. La théorie de Katashinskii & Shtern (1983*a*), section 2.3, qui utilise le modèle de Cam-Clay, emprunté à la métallurgie des poudres, et postule l'existence d'un angle

neutre, avant lequel la poudre va moins vite que la surface des rouleaux, et après lequel la poudre glisse à la paroi en allant plus vite que les rouleaux.

3. La théorie de Shima & Yamada (1984), qui est une théorie fondée sur la minimisation de la dissipation d'énergie (Cette théorie ne sera pas développée, mais les grandes lignes sont présentées en annexe C).

2.2 Théorie de Johanson (1965b)

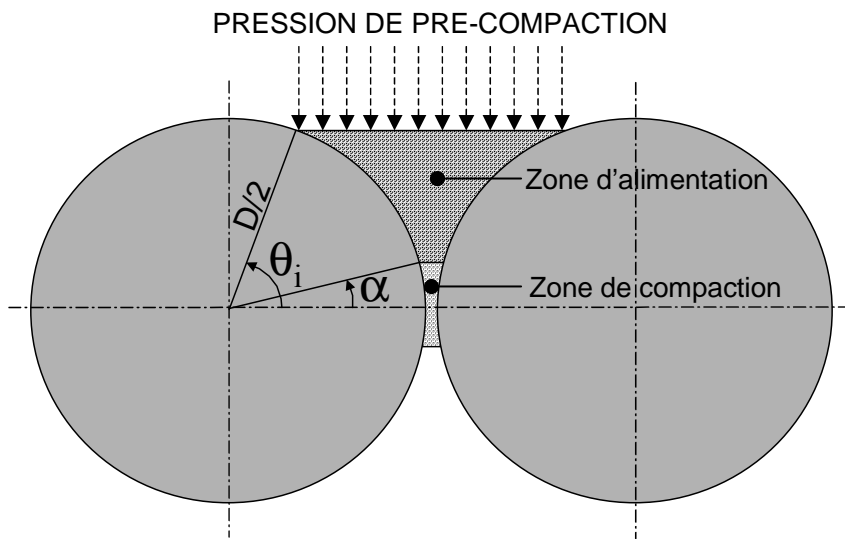


FIG. 2.1 – Les deux zones de la théorie de Johanson

La théorie de Johanson a été élaborée dans les années soixante. La grande idée de Johanson a été de séparer le lit de poudre emprisonné entre les rouleaux en deux zones :

- la zone d'**alimentation** dans laquelle on suppose que la poudre glisse par rapport aux rouleaux
- la zone de **compaction** où il est supposé n'y avoir aucun mouvement entre la poudre et les rouleaux.

La frontière entre ces deux zones est donnée par l'angle α , appelé angle de pincement (*nip angle*). La méthode de Johanson consiste à déterminer la valeur de cet angle et permettre ainsi le calcul des efforts et du couple exercés par la poudre sur les rouleaux au cours de la compression.

Cette théorie permet en fait de déterminer une relation entre :

- les caractéristiques géométriques de la presse : le diamètre D et la largeur L des rouleaux, l'entrefer h_0 entre les rouleaux,
- les caractéristiques macroscopiques de la poudre : δ (angle de frottement grain/grain), ϕ_w (angle de frottement grains/paroi), \mathcal{K} (compressibilité du matériau),
- les grandeurs mécaniques mises en jeu : P_0 (pression de pré-compaction ou d'alimentation), σ_θ (pression normale à la surface des rouleaux), F et C , effort et couple exercés par la poudre sur les rouleaux au cours de la compaction.

2.2.1 Dans la zone d'alimentation

Dans cette zone (Figure 2.1), Johanson utilise les propriétés géométriques des lieux d'écoulements décrits par Jenike & Shield (1959) afin d'obtenir dans un premier temps une relation entre les angles de frottement grain/grain δ et poudre/paroi ϕ_w . On appellera cette relation, **relation de Jenike**. Dans un second temps, Johanson effectue le bilan des contraintes exercées sur un volume élémentaire de poudre afin d'obtenir un système d'équations différentielles dont l'inconnue est le gradient de contrainte. Pour résoudre ce système, il utilise la relation de Jenike. La connaissance du taux de contrainte en $\theta = \theta_i$ et pour un certain nombre de points remarquables (les points situés sur l'axe de symétrie du lit de poudre et ceux situés à la surface des rouleaux) permet d'initialiser une résolution numérique du système. Ainsi, Johanson obtient une expression du taux de contrainte moyen dans la zone d'alimentation.

2.2.2 Critère d'écoulement de Jenike

Dans cette première partie, nous allons retrouver la relation de Jenike. Jenike & Shield (1959) ont élaboré une méthode fondée sur le modèle de Coulomb permettant de déterminer les angles de frottement grain/grain (noté δ) et poudre/paroi (noté ϕ_w) à l'aide d'une cellule appelée cellule de Jenike. Il consigne ses résultats dans le plan de Mohr (contrainte de cisaillement en ordonnée et contraintes normales en abscisse)

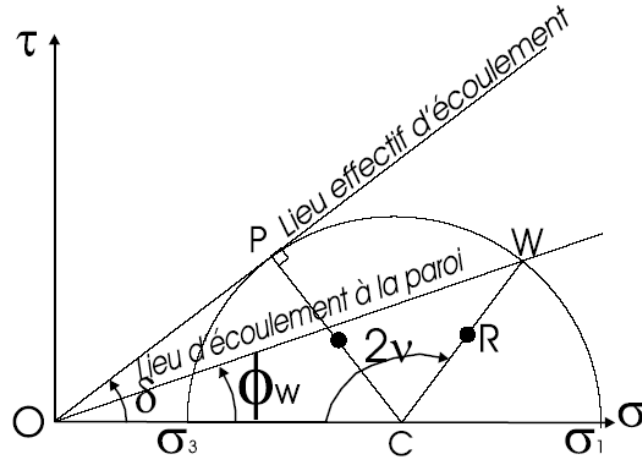


FIG. 2.2 – Les lieux d'écoulement de Jenike

Dans le triangle(OCW) de la Figure 2.2 :

$$\frac{\sin \widehat{OWC}}{OC} = \frac{\sin \phi_w}{CW} \implies \sin \widehat{OWC} = \frac{OC}{CW} \sin \phi_w \quad (2.1)$$

$$2\nu = \pi - \phi_w - \widehat{OWC} \quad (2.2)$$

Dans le triangle(OPC) :

$$\sin \delta = \frac{CP}{OC} = \frac{R}{OC} = \frac{CW}{OC} \implies \frac{OC}{CW} = \frac{1}{\sin \delta} \quad (2.3)$$

En combinant 2.1, 2.2 et 2.3 on obtient :

$$2\nu = \pi - \phi_w - \arcsin \frac{\sin \phi_w}{\sin \delta} \quad (2.4)$$

C'est la relation de Jenike. ν est l'angle formé entre les contraintes principales σ_1 et σ_3 et les contraintes normale et tangentielle au rouleau. Cet angle nous servira par la suite pour calculer des valeurs de la contrainte à la paroi.

Relations entre les contraintes

Nous pouvons obtenir un système d'équations différentielles partielles des contraintes en effectuant le bilan des contraintes appliquées à un volume élémentaire de poudre. Les effets dynamiques étant négligeables du fait des faibles vitesses de rotation des rouleaux, nous considérerons que le problème est statique.

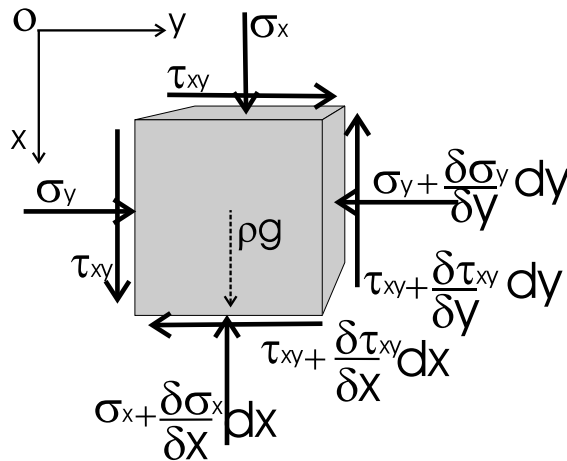


FIG. 2.3 – Bilan des forces sur un volume élémentaire

Dans notre cas, nous travaillons en alimentation forcée. La vis d'alimentation exercera un effort beaucoup plus important que la gravité. Il est donc réaliste de négliger l'action du poids devant celle de la vis sans fin.

D'après la Figure 2.50, en écrivant le principe fondamental de la statique en projection sur les axes $O\vec{x}$ et $O\vec{y}$ on obtient :

$$\begin{cases} \sum \vec{F}_{ext} \cdot \vec{x} = 0 \\ \sum \vec{F}_{ext} \cdot \vec{y} = 0 \end{cases} \implies \begin{cases} \frac{\partial \tau_{xy}}{\partial y} + \frac{\partial \sigma_x}{\partial x} = \rho g \\ \frac{\partial \tau_{xy}}{\partial x} + \frac{\partial \sigma_y}{\partial y} = 0 \end{cases} \quad (2.5)$$

Expression des contraintes en fonction de la contrainte moyenne et de l'angle δ

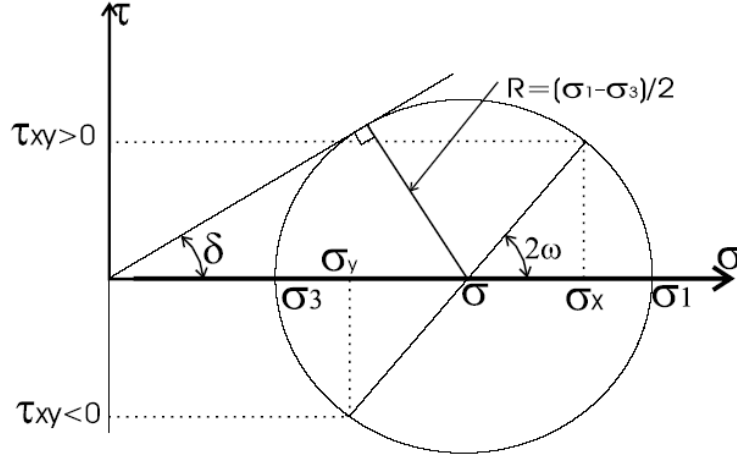


FIG. 2.4 – Relations géométriques entre les contraintes

En utilisant les propriétés géométriques dans le plan de Mohr des figures 2.2 et 2.4, on peut écrire le système de relations suivantes entre les contraintes (Nous supposons ici que l'angle δ est constant lorsque les contraintes varient) :

$$\begin{cases} \sigma_x = \sigma + \sigma \sin \delta \cos 2\omega \\ \sigma_y = \sigma - \sigma \sin \delta \cos 2\omega \\ \tau_{xy} = \sigma \sin \delta \sin 2\omega \end{cases} \text{ avec } \begin{cases} \sigma = \frac{\sigma_1 + \sigma_3}{2} \\ \sigma \sin \delta = \frac{\sigma_1 - \sigma_3}{2} \end{cases} \quad (2.6)$$

On déduit des expressions des contraintes données précédemment (équation 2.6) les expressions de leurs dérivées partielles :

$$\begin{cases} \tau_{xy} = \sigma \sin \delta \sin 2\omega \Rightarrow \begin{cases} \frac{\partial \tau_{xy}}{\partial x} = 2\sigma \sin \delta \cos 2\omega \frac{\partial \omega}{\partial x} + \sin \delta \sin 2\omega \frac{\partial \sigma}{\partial x} \\ \frac{\partial \tau_{xy}}{\partial y} = 2\sigma \sin \delta \cos 2\omega \frac{\partial \omega}{\partial y} + \sin \delta \sin 2\omega \frac{\partial \sigma}{\partial y} \end{cases} \\ \sigma_x = \sigma(1 + \sin \delta \cos 2\omega) \Rightarrow \frac{\partial \sigma_x}{\partial x} = -2\sigma \sin \delta \sin 2\omega \frac{\partial \omega}{\partial x} + (1 + \sin \delta \cos 2\omega) \frac{\partial \sigma}{\partial x} \\ \sigma_y = \sigma(1 - \sin \delta \cos 2\omega) \Rightarrow \frac{\partial \sigma_y}{\partial y} = 2\sigma \sin \delta \sin 2\omega \frac{\partial \omega}{\partial y} + (1 - \sin \delta \cos 2\omega) \frac{\partial \sigma}{\partial y} \end{cases} \quad (2.7)$$

En injectant les dérivées partielles obtenues en 2.7 dans le système 2.5, on obtient les deux équations différentielles partielles suivantes pour les variables σ et ω :

$$\begin{cases} 2\sigma \sin \delta \cos 2\omega \frac{\partial \omega}{\partial y} + \sin \delta \sin 2\omega \frac{\partial \sigma}{\partial y} - 2\sigma \sin \delta \sin 2\omega \frac{\partial \omega}{\partial x} + (1 + \sin \delta \cos 2\omega) \frac{\partial \sigma}{\partial x} = \rho g \\ 2\sigma \sin \delta \cos 2\omega \frac{\partial \omega}{\partial x} + \sin \delta \sin 2\omega \frac{\partial \sigma}{\partial x} + 2\sigma \sin \delta \sin 2\omega \frac{\partial \omega}{\partial y} + (1 - \sin \delta \cos 2\omega) \frac{\partial \sigma}{\partial y} = 0 \end{cases} \quad (2.8)$$

On effectue alors un premier changement de variable. L'idée est de simplifier les expressions de type $\frac{1}{\sigma} \frac{\partial \sigma}{\partial \bullet}$ en posant $\frac{1}{\sigma} \frac{\partial \sigma}{\partial \bullet} = \frac{1}{\cot \delta} \frac{\partial \Phi}{\partial \bullet}$. On obtient les équations suivantes :

$$\cos \delta \cos 2\omega \frac{\partial \omega}{\partial y} + \sin \delta \sin 2\omega \frac{\partial \Phi}{\partial y} - \cos \delta \sin 2\omega \frac{\partial \omega}{\partial x} + (1 + \sin \delta \cos 2\omega) \frac{\partial \Phi}{\partial x} = \rho g \frac{\cot \delta}{2\sigma} \quad (2.9)$$

$$\cos \delta \cos 2\omega \frac{\partial \omega}{\partial x} + \sin \delta \sin 2\omega \frac{\partial \Phi}{\partial x} + \cos \delta \sin 2\omega \frac{\partial \omega}{\partial y} + (1 - \sin \delta \cos 2\omega) \frac{\partial \Phi}{\partial y} = 0 \quad (2.10)$$

L'idée est maintenant de se retrouver avec deux équations aux dérivées partielles pour une seule variable chacune. Pour cela, nous effectuons un nouveau changement de variable en écrivant $\eta_1 = \Phi + \omega$ et $\eta_2 = \Phi - \omega$ (on remplace donc Φ par $\frac{\eta_1 + \eta_2}{2}$ et ω par $\frac{\eta_1 - \eta_2}{2}$ dans les équations 2.9 et 2.10).

On trouve :

$$\cos(\delta - 2\omega) \frac{\partial \eta_1}{\partial y} + [1 + \sin(\delta - 2\omega)] \frac{\partial \eta_1}{\partial x} - \cos(\delta + 2\omega) \frac{\partial \eta_2}{\partial y} + [1 + \sin(\delta + 2\omega)] \frac{\partial \eta_2}{\partial x} = \frac{\cot \delta}{\sigma} \rho g \quad (2.11)$$

$$[1 + \sin(\delta - 2\omega)] \frac{\partial \eta_1}{\partial y} + \cos(\delta - 2\omega) \frac{\partial \eta_1}{\partial x} + [1 - \sin(\delta + 2\omega)] \frac{\partial \eta_2}{\partial y} - \cos(\delta + 2\omega) \frac{\partial \eta_2}{\partial x} = 0 \quad (2.12)$$

En posant $\varrho = \frac{\pi}{4} - \frac{\delta}{2}$ (c'est-à-dire en remplaçant δ par $\frac{\pi}{2} - 2\varrho$ dans les équations), on obtient :

$$\sin 2(\varrho + \omega) \frac{\partial \eta_1}{\partial y} + (1 + \cos 2(\varrho + \omega)) \frac{\partial \eta_1}{\partial x} - \sin 2(\varrho - \omega) \frac{\partial \eta_2}{\partial y} + (1 + \cos 2(\varrho - \omega)) \frac{\partial \eta_2}{\partial x} = \frac{\cot \delta}{\sigma} \rho g \quad (2.13)$$

$$(1 + \cos 2(\varrho + \omega)) \frac{\partial \eta_1}{\partial y} + \sin 2(\varrho + \omega) \frac{\partial \eta_1}{\partial x} + (1 - \cos 2(\varrho - \omega)) \frac{\partial \eta_2}{\partial y} - \sin 2(\varrho - \omega) \frac{\partial \eta_2}{\partial x} = 0 \quad (2.14)$$

On multiplie alors l'équation 2.13 par $\sin(\omega - \varrho)$ (resp. par $\sin(\omega + \varrho)$) et l'équation 2.14 par $-\cos(\omega - \varrho)$ (resp. par $-\cos(\omega + \varrho)$) et on additionne les équations obtenues. Après simplification, on obtient les équations suivantes :

$$\frac{\partial \eta_2}{\partial x} + \tan(\omega - \varrho) \frac{\partial \eta_2}{\partial y} = a \quad (2.15)$$

$$\frac{\partial \eta_1}{\partial x} + \tan(\omega + \varrho) \frac{\partial \eta_1}{\partial y} = b \quad (2.16)$$

avec a et b définis comme suit :

$$a = \frac{\rho g \sin(\omega + \varrho)}{2\sigma \sin \delta \cos(\omega - \varrho)} \quad (2.17)$$

$$b = -\frac{\rho g \sin(\omega - \varrho)}{2\sigma \sin \delta \cos(\omega + \varrho)} \quad (2.18)$$

Les équations 2.15 et 2.16 sont résolubles en transformant les dérivées partielles en dérivées premières ordinaires. Il existe un ou plusieurs lieux du plan (x,y) sur lequel on pourra passer aux dérivées droites. Ces lieux de type $y=y(x)$ sont appelés lieux caractéristiques (Sokolovski 1960).

L'équation caractéristique pour l'équation 2.15 sera :

$$dx = \frac{dy}{\tan(\omega - \varrho)} \Rightarrow \frac{dy}{dx} = \tan(\omega - \varrho) \quad (2.19)$$

et on pourra écrire : $\frac{d\eta_2}{dx} = a$

De la même manière, L'équation caractéristique pour l'équation 2.16 sera :

$$\frac{dy}{dx} = \tan(\omega + \varrho) \text{ et } \frac{d\eta_1}{dx} = b \quad (2.20)$$

Pour certains points particuliers, on connaît la valeur de l'angle ω (Figure 2.5). A la surface du rouleau, on a $\omega = \theta + \nu$, et sur l'axe de symétrie du système, $\omega = \frac{\pi}{2}$.

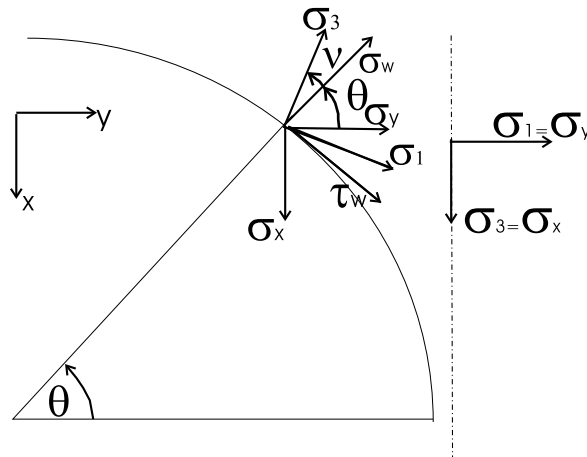


FIG. 2.5 – Les points remarquables dans le lit de poudre

Le but du calcul qui va suivre est de trouver la valeur du gradient de contrainte moyen sur l'axe de symétrie pour un angle θ quelconque. Les différents points utilisés pour ce calcul sont répertoriés sur la Figure 2.6. Pour calculer la valeur du gradient de contrainte au point 3 en partant du point 1, nous commençons par calculer sa valeur au point 2 en suivant la courbe caractéristique de type 2.19. Ensuite, nous en déduisons la valeur au point 3 en suivant la courbe caractéristique de type 2.20 passant par le point 2. De plus, nous faisons une nouvelle approximation en remplaçant les différentiels par de simples différences du premier ordre entre deux points successifs et en évaluant les fonctions a , b ,

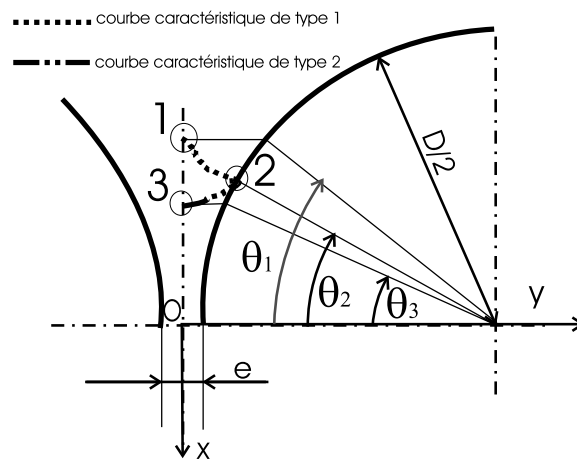


FIG. 2.6 – Les chemins utilisés pour le calcul

et tan à une condition moyenne entre 1 et 2 puis entre 2 et 3 :

$$\text{entre 1 et 2} \left\{ \begin{array}{l} \omega = \frac{\omega_1 + \omega_2}{2} \quad \text{et} \quad \sigma = \frac{\sigma_1 + \sigma_2}{2} \\ \frac{y_2 - y_1}{x_2 - x_1} = \tan\left(\frac{\omega_1 + \omega_2}{2} + \varrho\right) \quad \text{et} \quad \frac{\eta_{12} - \eta_{11}}{x_2 - x_1} = a \end{array} \right. \quad (2.21)$$

$$\text{entre 2 et 3} \left\{ \begin{array}{l} \omega = \frac{\omega_3 + \omega_2}{2} \quad \text{et} \quad \sigma = \frac{\sigma_3 + \sigma_2}{2} \\ \frac{y_3 - y_2}{x_3 - x_2} = \tan\left(\frac{\omega_3 + \omega_2}{2} - \varrho\right) \quad \text{et} \quad \frac{\eta_{23} - \eta_{22}}{x_3 - x_2} = b \end{array} \right. \quad (2.22)$$

Si on considère que l'influence du poids est négligeable, il est possible de trouver les solutions de façon aisée. Sinon, il faudra effectuer une résolution numérique. Dans notre cas , étant en alimentation forcée, nous négligerons l'effet du poids. Ainsi nous écrirons a=b=0. De plus :

$$\left\{ \begin{array}{l} y_1 = y_3 = 0 \quad , \quad \omega_1 = \omega_3 = \frac{\pi}{2} \\ y_2 = \frac{D}{2}(1 - \cos \theta_2 + \frac{h_o}{2}) \quad , \quad \omega_2 = \theta_2 + \nu \\ x_i = -\sin \theta_i \quad , \quad \forall i \in \{1, 2, 3\} \end{array} \right. \quad (2.23)$$

On peut ainsi écrire :

$$\frac{y_2 - y_1}{x_2 - x_1} = \frac{\frac{D}{2}(1 - \cos \theta_2) + \frac{h_o}{2}}{\frac{D}{2}(\sin \theta_1 - \sin \theta_2)} = \tan\left(\frac{\frac{\pi}{2} + \theta_2 + \nu}{2} + \varrho\right) \quad (2.24)$$

$$\Rightarrow \sin \theta_2 = \frac{(1 - \cos \theta_2) + \frac{h_o}{D}}{\tan(A_2 + \varrho)} + \sin \theta_1 \quad (2.25)$$

$$\text{avec } A_2 = \frac{\frac{\pi}{2} + \theta_2 + \nu}{2}$$

De la même manière on écrit :

$$\sin \theta_3 = -\frac{(1 - \cos \theta_2) + \frac{h_o}{D}}{\tan(A_2 - \varrho)} + \sin \theta_2 = (1 - \cos \theta_2 + \frac{h_o}{D})[\cot(A_2 + \varrho) - \cot(A_2 - \varrho)] + \sin \theta_1 \quad (2.26)$$

Ainsi,

$$x_3 - x_1 = \frac{D}{2}(1 - \cos \theta_2 + \frac{h_o}{D})[\cot(A_2 + \varrho) - \cot(A_2 - \varrho)] \quad (2.27)$$

D'autre part on a :

$$a = b = 0 \Rightarrow \eta_{12} - \eta_{11} = \eta_{23} - \eta_{22} = 0 \quad (2.28)$$

$$\Rightarrow \frac{\cot \delta}{2} \ln \frac{\sigma_2}{\sigma_0} - \frac{\cot \delta}{2} \ln \frac{\sigma_1}{\sigma_0} + \omega_2 - \omega_1 = \frac{\cot \delta}{2} \ln \frac{\sigma_3}{\sigma_0} - \frac{\cot \delta}{2} \ln \frac{\sigma_2}{\sigma_0} - \omega_3 + \omega_2 = 0 \quad (2.29)$$

$$\Rightarrow \frac{\cot \delta}{2}(\ln \sigma_3 - \ln \sigma_1) = 2(\frac{\pi}{2} - \theta_2 - \nu) \quad (2.30)$$

$$\Rightarrow \frac{\ln \sigma_3 - \ln \sigma_1}{x_3 - x_1} = \frac{d \ln \sigma}{dx} = \frac{4 \tan \delta (\frac{\pi}{2} - \theta_2 - \nu)}{\frac{D}{2}(1 - \cos \theta_2 + \frac{h_o}{D})[\cot(A_2 + \varrho) - \cot(A_2 - \varrho)]} \quad (2.31)$$

On arrive alors à l'expression du gradient de contrainte :

$$\frac{d\sigma}{dx} = \sigma \frac{d \ln \sigma}{dx} \quad (2.32)$$

$$\Rightarrow \frac{d\sigma_\theta}{dx} = \frac{4\sigma_\theta(\frac{\pi}{2} - \theta - \nu) \tan \delta}{\frac{D}{2}[1 + \frac{h_o}{D} - \cos \theta][\cot(A - \varrho) - \cot(A + \varrho)]} \quad (2.33)$$

$$\text{avec } \begin{cases} \alpha \leq \theta \leq \theta_i \\ A = \frac{\theta + \nu + \pi/2}{2} \\ \varrho = \pi/4 - \theta/2 \end{cases}$$

Hypothèses pour cette partie

Dans toute cette partie concernant la zone d'alimentation, Johanson fait un certain nombre d'hypothèses plus ou moins fortes :

- Il considère que la masse volumique ρ de la poudre est constante entre θ_i et α . Or nous savons qu'un lit de poudre se tasse par de simples chocs exercés sur le récipient qui la contient. On peut donc considérer que dans notre cas le mouvement des rouleaux va induire un réarrangement du lit de poudre, qui ne sera pas homogène.
- Johanson, à l'instar de Jenike, suppose que les angles δ et ϕ_w sont constants au cours de la compaction.

- La formule 2.33 a été construite en négligeant les effets de la gravité sur le lit de poudre. Dans notre cas, l'alimentation en poudre est forcée et horizontale. On peut donc supposer que la gravité exercée est effectivement négligeable devant la pression d'alimentation. Néanmoins, il pourrait se produire certaines hétérogénéités (une asymétrie) au niveau de la distribution massique de la poudre entre les rouleaux.
- Johanson suppose qu'en $\theta = \theta_i$ la contrainte principale majeure est constante en direction (suivant x) et en amplitude, ce qui est contestable dans le cas d'une alimentation par vis sans fin : la pression d'alimentation varie en fonction de la position de la vis avec une période correspondant à un tour de vis. De plus, la vis sans fin a une section circulaire alors que la section du lit de poudre est rectangulaire. Ceci va induire des hétérogénéités entre les rouleaux.
- Enfin cette approche ne donne qu'une valeur moyenne sur l'axe de symétrie et ne permet pas d'accéder à une distribution des contraintes en tout point du lit de poudre comprimé.

2.2.3 Dans la zone de compaction

Dans la zone de pincement, Johanson travaille sur une tranche élémentaire de poudre. Il considère que dans cette zone la poudre est compactée de telle sorte que les variations de contraintes dans la poudre sont liées à la variation du volume de poudre considéré par une fonction puissance. Il en déduit ainsi directement le gradient de contrainte dans la zone de compaction

Pression dans la zone de pincement

Johanson considère des tranches élémentaires de poudre à $\theta = \alpha$ et θ quelconque. Il écrit une relation entre la contrainte normale moyenne en $\theta = \alpha$ et θ quelconque et la densité (ou encore le volume) de la poudre en $\theta = \alpha$ et θ quelconque :

$$\sigma_\theta = \sigma_\alpha \left(\frac{\rho_\theta}{\rho_\alpha} \right)^\mathcal{K} = \sigma_\alpha \left(\frac{v_\alpha}{v_\theta} \right)^\mathcal{K} \quad (2.34)$$

Où γ est la masse volumique de la tranche considérée et v son volume. \mathcal{K} est une caractéristique intrinsèque au matériau que l'on appellera **compressibilité** (si la poudre est incompressible $\mathcal{K} \rightarrow \infty$, si la poudre est complètement compressible, $\mathcal{K} = 0$). \mathcal{K} est supposé constant pour une hygrométrie, un temps de mise sous contrainte et une température donnés.

Géométriquement, il est aisé de trouver le volume d'une tranche élémentaire de poudre autour de l'angle θ (Figure 2.7) :

$$v_\theta = L \cdot \Delta l \cdot \cos \theta \left[h_o + 2 \cdot \frac{D}{2} (1 - \cos \theta) + \Delta l \sin \theta \right] \quad (2.35)$$

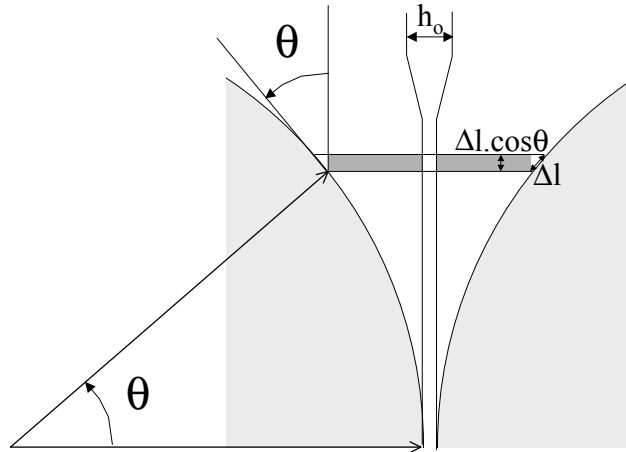


FIG. 2.7 – Détermination du volume d'une tranche

Ce qui donne avec une approximation du premier ordre :

$$v_{\theta} \approx L \cdot \Delta l \cdot \cos \theta [h_o + D(1 - \cos \theta)] \quad (2.36)$$

- L : largeur des rouleaux
- Δl : longueur de contact du lit de poudre sur les rouleaux
- h_o : entrefer
- D : diamètre des rouleaux

En injectant 2.36 dans 2.34 on obtient la formule de la contrainte moyenne en θ quelconque en fonction de la contrainte en α :

$$\sigma_{\theta} = \sigma_{\alpha} \left[\frac{(1 + \frac{h_o}{D} - \cos \alpha) \cos \alpha}{(1 + \frac{h_o}{D} - \cos \theta) \cos \theta} \right]^{\kappa} \quad (2.37)$$

Gradient de contrainte

En dérivant l'équation 2.37, on obtient le gradient de contrainte :

$$\begin{aligned} \frac{d\sigma_\theta}{dx} &= \underbrace{\frac{d\sigma_\theta}{d\theta}}_{\mathcal{K}\sigma_\theta(2\cos\theta - 1 - \frac{h_o}{D})\sin\theta} \cdot \underbrace{\frac{d\theta}{dx}}_{(-\frac{2}{D\cos\theta})} \\ &= \frac{\mathcal{K}\sigma_\theta(2\cos\theta - 1 - \frac{h_o}{D})\sin\theta}{(1 + \frac{h_o}{D} - \cos\theta)\cos\theta} \cdot (-\frac{2}{D\cos\theta}) \end{aligned} \quad (2.38)$$

$$\Rightarrow \frac{d\sigma_\theta}{dx} = \frac{\mathcal{K}\sigma_\theta(2\cos\theta - 1 - h_o/D)\tan\theta}{\frac{D}{2}[(1 + \frac{h_o}{D} - \cos\theta)\cos\theta]}$$

Hypothèses formulées pour cette partie

Pour ce qui concerne la zone d'alimentation, essayons de dresser une liste des hypothèses que Johanson a plus ou moins explicité :

- Tout d'abord Johanson considère une tranche de poudre entre deux rouleaux. Rien ne prouve que les zones de pression uniformes soient des plans.
- Ensuite, il introduit la compressibilité \mathcal{K} en nous affirmant qu'il y a bien une fonction puissance qui lie les volumes et les contraintes ($\sigma_\theta = \sigma_\alpha(\frac{\rho_\theta}{\rho_\alpha})^\mathcal{K} = \sigma_\alpha(\frac{v_\alpha}{v_\theta})^\mathcal{K}$). Or on peut lire dans la littérature (Simon 2000, Michel 1994) que ce terme de compressibilité n'est pas toujours très réaliste. Rien ne dit que dans le cas d'une poudre organique il y ait une linéarité entre $\Delta \log v$ et $\Delta \log \sigma$.

De plus \mathcal{K} peut varier avec la vitesse de compression. Dans le cas de la compression en compresseuse à rouleaux, la vitesse de compression est fonction de l'angle θ . Aussi n'est-il pas toujours réaliste d'utiliser ce terme \mathcal{K} . Hubert et al. (2000) ont proposé une amélioration du modèle de Johanson, en utilisant une autre équation de compressibilité, du type :

$$\frac{\sigma_\theta}{\sigma_m} = a_1 \exp(a_2 \frac{v - v_m}{v_m}) - a_3 \quad (2.39)$$

Où σ_m et v_m sont respectivement la contrainte maximale et le volume d'une tranche de poudre à l'entrefer, et σ et v la contrainte et le volume pour une position quelconque dans la zone de compaction.

Les auteurs montrent que cette équation est effectivement plus réaliste que celle de Johanson pour un essai de compression uniaxiale comme pour un essai de compression en presse à rouleaux sur de la potasse. Par contre les auteurs ne disent pas quelles relations du gradient de contrainte sont obtenues à partir de cette nouvelle équation de compressibilité. Nous nous y sommes essayés et constatons qu'évidemment, ceci complique énormément les calculs, au point de rendre impossible un traitement analytique du problème.

2.2.4 Détermination de l'angle α

Égalité permettant de déterminer l'angle α

A partir des équations 2.38 et 2.33, il est aisé de trouver l'angle α : il suffit de résoudre l'équation formée par l'égalité entre les deux gradients de contrainte (Figure 2.8) :

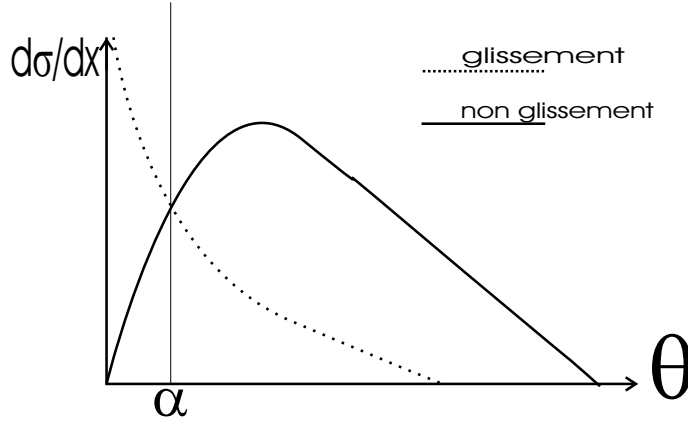


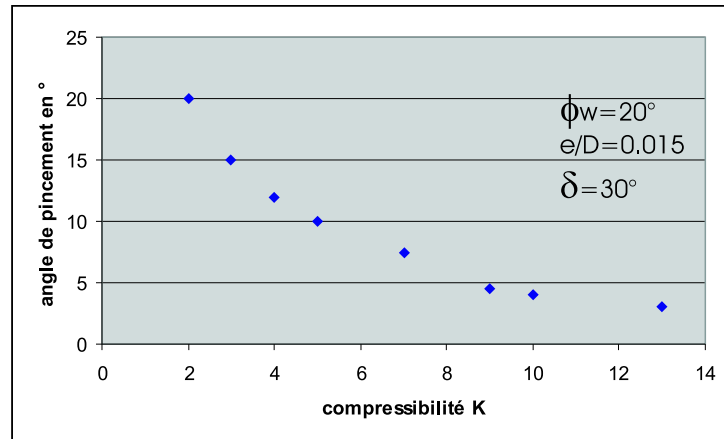
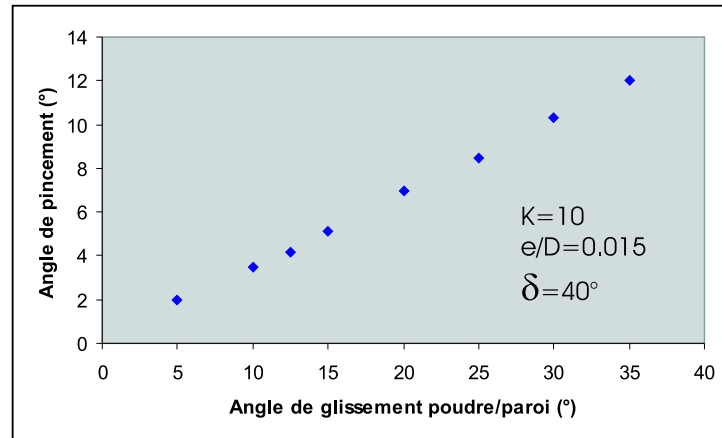
FIG. 2.8 – Détermination de l'angle de pincement

$$\frac{\mathcal{K}(2 \cos \alpha - 1 - h_o/D) \tan \alpha}{[1 + \frac{h_o}{D} - \cos \alpha] \cos \alpha} = \frac{4(\frac{\pi}{2} - \alpha - \nu) \tan \delta}{[1 + \frac{h_o}{D} - \cos \alpha][\cot(A - \varrho) - \cot(A + \varrho)]} \quad (2.40)$$

Dans notre cas, on aura $\frac{h_o}{D} \ll 1$. On pourra donc faire une approximation pour obtenir :

$$\frac{\mathcal{K}(2 \cos \alpha - 1) \tan \alpha}{\cos \theta} \approx \frac{4(\frac{\pi}{2} - \alpha - \nu) \tan \delta}{\cot(A - \varrho) - \cot(A + \varrho)} \quad (2.41)$$

L'angle de pincement α est donc dépendant de \mathcal{K} et δ , directement intrinsèques à la poudre, de l'entrefer réduit h_o/D qui varie au cours du procédé de compaction (la presse à rouleaux est pilotée en effort et non en déplacement) et de l'angle ϕ_w (qui apparaît dans ν -cf équation 2.4-). Nous avons calculé (Figures 2.9 à 2.12) l'influence réelle de ces différents paramètres sur l'angle de pincement. Nous nous rendons compte que le paramètre 'entrefer réduit' n'a que peu d'influence sur l'angle α . Ceci signifie que l'angle de pincement, c'est-à-dire l'angle délimitant la zone de compaction peut être considéré comme constant pour une poudre, un type de matériau de rouleaux et une pression de pré-compaction donnés. Il nous paraîtrait étonnant que cet angle ne varie pas ou peu avec le diamètre des rouleaux, surtout en alimentation forcée. En effet une variation de rayon entraînera une variation de la courbure, alors que la hauteur du lit de poudre dans la zone d'alimentation reste la même. Ainsi pour entraîner la même quantité de poudre, l'angle de pincement devra être plus grand.

FIG. 2.9 – Influence de la compressibilité de la poudre sur l'angle α FIG. 2.10 – Influence de l'angle de glissement à la paroi sur l'angle α

2.2.5 Choix et dimensionnement d'une presse

Johanson (1965a) propose une procédure de choix des dimensions d'une presse afin d'obtenir une pression maximale acceptable à l'entrefer par rapport au produit voulu en connaissant les caractéristiques de la poudre et l'entrefer que l'on désire. On en déduit le diamètre, puis l'effort à appliquer sur les rouleaux, ainsi que la puissance nécessaire à la rotation des rouleaux. Voici la procédure proposée :

- 1 Établir la fourchette des pressions à appliquer pour obtenir de bonnes plaquettes (la limite basse est donnée par un manque de cohésion et la limite haute par la friabilité de certains matériaux)
- 2 Connaître les caractéristiques du matériau (angle de frottement grain/grain δ , angle de frottement poudre/paroi ϕ_w et compressibilité de la poudre \mathcal{K}),

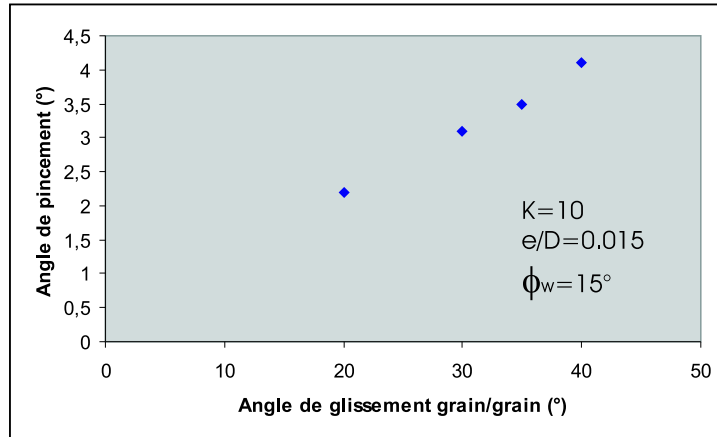


FIG. 2.11 – Influence de l'angle de glissement grain/grain sur l'angle α

- 3 Choisir l'épaisseur des plaquettes (qui correspond à l'entrefer h_o , à la relaxation de la matière près),
- 4 Calculer le diamètre,
- 5 Calculer l'effort exercé sur les rouleaux,
- 6 Calculer la puissance nécessaire pour assurer le roulement .

Effort et couple au niveau des rouleaux

La force exercée sur les rouleaux peut être calculée comme suit :

$$F = \int_0^{\theta_i} \sigma_{\theta}(1 + \sin \delta)L(D/2)\cos\theta d\theta \quad (2.42)$$

où $\sigma_{\theta}(1 + \sin \delta)$ représente la pression normale appliquée au rouleau, que l'on appellera P_{θ} , L la largeur du rouleau, D le diamètre (Figure 2.13). $D/2 \cos \theta d\theta$ représente la surface projetée élémentaire sur laquelle s'applique la pression P_{θ} (Figure 2.13)

Pour des matériaux peu élastiques (qui n'exercent pas d'effort pour $\theta < 0$) et en considérant que la pression dans la région $\theta > \alpha$ est faible, on peut écrire :

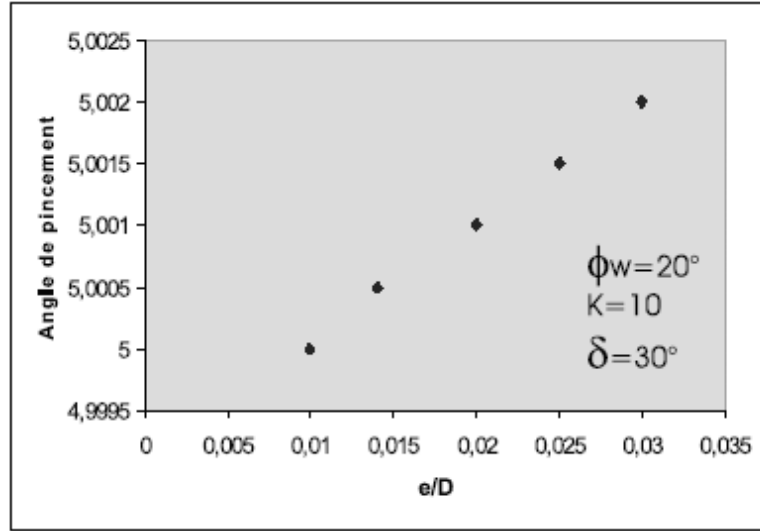
$$F = \int_0^{\alpha} P_{\theta}L(D/2)\cos\theta d\theta = P_mLDN/2 \quad (2.43)$$

avec

- P_m la pression maximale horizontale : on peut trouver P_m à partir de la contrainte σ_m que l'on recherche grâce à l'équation 2.44 (Figure 2.14) :

$$\frac{P_m}{P_o} = \frac{\sigma_m}{\sigma_o} \left[\frac{1 - \sin \delta}{1 + \sin \delta} \right] \quad (2.44)$$

- L et D les largeur et diamètre des rouleaux

FIG. 2.12 – Influence de l'entrefer réduit sur l'angle α

- P_0 la pression de pré-compaction
- N est défini comme suit :

$$N = \int_0^\alpha \left[\frac{\frac{h_o}{D}}{(1 + \frac{h_o}{D} - \cos \theta) \cos \theta} \right]^\mathcal{K} \cos \theta d\theta \quad (2.45)$$

De la même manière, on calcule le couple :

$$C = \int_0^{\theta_i} \sigma_\theta (1 + \sin \delta) L (D/2) \cos \theta d\theta \times \frac{D}{2} \sin \theta \quad (2.46)$$

Où $\frac{D}{2} \sin \theta$ est le bras de levier.

$$C = PmLD^2 \frac{T}{8} \quad (2.47)$$

avec

$$T = \int_0^\alpha \left[\frac{\frac{h_o}{D}}{(1 + \frac{h_o}{D} - \cos \theta) \cos \theta} \right]^\mathcal{K} \sin 2\theta d\theta \quad (2.48)$$

Critique de cette partie

Johanson nous dit que les efforts exercés par la poudre sur les rouleaux sont négligeables dans la zone d'alimentation. Ceci semble réaliste.

2.2.6 Conclusion

Le modèle de Johanson a le grand avantage d'être un modèle simple à utiliser et de permettre une approche prédictive simple de notre procédé de compaction.

Néanmoins, l'auteur émet quelques hypothèses fortes pour arriver à ses fins : il suppose

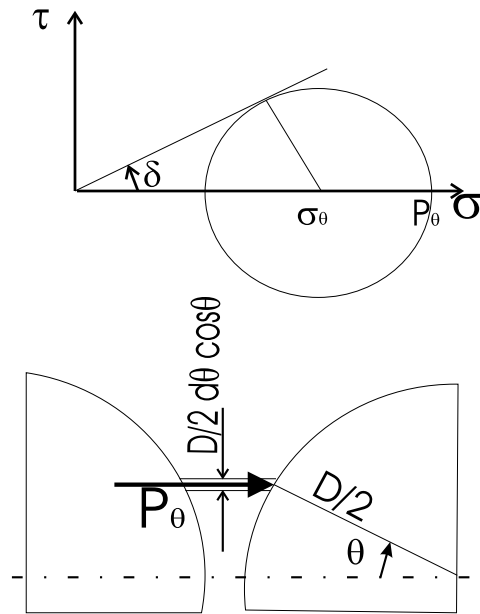


FIG. 2.13 – Calcul de l'effort élémentaire

qu'il existe un coefficient \mathcal{K} de compressibilité constant, que les angles de frottement grains/grains et poudre/paroi ne varient pas avec la contrainte. Ces deux hypothèses ne sont pas toujours vérifiées, et a fortiori avec des poudres non métalliques comme celle que nous utilisons.

De plus ce modèle n'intègre pas la notion de vitesse et suppose que la contrainte maximale exercée par la poudre sur les rouleaux se trouve dans la région de l'entrefer. Il a été démontré que cette contrainte maximale s'exerçait pour un angle $\theta \neq 0$.

Au final, cette théorie pourrait être utilisée pour avoir une idée approximative de l'évolution de la pression maximale exercée sur la poudre en fonction de l'effort exercé par la presse sur les rouleaux ; mais il n'est peut-être pas bienvenu de l'utiliser dans l'idée d'avoir un outil prédictif d'une précision acceptable.

2.3 Théorie de Katashinskii & Shtern (1983a)

2.3.1 Introduction

Katashinskii & Shtern (1983a) s'intéressent exclusivement à la zone de compaction. Ils utilisent bien l'angle de pincement α défini par Johanson mais ne s'intéressent pas à la zone d'alimentation pour le trouver. Ils le considèrent ici comme une donnée d'entrée, au même titre que la contrainte longitudinale appliquée à l'entrée de la zone de compaction.

Les auteurs établissent un système d'équations en appliquant tout d'abord le théorème de la statique à une section plane. Ensuite, ils écrivent l'équation de conservation de la masse et utilisent les propriétés d'un matériau subissant une densification plastique.

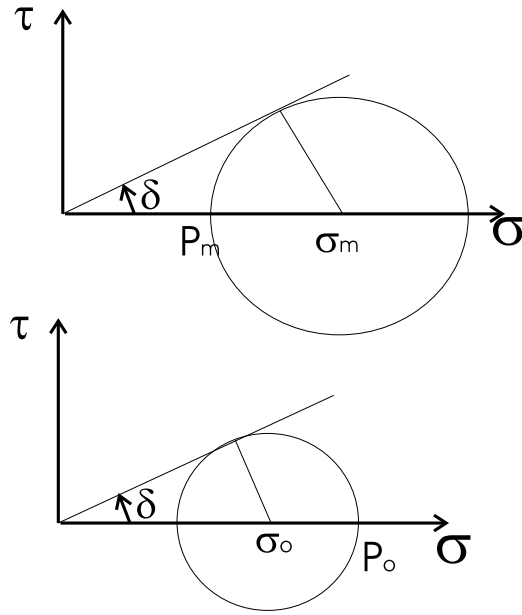


FIG. 2.14 – Calcul de la pression horizontale maximale

Enfin, ils donnent une définition originale pour le coefficient de frottement à la surface des rouleaux, en le faisant varier le long de la surface et changer de signe au niveau d'un angle d'adhérence appelé angle neutre (γ_n).

2.3.2 Établissement du système d'équations à résoudre

Théorème de la statique sur des sections planes

Les auteurs commencent par isoler une tranche de poudre (Figures 2.16 et 2.17) :

$$\sum \vec{F}_{ext} \cdot \vec{x} = 0 \quad (2.49)$$

$$\Rightarrow \frac{2.L.s}{\cos \theta} (p_x \sin \theta - t_x \cos \theta) - L.h_x(\sigma_x + d\sigma_x) + L(h_x - 2s \tan \theta)\sigma_x = 0 \quad (2.50)$$

avec :

- L la largeur des rouleaux
- D le diamètre des rouleaux
- s l'épaisseur d'une tranche
- h_x la largeur d'une tranche
- σ_x la contrainte longitudinale
- p_x la valeur algébrique de la contrainte normale aux rouleaux
- t_x la valeur algébrique de la contrainte tangentielle aux rouleaux
- l'entrefer sera noté h_o

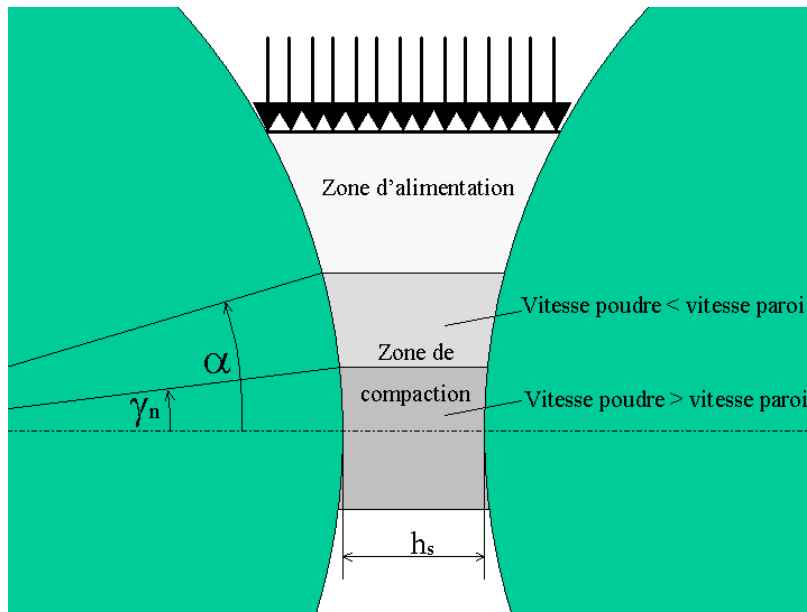


FIG. 2.15 – Présentation

En divisant la relation 2.50 par L et en développant, on obtient :

$$\frac{2s}{\cos \theta} (p_x \sin \theta - t_x \cos \theta) - h_x \cdot d\sigma_x - \frac{2s}{\cos \theta} \sin \theta \cdot \sigma_x = 0 \quad (2.51)$$

L'épaisseur s se calcule facilement en fonction de D et θ (Figure 2.16 et 2.17) :

$$s = \cos \theta \cdot \frac{D}{2} \cdot d\theta \Rightarrow \frac{2s}{\cos \theta} = D \cdot d\theta$$

En remplaçant $\frac{2s}{\cos \theta}$ par $D \cdot d\theta$ dans (2.51) et en divisant par $D \cdot d\theta$, on obtient :

$$\frac{h_x \cdot d\sigma_x}{D \cdot d\theta} - (p_x - \sigma_x) \sin \theta + t_x \cos \theta = 0 \quad (2.52)$$

Conservation de la masse

Si on appelle ρ la masse volumique de la poudre pour une position θ quelconque, la masse d'une tranche de poudre pourra s'écrire comme suit :

$$m = h_x \cdot \rho \cdot L \cdot s \quad (2.53)$$

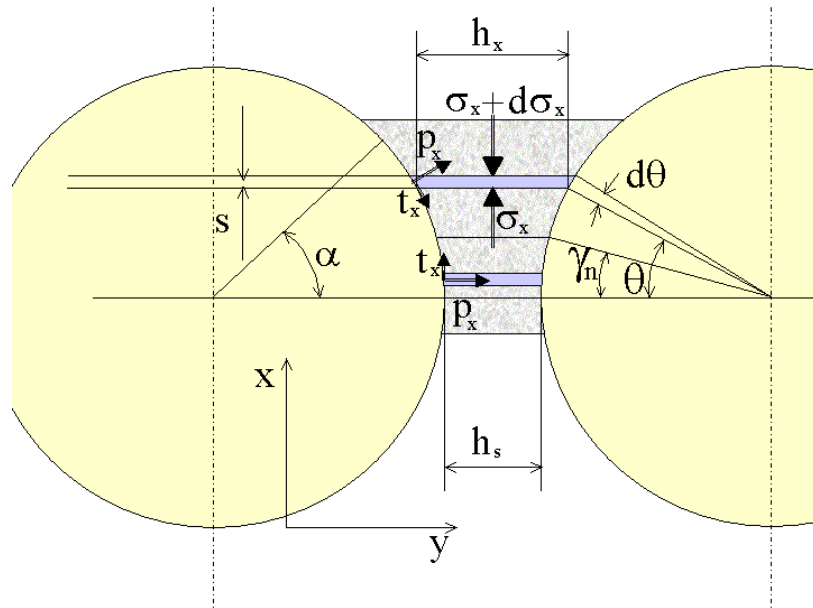


FIG. 2.16 – Définition des paramètres géométriques et sens du vecteur t_x

Écrivons la conservation de la masse :

$$dm = m' = 0 \Rightarrow \frac{\rho'}{\rho} + \frac{h'_x}{h_x} + \frac{s'}{s} = 0 \quad (2.54)$$

en écrivant de plus :

$\varepsilon_x = \frac{s'}{s}$ et $\varepsilon_y = \frac{h'_x}{h_x}$, (ε_x et ε_y sont respectivement les déformations verticale et horizontale de la tranche)

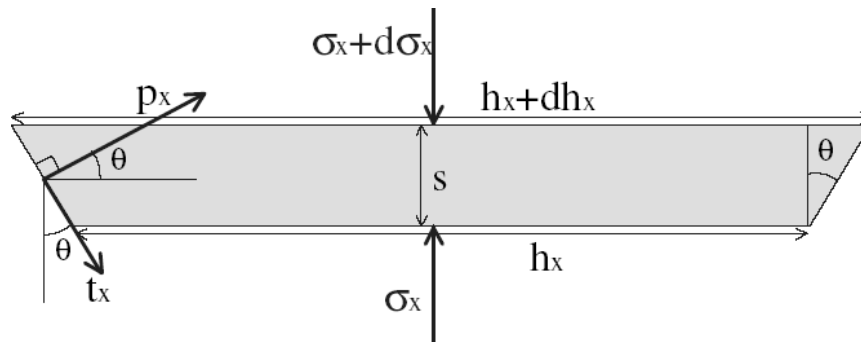


FIG. 2.17 – Géométrie d'une tranche de poudre

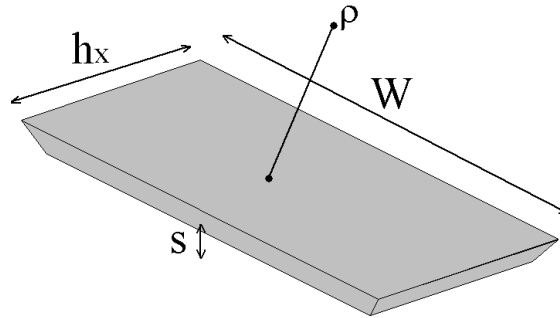


FIG. 2.18 – Géométrie d'une tranche de poudre

on obtient :

$$\frac{\rho'}{\rho} + \varepsilon_x + \varepsilon_y = 0 \quad (2.55)$$

Propriétés d'un milieu poreux subissant une densification plastique, Modèle volumique utilisé

Shtern (Martynova & Shtern 1978, Shtern 1982) a effectué une analyse fondée sur le modèle mécanique d'un solide poreux compressible plastiquement : il émet l'hypothèse de l'existence de surfaces de chargement de type elliptique dans le plan (p,q). Il utilise un modèle volumique de type Cam-Clay (Figure 2.19) :

$$\frac{p^2}{\psi} + \frac{q^2}{\varphi} = (1 - \Theta)\sigma_e^2 \quad (2.56)$$

où :

- p et q sont respectivement la contrainte de pression équivalente et la contrainte déviatoire (cf. ANNEXE A pour leur définition),
- Θ est la porosité du solide,
- ψ et φ sont des fonctions de cette porosité Θ , déterminées expérimentalement,
- σ_e est la contrainte d'écoulement du milieu poreux. Nous verrons par la suite comment il est possible de la calculer.

Dans un second temps, Shtern suppose que le tenseur des déformations associé à cette surface de charge est une fonction potentielle de cette surface :

En posant :

$$f = \frac{p^2}{\psi} + \frac{q^2}{\varphi} \quad (2.57)$$

On écrit donc :

$$\underline{\underline{\varepsilon}} = \lambda \frac{\partial f}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} \quad (2.58)$$

Il en déduit la relation suivante entre le tenseur de contrainte et le tenseur des déformations, en s'appuyant sur les travaux de Skorochoodov (1972) (cf. ANNEXE B pour la démonstration) :

$$\underline{\underline{\sigma}} = \beta((\varphi \underline{\underline{\varepsilon}}) + (\psi - \frac{\varphi}{3}) \text{trace}(\underline{\underline{\varepsilon}}) \underline{\underline{I}}) \quad (2.59)$$

A partir des expressions de la surface de charge (2.56) et de la relation précédente entre les tenseurs de contrainte et de déformation (2.58) , nous pouvons trouver une nouvelle loi que nous appellerons loi associée (cf. ANNEXE II pour la démonstration) :

$$p \varphi \varepsilon_d = q \psi \varepsilon_v \quad (2.60)$$

Où :

- ε_v est l'expression de la déformation volumique : $\varepsilon_v = \text{trace}(\underline{\underline{\varepsilon}})$,
- ε_d est l'expression de la déformation déviatoire : $\varepsilon_d = \sqrt{\frac{3}{2} \text{trace}(\underline{\underline{D}} : \underline{\underline{D}})}$ avec $\underline{\underline{D}} = \underline{\underline{\varepsilon}} - \frac{1}{3} \text{trace}(\underline{\underline{\varepsilon}}) \underline{\underline{I}}$

Avec $\underline{\underline{\varepsilon}}$ le tenseur de déformations défini comme suit :

$$\underline{\underline{\varepsilon}} = \begin{pmatrix} \varepsilon_{11} & \varepsilon_{12} & \varepsilon_{13} \\ \varepsilon_{21} & \varepsilon_{22} & \varepsilon_{23} \\ \varepsilon_{31} & \varepsilon_{32} & \varepsilon_{33} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \varepsilon_x & \gamma_{xy} & \gamma_{xz} \\ \gamma_{xy} & \varepsilon_y & \gamma_{yz} \\ \gamma_{xz} & \gamma_{yz} & \varepsilon_z \end{pmatrix} \quad (2.61)$$

La Figure 2.19 nous montre la surface de charge et la loi associée. Sur cette figure sont superposés deux repères. Le premier est le repère (p,q) et le second est le repère ($\varepsilon_v, \varepsilon_d$). Ainsi, nous pouvons représenter la surface de chargement dans le diagramme (p,q) et la loi associée dans le diagramme ($\varepsilon_v, \varepsilon_d$). Grace à ce type de représentation, la loi associée se trouve être représentée par un vecteur d'écoulement perpendiculaire à la surface de charge.

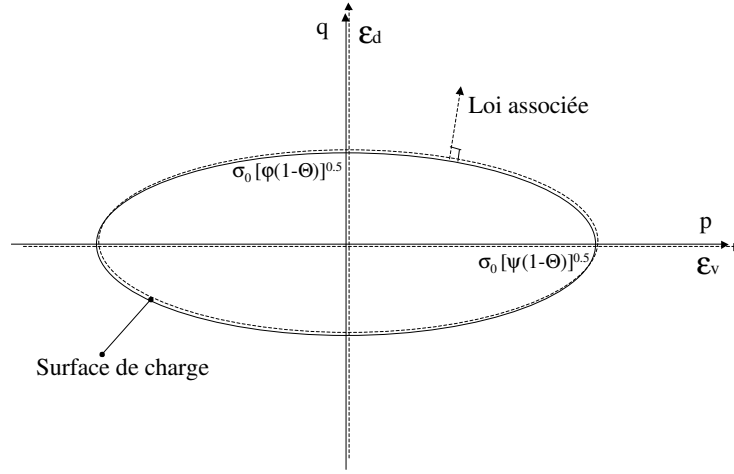


FIG. 2.19 – Surface de charge et loi associée

Calcul de β

En utilisant l'équation (2.59) nous pouvons écrire :

$$p = \frac{1}{3} (\sigma_x + \sigma_y + \sigma_z) = \frac{1}{3} [3\beta(\psi - \frac{1}{3} \varphi)\varepsilon_v + \beta\varphi(\varepsilon_x + \varepsilon_y + \varepsilon_z)] \quad (2.62)$$

$$\Rightarrow p = \psi \varepsilon_v \beta$$

On peut ensuite, à partir de l'équation (2.60) trouver q en fonction de p :

$$q = p \frac{\varepsilon_d \varphi}{\varepsilon_v \psi} p^2 \left(\frac{1}{\psi} + \frac{\varepsilon_d^2 \varphi}{\varepsilon_v^2 \psi^2} \right) = (1 - \Theta) \sigma_e^2 \quad (2.63)$$

En intégrant cette expression dans l'équation (2.56), nous obtenons :

$$p^2 \left(\frac{1}{\psi} + \frac{\varepsilon_d^2 \varphi}{\varepsilon_v^2 \psi^2} \right) = (1 - \Theta) \sigma_e^2 \quad (2.64)$$

Ainsi il vient :

$$p^2 = \frac{(1 - \Theta) \varepsilon_v^2 \psi^2 \sigma_e^2}{\varepsilon_v^2 \psi + \varepsilon_d^2 \varphi} \Rightarrow p = \psi \varepsilon_v \sqrt{\frac{(1 - \Theta) \sigma_e^2}{\varepsilon_v^2 \psi + \varepsilon_d^2 \varphi}} \quad (2.65)$$

On en déduit l'expression de β :

$$\beta = \sigma_e \sqrt{\frac{(1 - \Theta)}{\varepsilon_v^2 \psi + \varepsilon_d^2 \varphi}} \quad (2.66)$$

Application dans le cas des déformations planes

Katashinskii et Shtern supposent que la pression à la surface des rouleaux est constante sur toute la largeur, et que la déformation suivant l'axe z est négligeable. Nous pouvons ainsi nous ramener à un problème plan : nous poserons $\varepsilon_z = \gamma_{xz} = \gamma_{yz} = 0$. L'équation 2.59 devient alors :

$$\begin{cases} \sigma_x = \beta[(\psi - \frac{\varphi}{3})\varepsilon_v + \varphi\varepsilon_x] & (a) \\ \sigma_y = \beta[(\psi - \frac{\varphi}{3})\varepsilon_v + \varphi\varepsilon_y] & (b) \\ \sigma_z = \beta[(\psi - \frac{\varphi}{3})\varepsilon_v] & (c) \\ \tau_{xy} = \beta\psi\gamma_{xy} & (d) \end{cases} \quad (2.67)$$

En utilisant les équations (b)(c)et(d)du système (2.67), nous pouvons écrire :

$$\frac{1}{2}\sqrt{(\sigma_x - \sigma_y)^2 + 4\tau_{xy}^2} = \frac{1}{2}\beta\varphi\sqrt{(\varepsilon_x - \varepsilon_y)^2 + 4\gamma_{xy}^2} \quad (2.68)$$

Nous écrirons cela sous la forme :

$$q_1 = \beta \frac{\varphi}{2} \varepsilon_{d1} \quad (2.69)$$

En posant :

$$\begin{cases} q_1 = \frac{1}{2}\sqrt{(\sigma_x - \sigma_y)^2 + 4\tau_{xy}^2} \\ \varepsilon_{d1} = \sqrt{(\varepsilon_x - \varepsilon_y)^2 + 4\gamma_{xy}^2} \end{cases}$$

Soit $\underline{\underline{\sigma}}_1 = \begin{pmatrix} \sigma_x & \tau_{xy} \\ \tau_{xy} & \sigma_y \end{pmatrix}$ le tenseur des contraintes dans le plan (x,y), on introduit le terme de pression hydrostatique p_1 :

$$p_1 = \frac{1}{2} \text{trace}(\underline{\underline{\sigma}}_1) = \frac{1}{2} (\sigma_x + \sigma_y) = \frac{1}{2} \beta(2\psi + \frac{1}{3}\varphi) \varepsilon_v \Leftrightarrow p_1 = \beta \varepsilon_v(\psi + \frac{\varphi}{6}) \quad (2.70)$$

En éliminant β dans les équations 2.69 et 2.70, et en négligeant le cisaillement dans la zone de compaction, nous obtenons une nouvelle loi associée reliant p_1 , q_1 et ε_{d1} pour notre problème plan :

$$\frac{p_1}{\psi + \frac{\varphi}{6}} \varepsilon_{d1} = \frac{q_1}{\frac{\varphi}{2}} \varepsilon_v \quad (2.71)$$

avec :

- $p_1 = \frac{1}{2}(\sigma_x + \sigma_y) = \frac{1}{2}(\sigma_x + p_x)$ (nous supposons ici que l'angle θ est petit et donc que nous pouvons écrire $\sigma_y = p_x$)
- $q_1 = \frac{1}{2}|\sigma_x - \sigma_y| = \frac{1}{2}|\sigma_x - p_x|$
- $\varepsilon_{d1} = \varepsilon_x - \varepsilon_y$
- $\varepsilon_v = \varepsilon_x + \varepsilon_y$
- ψ et φ fonctions de la porosité (Θ)

Relation entre ε_v , ε_{d1} et ε_d

Par définition (et en posant $\gamma_{xy} = 0$) :

- $\varepsilon_{d1} = \varepsilon_x - \varepsilon_y$
- $\varepsilon_v = \varepsilon_x + \varepsilon_y$
- $\varepsilon_d = \sqrt{\frac{3}{2} \text{trace}(\underline{\underline{D}} : \underline{\underline{D}})} = \sqrt{\frac{2}{3}(\varepsilon_x^2 + \varepsilon_y^2 - \varepsilon_x \varepsilon_y)}$

Il vient la relation suivante :

$$\varepsilon_d^2 = \frac{\varepsilon_v^2}{6} + \frac{\varepsilon_{d1}^2}{2} \quad (2.72)$$

Equation de la surface de charge pour le modèle plan

Nous allons tenter de retrouver une équation de type Cam-Clay (équation d'ellipse) avec nos nouvelles variables, en considérant le problème comme un problème plan.

En remplaçant dans l'équation (2.70) β par son expression trouvée en (2.66) on écrit :

$$p_1^2 = \sigma_e^2 \frac{(1 - \Theta)\varepsilon_v^2(\psi + \frac{\varphi}{6})^2}{\varepsilon_v^2\psi + \varepsilon_d^2\varphi} = \sigma_e^2 \frac{(1 - \Theta)\varepsilon_v^2(\psi + \frac{\varphi}{6})^2}{\varepsilon_v^2(\psi + \frac{\varphi}{6}) + \varepsilon_{d1}^2 \frac{\varphi}{2}} \quad (2.73)$$

↑
(2.72)

De même on remplace β dans l'équation 2.69 :

$$q_1^2 = \sigma_e^2 \frac{(1 - \Theta)\varepsilon_{d1}^2(\frac{\varphi}{2})^2}{\varepsilon_v^2\psi + \varepsilon_d^2\varphi} = \sigma_e^2 \frac{(1 - \Theta)\varepsilon_{d1}^2(\frac{\varphi^2}{4})}{\varepsilon_v^2(\psi + \frac{\varphi}{6}) + \varepsilon_{d1}^2 \frac{\varphi}{2}} \quad (2.74)$$

↑
(2.72)

Nous pouvons donc écrire la relation suivante, qui est l'équation de la surface de charge pour un problème plan :

$$\frac{p_1^2}{\psi + \frac{\varphi}{6}} + \frac{q_1^2}{\frac{\varphi}{2}} = \sigma_e^2(1 - \Theta) \quad (2.75)$$

Récapitulation : définition des modèles obtenus

Désormais, nous nous ramènerons toujours au problème plan plan. Pour simplifier les écritures, nous utiliserons donc p_1 , q_1 et ε_{d1} sans leurs indices.

Le modèle que nous venons de décrire s'écrira donc :

$$\left\{ \begin{array}{l} \boxed{\frac{p^2}{\psi + \frac{\varphi}{6}} + \frac{q^2}{\frac{\varphi}{2}} = \frac{2}{3}(1 - \Theta)\sigma_e^2} \\ \boxed{\frac{p}{\psi + \frac{\varphi}{6}}\varepsilon_d = \frac{q}{\frac{\varphi}{2}}\varepsilon_v} \end{array} \right. \quad (2.76)$$

avec :

$$p = \frac{1}{2}(\sigma_x + p_x) \quad (2.77)$$

$$q = \frac{1}{2}(\sigma_x - p_x) \quad (2.78)$$

$$\varepsilon_v = \varepsilon_x + \varepsilon_y \quad \text{et} \quad \varepsilon_d = \varepsilon_x - \varepsilon_y \quad (2.79)$$

$$\varphi = (1 - \Theta)^2 \quad \text{et} \quad \psi = \frac{2(1 - \Theta)^3}{3\Theta} \quad (2.80)$$

Θ est la porosité du matériau et σ_e est une contrainte dite d'écoulement plastique, intrinsèque au matériau, que nous pouvons retrouver simplement par une étude expérimentale en presse uniaxiale en utilisant par exemple la loi de Heckel :

$$\ln\left(\frac{1}{\Theta}\right) = \frac{\sigma_x}{\sigma_e} + A_H \quad (2.81)$$

Coefficient de frottement

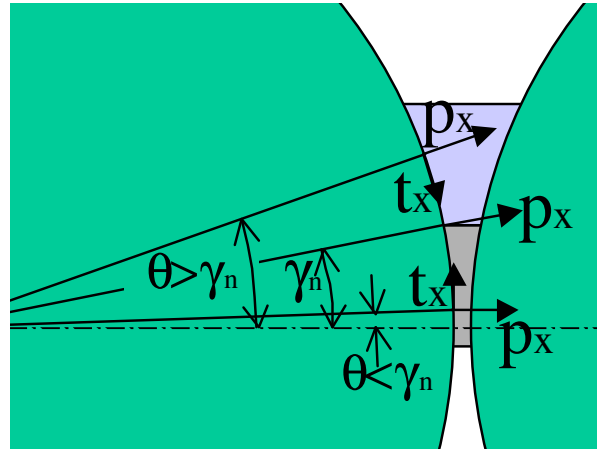


FIG. 2.20 – Contraintes à la surface des rouleaux en fonction de l'angle

Nous avons vu que la vitesse de glissement entre la poudre et les rouleaux était supposée non nulle et qu'elle changeait de signe au cours de la compaction. L'angle pour lequel la vitesse de la poudre est égale à celle des rouleaux est appelé angle neutre (γ_n) (Figure 2.20) . Nous écrirons donc, en supposant que la loi de Coulomb est acceptable :

$$t_x = \mu p_x \quad (2.82)$$

Avec pour le coefficient de frottement μ :

$$\mu = \begin{cases} \mu_f \frac{\theta - \gamma_n}{\alpha - \gamma_n} & \text{pour } \theta \geq \gamma_n \\ \mu_f \frac{\theta - \gamma_n}{\gamma_n} & \text{pour } \theta \leq \gamma_n \end{cases} \quad (2.83)$$

La Figure 2.21 nous montre l'évolution du coefficient de frottement avec l'angle θ .

Système à résoudre

Nous pouvons récapituler ici le système d'équations à résoudre que nous avons obtenu dans les chapitres précédents :

$$\left\{ \begin{array}{l}
 (a) \quad \frac{h_x}{D} \frac{d\sigma_x}{d\theta} - (p_x - \sigma_x) \sin \theta - t_x \cos \theta = 0 \\
 (b) \quad \frac{\rho'}{\rho} + \varepsilon_x + \varepsilon_y = 0 \\
 (c) \quad \frac{p^2}{\psi + \frac{1}{6}\varphi} + \frac{q^2}{\frac{1}{2}\varphi} = \frac{2}{3}(1 - \Theta)\sigma_s^2 \quad \text{avec} \quad \left\{ \begin{array}{l}
 p = \frac{1}{2}(\sigma_x + p_x) \\
 q = \frac{1}{2}(\sigma_x - p_x) \\
 \varepsilon_v = \varepsilon_x + \varepsilon_y \quad \text{et} \quad \varepsilon_d = \varepsilon_x - \varepsilon_y \\
 \varphi = (1 - \Theta)^2 \quad \text{et} \quad \psi = \frac{2(1 - \Theta)^3}{3\Theta}
 \end{array} \right. \\
 (d) \quad \frac{p}{\psi + \frac{1}{6}\varphi} \varepsilon_d = \frac{q}{\frac{1}{2}\varphi} \cdot \varepsilon_v \\
 (e) \quad t_x = \mu p_x \quad \text{avec} \quad \left\{ \begin{array}{l}
 \mu = \mu_f \frac{\theta - \gamma_n}{\alpha - \gamma_n} \quad \text{pour} \quad \theta \geq \gamma_n \\
 \mu = \mu_f \frac{\theta - \gamma_n}{\gamma_n} \quad \text{pour} \quad \theta \leq \gamma_n
 \end{array} \right.
 \end{array} \right. \quad (2.84)$$

A ce système, nous pouvons ajouter l'équation donnant ε_x en fonction de θ :

$$\varepsilon_x = \frac{h'_x}{h_x} = \frac{dh_x}{h_x} = \frac{D \sin \theta d\theta}{h_o + D(1 - \cos \theta)} \quad (2.85)$$

Le système obtenu peut donc être ramené à un système de 5 équations à 7 inconnues qui sont $\Theta(\text{ou } \rho)$, s , σ_x , p_x et t_x , α , γ_n . Ce système est donc résoluble (c'est un système de Cauchy) si on fixe deux paramètres. Katashinskii fait varier α et γ_n , ainsi que la précontrainte à l'entrée de la zone de compaction, pour se caler sur les valeurs expérimentales.

2.3.3 Résolution du système d'équations

Cette résolution a fait l'objet du second article (Katashinskii & Shtern 1983b). L'idée est ici de décrire une méthode de transformation de certaines équations du système 2.84 en des expressions des gradients de contrainte et de densité.

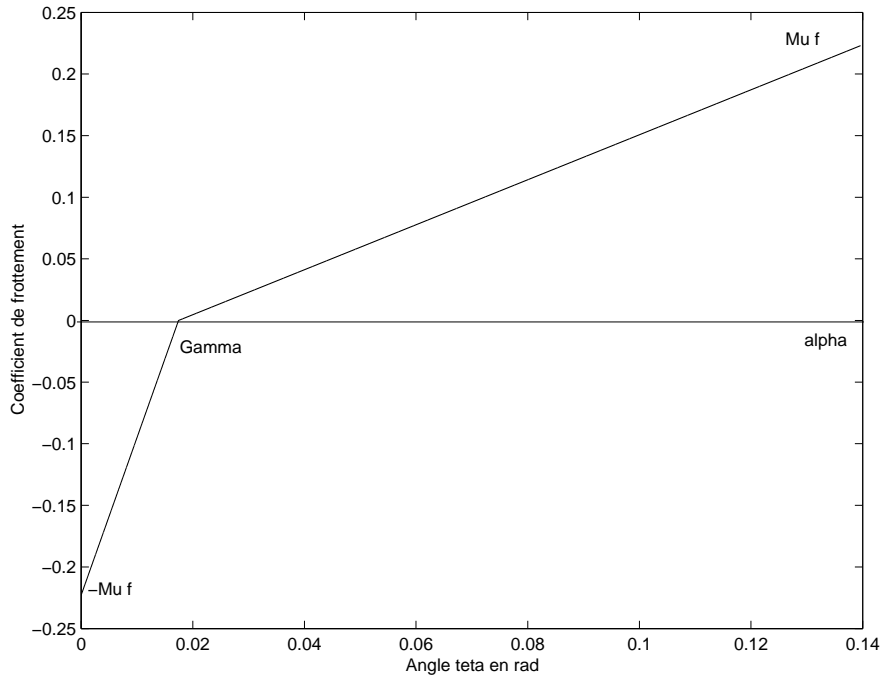


FIG. 2.21 – Coefficient de frottement en fonction de l'angle θ

Gradient de densité

Donnons une expression de h_o à partir de l'équation 2.84(d) :

$$\varepsilon_v = \frac{\frac{\varphi}{2} p \varepsilon_d}{\psi + \frac{\varphi}{6} \tau} = \frac{\frac{\varphi}{2} \frac{\sigma_x + p_x}{\sigma_x - p_x} \left(\frac{s'}{s} - \frac{h'_x}{h_x} \right)}{\psi + \frac{\varphi}{6} \frac{\sigma_x + p_x}{\sigma_x - p_x}} \quad (2.86)$$

De plus nous avons :

$$\varepsilon_v = \varepsilon_x + \varepsilon_y = \frac{s'}{s} - \frac{h'_x}{h_x} = -\frac{\rho'}{\rho} \quad (2.87)$$

$$\Rightarrow \frac{\rho'}{\rho} = \frac{\frac{\varphi}{2} \frac{\sigma_x + p_x}{\sigma_x - p_x} \left(\frac{\rho'}{\rho} + 2 \frac{h'_x}{h_x} \right)}{\psi + \frac{\varphi}{6} \frac{\sigma_x + p_x}{\sigma_x - p_x}} \quad (2.88)$$

$$\Rightarrow \frac{\rho'}{\rho} = -\frac{h'_x}{h_x} \frac{2}{1 + \frac{\frac{\varphi}{6} \frac{\sigma_x + p_x}{\sigma_x - p_x}}{\frac{\varphi}{2} \frac{\sigma_x + p_x}{\sigma_x - p_x} + 2 \frac{h'_x}{h_x}}} \quad (2.89)$$

Nous connaissons par ailleurs l'expression de h_x en fonction de θ : $h_x = h_o + D(1 - \cos \theta)$.
Il vient :

$$\frac{d\rho}{d\theta} = -\frac{dh_x}{d\theta} \frac{2\rho}{h_x \left(1 + \frac{\psi + \frac{1}{6}\varphi}{\frac{1}{2}\varphi} \frac{p_x - \sigma_x}{p_x + \sigma_x}\right)} = \frac{-2\rho D \sin \theta}{[h_o + D(1 - \cos \theta)] \left(1 + \frac{\psi + \frac{1}{6}\varphi}{\frac{1}{2}\varphi} \frac{p_x - \sigma_x}{p_x + \sigma_x}\right)} \quad (2.90)$$

Le gradient de contrainte s'écrira alors :

$$\boxed{\frac{d\rho}{d\theta} = \frac{-2\rho \sin \theta}{\left(\frac{h_o}{D} + 1 - \cos \theta\right) \left(1 + \frac{A^2}{B^2} \frac{p_x - \sigma_x}{p_x + \sigma_x}\right)}} \quad (2.91)$$

avec

$$\begin{cases} A^2 = \frac{2}{3} \left(\psi + \frac{\varphi}{6}\right) (1 - \Theta) \\ B^2 = \frac{\varphi}{3} (1 - \Theta) \end{cases} \quad (2.92)$$

Condition de plasticité

On reprend l'équation 2.84(c) :

$$p^2 = \left(\psi + \frac{\varphi}{6}\right) \left[\frac{2}{3}(1 - \Theta)\sigma_s^2 - \frac{q^2}{\varphi}\right] \quad (2.93)$$

$$\frac{1}{2}(\sigma_x + p_x)^2 = \left(\psi + \frac{\varphi}{6}\right) \left[\frac{2}{3}(1 - \Theta)\sigma_s^2 - \frac{(\sigma_x - p_x)^2}{2\varphi}\right] \quad (2.94)$$

On développe :

$$p_x^2 \left(1 + \frac{2\left(\psi + \frac{\varphi}{6}\right)}{\varphi}\right) + 2p_x \sigma_x \left(1 - \frac{2\left(\psi + \frac{\varphi}{6}\right)}{\varphi}\right) + \sigma_x^2 \left(1 + \frac{2\left(\psi + \frac{\varphi}{6}\right)}{\varphi}\right) - \frac{8}{3}(1 - \Theta)\sigma_s^2 \left(\psi + \frac{\varphi}{6}\right) = 0 \quad (2.95)$$

On divise chaque membre par $\sigma_s^2(1 + \frac{2(\psi + \frac{1}{6}\varphi)}{\varphi})$ (on écrira les contraintes sous forme réduite : $\overline{p_x} = \frac{p_x}{\sigma_s}$ et $\overline{\sigma_x} = \frac{\sigma_x}{\sigma_s}$) :

$$\overline{p_x}^2 + \overline{p_x} \cdot \overline{\sigma_x} \frac{1 - \frac{2(\psi + \frac{1}{6}\varphi)}{\varphi}}{1 + \frac{2(\psi + \frac{1}{6}\varphi)}{\varphi}} + \overline{\sigma_x}^2 - \varphi \frac{2(\psi + \frac{1}{6}\varphi)}{1 + \frac{2(\psi + \frac{1}{6}\varphi)}{\varphi}} = 0 \quad (2.96)$$

On en déduit une expression de la contrainte normale aux rouleaux en fonction de la contrainte longitudinale :

$$\overline{p_x} = \overline{\sigma_x} \frac{B^2 - A^2}{B^2 + A^2} + \frac{2AB}{B^2 + A^2} \sqrt{B^2 + A^2 - \overline{\sigma_x}^2} \quad (2.97)$$

où :

$$\left\{ \begin{array}{l} A^2 = \frac{2}{3}(\psi + \frac{1}{6}\varphi)(1 - \Theta) \\ B^2 = \frac{1}{3}\varphi(1 - \Theta) \\ \overline{p_x} = \frac{p_x}{\sigma_s} \\ \overline{\sigma_x} = \frac{\sigma_x}{\sigma_s} \end{array} \right. \quad (2.98)$$

Gradient de contrainte

On peut déduire des équations (a) et (e) du système (2.84) une équation pour le gradient de contraintes :

$$\frac{d\overline{\sigma_x}}{d\theta} = \frac{(\overline{p_x} - \overline{\sigma_x}) \sin \theta}{\frac{h_o}{D} + 1 - \cos \theta} - \overline{p_x} \frac{\mu_f \cos \theta (\theta - \gamma_n)}{\theta_\mu (\frac{h_o}{D} + 1 - \cos \theta)} \quad (2.99)$$

où

$$\theta_\mu = \begin{cases} \alpha - \gamma_n \text{ pour } \theta \geq \gamma_n \\ \gamma_n \text{ pour } \theta < \gamma_n \end{cases} \quad (2.100)$$

et μ_f est le coefficient de frottement à l'entrée et à la sortie de la zone de densification.

On peut passer aisément de la densité à la porosité par l'expression $\rho = \rho_p(1 - \Theta)$ où ρ_p est la densité particulaire du matériau étudié.

Une fois ces équations établies, les auteurs utilisent un algorithme numérique pour résoudre le nouveau système en faisant varier un certain nombre de paramètres considérés comme des données : D , h_0 , α , la contrainte longitudinale initiale $\overline{\sigma}_{x0}$, le coefficient de frottement μ_f et la densité relative de la poudre ρ_0 .

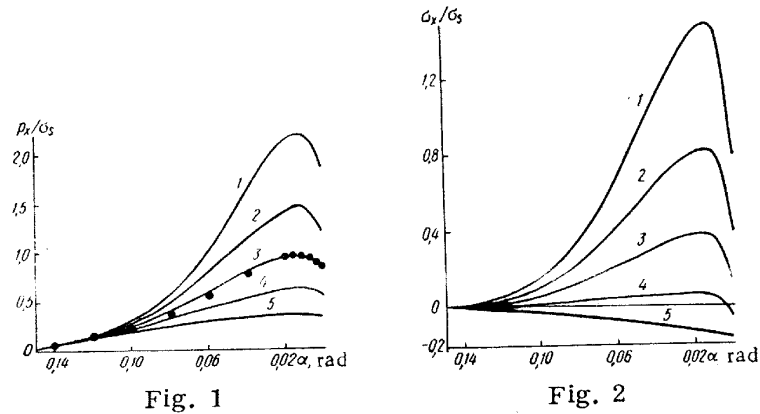


Fig. 1. Effect of coefficient of friction on normal contact stress distribution. Here and in Figs. 2 and 3: 1) $\mu_f = 0.5$; 2) 0.4; 3) 0.3; 4) 0.2; 5) 0.1.

Fig. 2. Effect of coefficient of friction on longitudinal stress distribution.

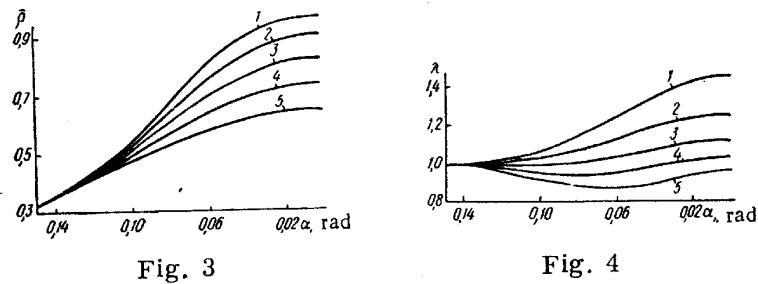


Fig. 3. Effect of coefficient of friction on density distribution along length of densification zone.

Fig. 4. Effect of coefficient of friction on coefficient of elongation: 1) $\mu_f = 0.1$; 2) 0.2; 3) 0.3; 4) 0.4; 5) 0.5.

FIG. 2.22 – Influence du coefficient de frottement sur les paramètres de sortie du matériau.

La Figure 2.22, extraite de (Katashinskii & Shtern 1983b), nous donne l'influence de la valeur du coefficient de frottement sur les différents paramètres de sortie. Nous pouvons observer que les contraintes maximales semblent avoir lieu avant l'entrefer.

2.3.4 Hypothèses

- Les auteurs ne parlent pas de la zone d'alimentation. Nous supposons qu'ils reprennent la théorie de Johanson pour cette partie.
- Pour mener à bien leur théorie, Katashinskii et Shtern utilisent une loi élastoplastique qui considère que les poudres sont cohésives et ont un comportement équivalent à la traction et la compression (les lignes isodéformations sont des ellipses centrées sur l'origine). Ceci ne semble pas assez réaliste compte tenu du comportement réel d'un lit de poudre. Nous préférons utiliser un modèle intégrant une ligne de rupture comme le Cap Model (Cf. deuxième partie).
- Comme Johanson, les auteurs isolent des tranches planes du matériau. C'est à dire qu'ils émettent implicitement l'hypothèse que la densité est constante suivant une tranche horizontale. Ceci est discutable au vu des résultats obtenus dans des travaux postérieurs (par exemple Simon & Guigon (2003)) qui ont montré que la densité variait sur la largeur des rouleaux. Ces recherches ont aussi montré que la valeur maximale de la contrainte n'était pas à l'entrefer mais pour un angle θ de quelques degrés. Ceci semble apparaître dans les résultats exposés (Figure 2.22).
- L'hypothèse du glissement à la paroi dans la zone de compaction et de l'inversion du sens de glissement peut paraître déroutant. Pourtant, ceci pourrait peut-être expliquer le fait que la contrainte maximale ne soit pas exercée à l'entrefer. Ce phénomène observé dans plusieurs travaux est une conséquence de la relaxation du matériau en aval de l'entrefer, qui par répercussion exerce une traction sur le matériau en amont de l'entrefer et crée une rupture au niveau de l'angle neutre. On peut expliquer ainsi le fait que la vitesse de la poudre soit supérieure à celle de la surface de rouleaux.

2.3.5 Conclusion

En conclusion, cette théorie prend en compte de manière plus rigoureuse et précise le comportement probable de la poudre dans la zone de compaction et semble donner des résultats plus proches de la réalité. Mais elle contient un certain nombre de lacunes. Si nous voulons utiliser cette théorie pour modéliser la compaction de poudres organiques, il nous faudra trouver de nouvelles lois de comportement, qui ne sont certainement pas les mêmes pour des poudres organiques que pour des poudres métalliques. Ensuite, la vitesse et les mouvements gazeux (échappement de l'air emprisonné) ne sont pas pris en compte. Enfin, le coefficient de frottement μ_f ne semble pas très simple à déterminer, d'autant que d'après Katashinskii et Shtern, il est censé avoir la même valeur en entrée et en sortie de la zone de compaction...

Au final cette théorie très mathématique paraît difficilement applicable à notre cas de figure : une alimentation en poudre forcée par une vis sans fin qui, nous le verrons dans la troisième partie, induit une distribution de contrainte et de densité non uniforme sur la largeur des rouleaux.

2.4 Conclusions sur les modèles existants

Les principaux modèles de la littérature ont été menés pour l'aide à la conception de presses alimentées par gravité et pour des poudres métalliques. Ainsi, le modèle de Johanson, par sa simplicité d'utilisation, paraît très indiqué pour ce genre d'utilisation de la compaction. Mais pour ce qui est de l'alimentation forcée par une vis sans fin, nous avons vu que la géométrie de la vis induit une distribution non uniforme de la pression dans la zone inter-rouleaux. La modélisation numérique en 3 dimensions paraît donc indispensable, et est susceptible de nous donner un grand nombre d'informations supplémentaires, comme les champs de vitesses (qui ne sont pas définis a priori comme dans la théorie de Shima et Yamada), les champs de pressions en trois dimensions, la distribution de porosité (qui n'est pas considérée a priori constante sur une tranche comme dans les théories de Johanson et de Katashinskii). Le chapitre qui suit fait la comparaison entre modèles, expériences et modélisations numériques déjà réalisées dans la littérature.

Chapitre 3

De l'expérimentation vers la modélisation

3.1 Introduction

Nous avons vu que par l'expérience, les auteurs étaient parvenus à visualiser un grand nombre de paramètres : l'évolution de la densité, les contraintes et la vitesse des particules à l'intérieur du lit de poudre, le couple d'entraînement et l'effort spécifique, l'entrefer et l'uniformité des chargements sur la largeur des rouleaux. Ces études expérimentales ont abouti aux modèles que nous venons d'exposer. Mais ces modèles, nous l'avons vu, sont parfois assez simplistes et notamment ont été créés pour des matériaux métalliques d'une part, et pour une alimentation par trémie d'autre part (ce sont des modèles en deux dimensions). Simon (2000) a été jusqu'au bout de son postulat (fluctuation de la densité des plaquettes en fonction du temps) en proposant une modélisation basée sur l'aptitude au tassement de la poudre et la distribution de la pression sur la dernière spire de la vis sans fin, mais obtient des résultats qualitatifs d'hétérogénéité, sans pouvoir accéder aux pressions subies ou aux densités induites.

Les modèles présentent donc des lacunes et le champ des variables du procédé obtenu par les modèles est loin d'être satisfaisant au regard du nombre de paramètres décrits par l'expérience. De plus, si nous utilisons une alimentation forcée, nous sommes obligés (d'après les travaux de Simon (2000) et de Petit-Renaud (1998), mais aussi nos propres expériences) de passer à une modélisation en trois dimensions. Pour ce faire, le plus simple est de passer des modèles analytiques à la modélisation numérique. Certains auteurs l'ont fait en deux dimensions. Dec et al. (2001) ont effectué une comparaison entre les résultats obtenus par les modèles analytiques de Johanson, Katashinskii et Shtern, par modélisation numérique sur un code par éléments finis et par l'expérience. Zavaliangos et al. (2003) sont parvenus à réaliser une étude numérique de la compaction en restant toutefois dans le domaine qualitatif : ils comparent l'effet, en deux dimensions, de l'état de surface des rouleaux sur la stabilité du procédé et sur les distributions de contrainte dans l'épaisseur des compacts, tout en remarquant que leurs résultats numériques sont moins stables que les résultats expérimentaux. Chang et al. (1999) ont implanté dans le code le critère de plasticité de Park et al. (1999) : c'est un critère du même genre que dans le modèle de

Katashinskii et Shtern, qui utilise des données empiriques de la compression uniaxiale pour caractériser la densification du produit. Les auteurs ont cherché à trouver par une campagne d'essais numériques un entrefer critique de 'splitting', c'est-à-dire de rupture des plaquettes dans l'épaisseur. Ils montrent qu'avec une surface de rouleaux lisse, cet entrefer critique de 'splitting' est moins élevé qu'avec des rouleaux dentés.

3.2 Comparaison entre modèles analytiques et numériques (Dec et al. 2001)

Les auteurs nous disent que le modèle de Johanson est relativement fiable pour la prédiction de la force de séparation entre les rouleaux et du couple d'entraînement, tant que la pression radiale est faible (inférieure à 100 MPa) et que le matériau est très compressible. Selon eux, les simplifications faites pour modéliser le comportement de la poudre dans la zone de compaction sont responsables de l'écart entre les résultats du modèle et de l'expérience. Ce qui est en accord avec l'analyse des hypothèses que nous avons proposées plus haut.

Ensuite les auteurs ont appliqué le modèle de type "Katashinskii et Shtern", qu'ils appellent d'une manière un peu abusive "slab method" (littéralement *méthode des tranches*). Les résultats obtenus sont consignés sur la Figure 3.1 : On peut observer sur ces figures

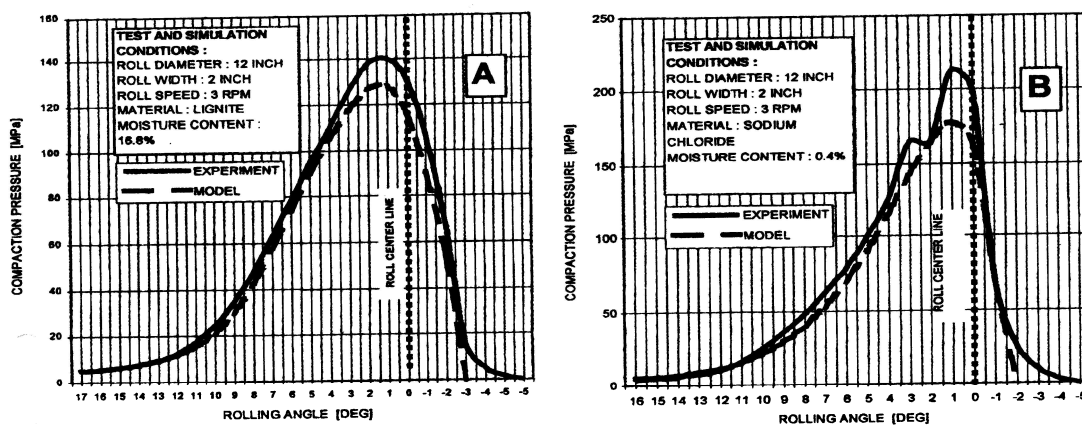


FIG. 3.1 – Comparaison entre les distributions de pression trouvée par la méthode des tranches (Katashinskii et Shtern) et mesurée expérimentalement sur de la lignite (A) et du Chlorure de Sodium (B) (Dec et al. 2001)

que les profils de contrainte sont assez bien superposés pour de la lignite, à 10% près. Par contre, les valeurs calculées pour le chlorure de sodium sous-estiment de 20% les valeurs mesurées. Les auteurs expliquent cette différence par le fait que le produit compacté a un comportement fragile qui n'est pas pris en compte par le modèle. De plus les phénomènes de broutement (en anglais *slip-stick*) qui ont eu lieu au cours des expériences ont pu fausser les mesures. Sur les modèles, les auteurs concluent que les modèles quels qu'ils soient ne délivrent que peu d'informations sur les distributions de contrainte (notamment tangentielle) et sur le comportement du matériau dans la zone inter-rouleaux. Ils prévo-

nisent donc l'utilisation d'un code éléments finis pour combler ce vide. Ils mettent leur proposition à exécution, avec un code de calcul et un modèle de Drucker-Prager modifié (Cap model). Nous décrivons ce modèle un peu plus loin (Partie 2). La Figure 3.2 montre certains de leurs résultats :

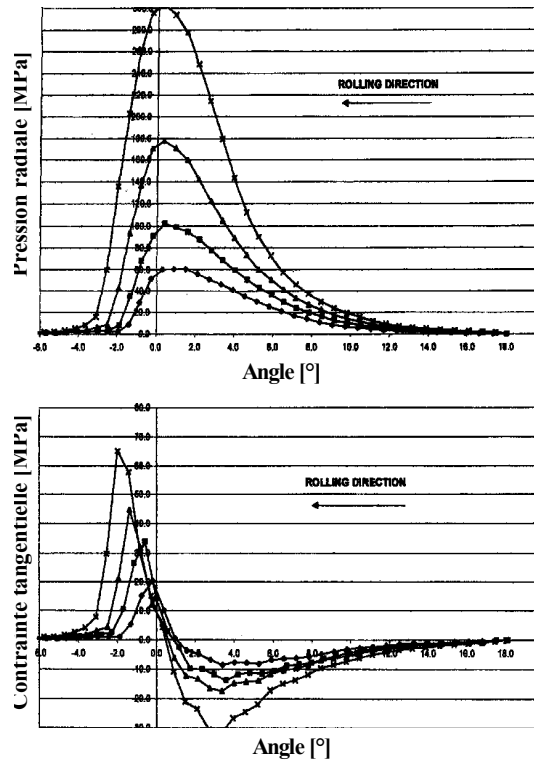


FIG. 3.2 – (A) Pression radiale en fonction de l'angle pour plusieurs pressions d'alimentation ; (B) Pression radiale en fonction de l'angle pour plusieurs pressions d'alimentation et coefficients de frottement (Dec et al. 2001)

Comme nous le voyons sur ces figures, à partir d'un logiciel du commerce le modèle peut être facilement ajusté, amenant à la meilleure solution à travers un processus d'hypothèses, d'expériences numériques et de reformulation. Ils permettent de prédire la densité relative, le débit de la presse, l'énergie de déformation, le profil de pression radiale et de contrainte tangentielle, la position de l'angle neutre, la rupture éventuelle de la plaquette lorsqu'elle se relaxe. De plus, la modélisation permet de changer de type d'alimentation ou de géométrie de rouleaux pour en visualiser l'influence. Zavaliangos et al. (2003) ont commencé à s'intéresser à ce genre de modélisation. Ils ont cette fois-ci utilisé un modèle de Gurson. Ils parviennent à modéliser la compaction pour deux géométries de rouleaux différentes (Figure 3.3).

Cette figure est un exemple de ce que seule permet la modélisation numérique. Néanmoins, les auteurs obtiennent pour le profil type "briquettes" des valeurs qui surestiment considérablement les contraintes et les efforts réels. Ils attribuent ce résultat au modèle qu'ils utilisent (Gurson, dont nous parlerons plus loin). Ils ont néanmoins préféré ce modèle au Cap-Model, qui a parfois tendance à donner des dilatations excessives en sortie de

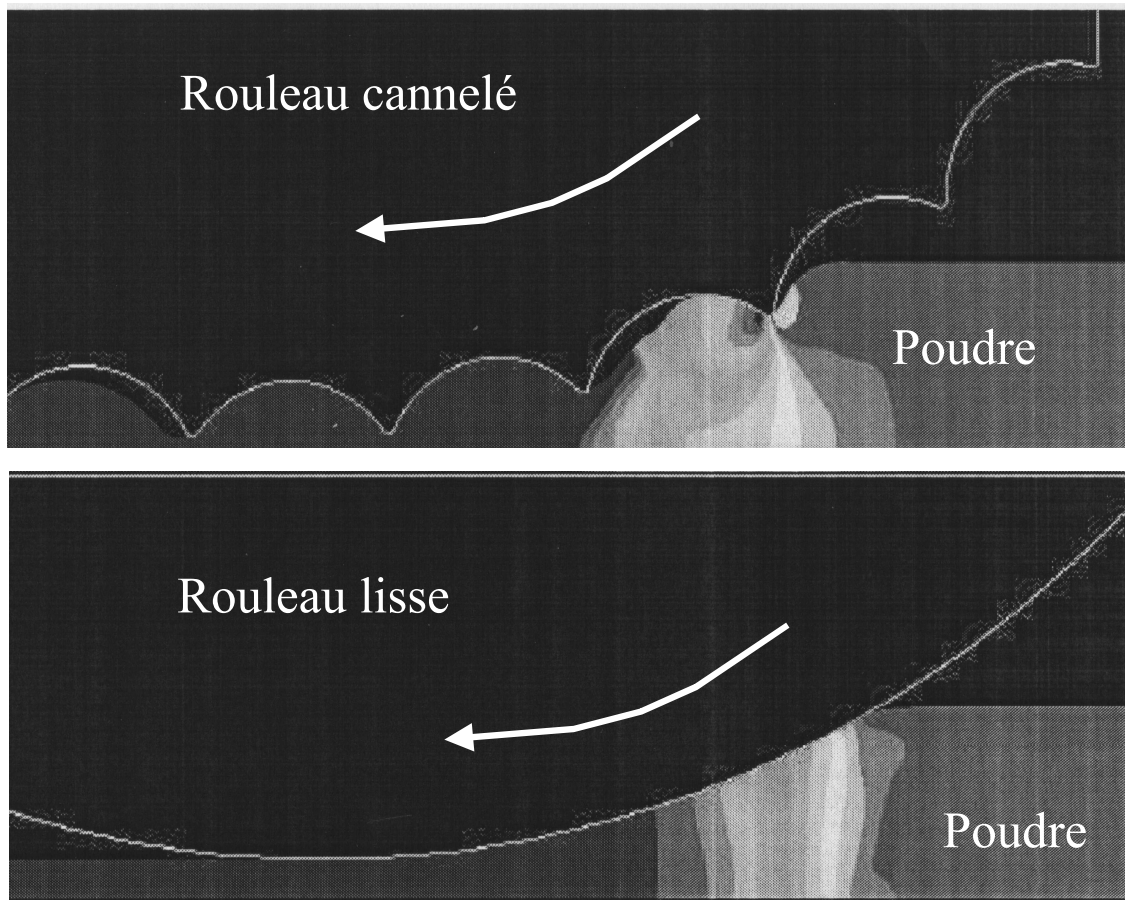


FIG. 3.3 – Prédiction de la distribution de porosité dans le lit de poudre pour des géométries de rouleaux différentes (Zavaliangos et al. 2003)

rouleaux. Le Cap-Model nous semble pourtant un modèle très approprié pour les matériaux pulvérulents et pour modéliser leur comportement en compression : il est notamment établi sur des tests de compression uniaxiale, qui donnent une image de la compressibilité du matériau et du frottement du matériau à la paroi, et sur des tests de rupture qui vont caractériser la résistance mécanique des compacts à l'entrefer (Doremus et al. 2001). Le modèle de Gurson, au même titre que le modèle utilisé par Katashinskii et Shtern, suppose que les résistances à la traction et à la compression du produit sont égales, ce qui est très rarement le cas pour des poudres.

Conclusion

Nous avons pu voir dans cette partie que la compaction des poudres en presse à rouleaux avait fait l'objet d'un assez grand nombre de recherches expérimentales, notamment sur les poudres métalliques et avec une alimentation par gravité. Seuls Guigon et Simon se sont attachés à décrire les conséquences de l'utilisation d'une vis d'alimentation. Afin de pousser encore un peu plus loin la connaissance de ce procédé lorsqu'on utilise une alimentation forcée, nous avons conçu et monté une presse instrumentée qui permet de visualiser les profils de pression en trois dimensions grâce à trois capteurs de pression originaux (Partie 3).

Les modèles théoriques pré-supposent eux aussi que nous pouvons travailler en deux dimensions. Accéder à la pression, au mouvement et à la densité de la poudre entre les rouleaux de manière réaliste semble alors très compromis sans l'utilisation de la modélisation numérique. Encore faut-il que cette modélisation soit réalisable. Il y a encore une dizaine d'années, cette idée nous serait apparue complètement farfelue. Au vu des avancées réalisées depuis dix ans dans ce domaine et des premiers articles parus sur la question, nous pouvons penser que ce défi est surmontable. Nous avons choisi de modéliser le procédé en trois dimensions, en utilisant le Drucker-Prager Cap Model (Partie 4). Pour ce faire, il nous faut au préalable décrire le comportement mécanique de la poudre et définir les paramètres du Cap par des essais de compression en matrice instrumentée. C'est ce que nous allons réaliser dans le chapitre qui suit.

Deuxième partie

Caractérisation du comportement et des propriétés de la poudre utilisée

Introduction

Nous avons vu que les propriétés intrinsèques à la poudre ont une grande influence sur le déroulement de la compaction en presse à rouleaux. Certaines poudres de Rhodia posent des problèmes de réglages au cours de la compaction-granulation. Quand s'est posé le problème du choix de la poudre, nous pouvions opter soit pour une poudre bien connue au niveau du comportement, c'est-à-dire un produit modèle, ou pour une poudre à fort intérêt industriel. Cette thèse étant réalisée en lien ténu avec les industriels, nous avons opté pour le second choix : la poudre fournie par Rhodia est une poudre organique (au nom confidentiel), dont le comportement en compression uniaxiale a été observé au cours de sa thèse par Serris (2002).

Dans ce chapitre, nous présenterons donc la démarche scientifique et le cadre théorique utilisés afin de définir les paramètres nécessaires à la modélisation de la compression en presse à rouleaux, auxquels il faut ajouter le coefficient de frottement de la poudre à la paroi des rouleaux. La détermination des paramètres de plasticité est assez classique : nous utiliserons la démarche de Doremus et al. (2001). Quant à la détermination des paramètres élastiques, elle a fait l'objet d'un développement théorique original. Nous terminerons par une partie concernant des essais édifiants réalisés sur le comportement à la compression en température de la poudre , qui ouvre certaines ouvertures sur les évolutions possibles du procédé...

Chapitre 4

Comportement élastoplastique de la poudre et mesure du frottement poudre/paroi

Sommaire

4.1	Généralités sur la poudre étudiée	90
4.2	Les approches théoriques de modélisations du comporte- ment des matériaux pulvérulents	91
4.3	Un outil pour la modélisation de la compression des poudres : le CAP Model	93
4.3.1	Surface de charge	93
4.3.2	Détermination des paramètres du modèle pour une poudre donnée	95
4.4	Démarche expérimentale et cadre théorique de la déter- mination des paramètres du Cap	96
4.4.1	Droite de rupture	96
4.4.2	Cap et coefficient de frottement	97
4.5	Détermination des paramètres Élastiques	102
4.5.1	Conditions aux limites	102
4.5.2	Recherche d'un champ de contrainte admissible	103
4.5.3	Recherche d'une solution : introduction des fonctions de Bessel	104
4.5.4	Composantes du tenseur des contraintes	105
4.5.5	Démarche expérimentale de recherche des paramètres élas- tiques	107
4.5.6	Validation de la démarche	112
4.6	Essais de compression uniaxiale en matrice instrumentée	113
4.6.1	Description du dispositif expérimental et principe de mesure	113
4.6.2	Étalonnage du montage (Capteur de déplacement et Jauges)	117
4.6.3	Le comportement de la poudre ne présente pas de viscosité	122
4.6.4	Comportement plastique de la poudre	123

4.6.5	Comportement élastique de la poudre	125
4.6.6	Frottement de la poudre à la paroi	128
4.7	Comportement à la compression de la poudre avec montée en température (Goubier 2003)	132
4.7.1	Dispositif et protocole expérimental	132

4.1 Généralités sur la poudre étudiée

La masse volumique du produit est de l'ordre de 1000 kg.m^{-3} .

Les grains de poudre sont de forme allongée et ont un diamètre moyen d'environ 300 microns, ce qui peut avoir une importance lorsque nous allons atteindre des valeurs d'entrefer très faibles. En effet pour un entrefer de l'ordre de 0.3 mm, les grains auront tendance à être écrasés et broyés individuellement plutôt que liés entre eux.

La figure 4.1 montre les résultats de mesures de granulométrie par tamisage. Nous constatons sur ce schéma que plus de 60% de la masse du produit est formée de grains de 200 à 500 microns. Serris a au cours de sa thèse isolé différentes tranches de taille des grains afin d'observer l'influence de la granulométrie sur les propriétés des comprimés réalisés dans les mêmes conditions de compaction. Ceci est un bon moyen de vérifier l'influence d'une caractéristique de la poudre sur le procédé, chose très compliquée à réaliser sur d'autres caractéristiques, comme le frottement grains/grains ou grains/paroi; mais la granulométrie a tout de même une influence sur la densité tassée du produit, qui est, on l'a vu, prépondérante dans le déroulement de la compaction en presse à rouleaux. Nous ne suivrons donc pas le même chemin que Serris au cours de notre travail, et utiliserons toujours une poudre "tout venant", fournie par Rhodia et stockée dans un unique sac d'une tonne de poudre, afin de ne pas fausser la reproductibilité des essais.

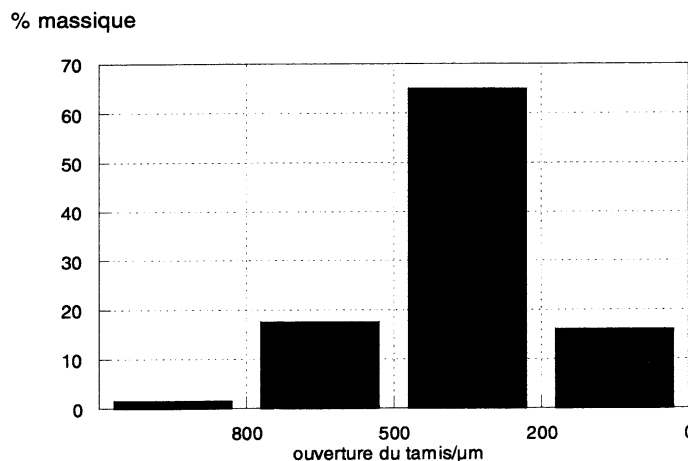


FIG. 4.1 – Granulométrie de la poudre réalisée par tamisage

Une caractéristique supplémentaire des produits organiques en général et de cette poudre en particulier est leur sensibilité au milieu ambiant à savoir l'humidité de l'air et

les variations de température. C'est pourquoi nous contrôlerons lors de nos essais ces deux paramètres.

Nous avons effectué un certain nombre de tests pour mesurer la densité tassée et non tassée des lits de poudre. Ces valeurs nous seront utiles pour prédire la densité de la poudre en sortie de la vis sans fin. Le tableau 4.1 résume les caractéristiques physico-chimiques principales de la poudre utilisée.

TAB. 4.1 – Les principales caractéristiques physico-chimiques de la poudre

Caractéristiques du matériau	
Densité	de l'ordre de $1000 \text{ kg}/\text{m}^3$
Température de fusion	152° C
Caractéristiques du lit de poudre	
Taille des grains	Autour de $300 \mu\text{m}$
Compacité de la poudre tassée	0.5
Compacité de la poudre non tassée	0.44

4.2 Les approches théoriques de modélisations du comportement des matériaux pulvérulents

Chtourou et al. (2002a) ont fait l'inventaire des différentes approches de la littérature concernant la modélisation du matériau. On peut tout d'abord les classer en deux grandes familles : les approches micro-mécaniques et les approches macro-mécaniques. Pour les premières, chaque particule est modélisée, sous forme de sphère en interaction avec les particules qui l'entourent. Cette approche par éléments discrets est donc difficilement applicable à des poudres dont l'aspect est irrégulier et anguleux (comme c'est le cas pour cette poudre). De plus, ce genre de modèle demande encore des temps de calcul assez conséquents et paraît difficilement applicable à plusieurs millions d'éléments (la technologie informatique devra encore évoluer). On les voit par contre se développer à l'échelle micro ou nano-scopique, pour lesquels moins de particules sont en jeu et où les lacunes, micro-fissures ou défauts de cohésion ont une importance considérable ; ou encore dans le cadre d'une approche micro-macro afin de trouver des lois de comportement pour le milieu continu. On voit aussi se développer ce genre de démarche pour le frittage de micro poudres, où les propriétés mécaniques et thermiques sont en jeu pour la cohésion de la poudre et l'établissement des chaînes de force, et où encore une fois le nombre d'éléments à étudier est restreint (Kadau et al. 1971).

De fait, la littérature concernant la compression des poudres privilégie aujourd'hui les éléments finis (approche macro) sur les éléments discrets (approche micro). Les éléments finis ont évidemment comme inconvénient la non prise en compte des hétérogénéités de micro-structure (micro fissures, localisations de déformation ou de contraintes). Mais il est admis de tous que la poudre compactée est globalement isotrope, même si l'on sait qu'une légère anisotropie est induite par la compression.

Dans le champ des modèles macroscopiques, deux tendances se dégagent : Les modèles "élasto-plastiques classiques" et ceux empruntés à la mécanique des sols. Le premier type de modèle est connu sous le nom de "Kuhn-Shima" (car ce sont Kuhn & Downey (1971) qui l'ont utilisé les premiers et Shima & Oyane (1976) qui ont proposé des modifications dans la formulation). Les surfaces d'iso déformation plastique sont caractérisées par des ellipses dans le plan P-Q (Equation 4.2 et Figure 4.1).

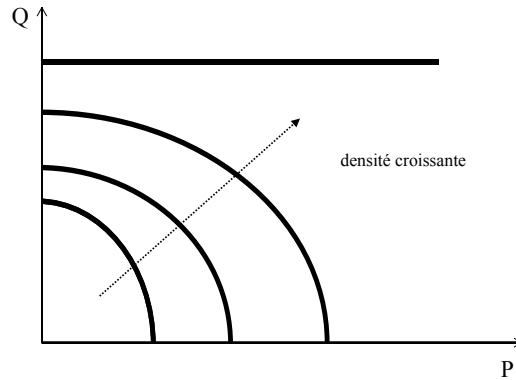


FIG. 4.2 – Critère de déformation de type Kuhn-Shima

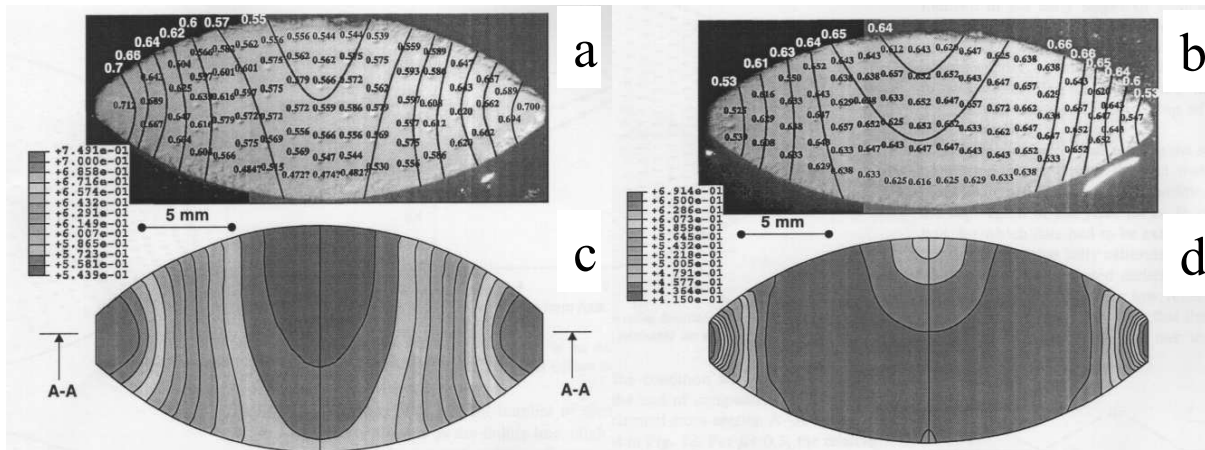


FIG. 4.3 – (Sinka et al. 2003) Confrontation des cartes de densité tracées par l'expérience et la modélisation numériques : (a) expérience avec matrice non lubrifiée (b) modélisation avec un coefficient de frottement μ_f constant égal à 0.5 (c) expérience avec lubrifiant sur poinçons et matrice (d) coefficient de frottement variable mesuré au cours de l'expérience de type c. On peut voir que l'expérience et la modélisation se superposent assez bien.

$$f(\sigma, \rho, k) = A(\rho)P^2 + B(\rho)Q^2 - C(\rho)k \quad (4.1)$$

où k est une variable d'état représentant l'effet de consolidation.

Cette approche est fondée sur l'hypothèse que le réarrangement des particules est négligeable devant la plasticité du matériau : elle utilise des lois de déformation associées et une consolidation isotrope, et suppose donc que le matériau résiste aussi bien à la traction qu'à la compression. Dans les faibles densités, la résistance à la traction du lit de poudre est nulle et c'est cette propriété de la poudre qui va permettre le réarrangement des particules. Gurson & Postero (1992) ont adapté ce type modèle pour la modélisation numérique. Zavaliangos et al. (2003) ont modélisé le procédé de compaction en presse à rouleaux avec ce modèle. Ils en viennent à la conclusion que ce modèle, qui ne reproduit pas assez fidèlement le comportement de la poudre à basse densité, c'est-à-dire dans la phase de réarrangement des grains, provoque une surestimation des contraintes subies dans la zone inter-rouleaux.

Le Cap Model est quant à lui le plus populaire parmi les modèles de la famille "mécanique des sols". Il fut originellement créé pour les roches, les sols et les géomatériaux. Chtourou et al. (2002a) ont montré que les hypothèses simplificatrices de ce modèle et les imperfections de la procédure expérimentale de détermination des caractéristiques n'affectaient pas les résultats des paramètres influents. Sinka et al. (2003) ont validé le Cap Model en étudiant l'effet du frottement à la paroi sur la densité de comprimés de poudre pharmaceutique par simulation numérique, en confrontant les résultats obtenus aux résultats de l'expérience. Ils montrent des cartes de densité très similaires (Figure 4.3).

Nous verrons plus loin que la poudre ne présente pas de caractère visqueux marqué. Ceci nous permet donc d'utiliser des lois de type "élasticité/plasticité" plutôt que "élasticité/visco-plasticité". Nous allons donc modéliser le comportement de notre poudre à l'aide du Cap Model.

4.3 Un outil pour la modélisation de la compression des poudres : le CAP Model

4.3.1 Surface de charge

La surface de charge du modèle est basée sur l'association d'une surface de charge de forme elliptique dite "Cap" (d'où le nom du modèle, en français *casquette*), et d'une droite de rupture. La figure 4.4 représente le Cap-Model dans l'espace des contraintes principales et dans le plan P-Q. La droite de rupture et le Cap représentent une ligne d'iso-déformation plastique du matériau pulvérulent. Lors d'un chargement, si on traverse la droite de rupture, le matériau se rompt ; si on traverse le Cap, le matériau se densifie et l'on passe à une autre ligne d'iso-densité. On peut voir sur la Figure 4.4(b) les paramètres caractéristiques du modèle :

- β est l'angle de la droite de rupture,
- d est la cohésion du lit de poudre,
- P_a et P_b sont les pressions hydrostatiques resp. à l'intersection Cap/droite de rupture et Cap/axe P,
- χ est le paramètre d'excentricité de l'ellipse.

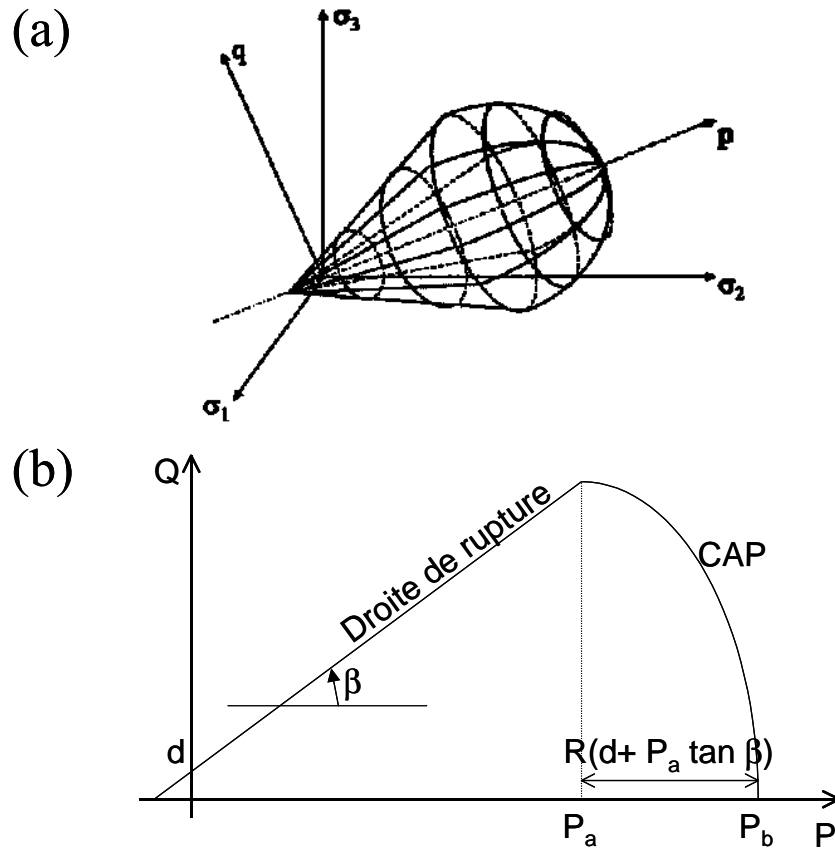


FIG. 4.4 – Surface de charge du Cap Model (a) dans l'espace des contraintes principales, (b) dans le plan pression isotrope/contrainte déviatoire

L'équation de la droite de rupture s'écrit :

$$F_s = 0 = Q - P \tan \beta - d \quad (4.2)$$

L'équation du Cap s'écrit :

$$F_c = 0 = \sqrt{(P - P_a)^2 + (\chi Q)^2} - \chi(d + P_a \tan \beta) \quad (4.3)$$

Pour résoudre les problèmes numériques liés au traitement difficile de la transition entre le cap et la droite de rupture, un paramètre κ définissant une surface de transition est introduit. On a alors :

$$F_c = 0 = \sqrt{(P - P_a)^2 + \left(\frac{\chi Q}{1 + \kappa - \kappa / \cos \beta}\right)^2} - \chi(d + P_a \tan \beta) \quad (4.4)$$

P_a et P_b sont liés par l'équation suivante :

$$P_a = 0 = \frac{P_b - \chi d}{1 + \chi \tan \beta} \quad (4.5)$$

Le Cap Model est associé, c'est-à-dire que la direction de l'écoulement plastique $d\varepsilon_{plast}^{vol}$ est perpendiculaire à la surface de Cap. Par contre, la loi d'écoulement est non associée sur la droite de rupture. La surface potentielle du modèle est décrite par deux surfaces elliptiques dans le plan $(\varepsilon_p, \varepsilon_q)$ plan des déformations isotrope et déviatoire, qui se superpose au plan (P,Q) (de la même manière que dans la théorie de Katashinskii et Shtern, Partie 1, Section 2.3). La figure 4.5 montre la superposition des deux surfaces au niveau du Cap imposée.

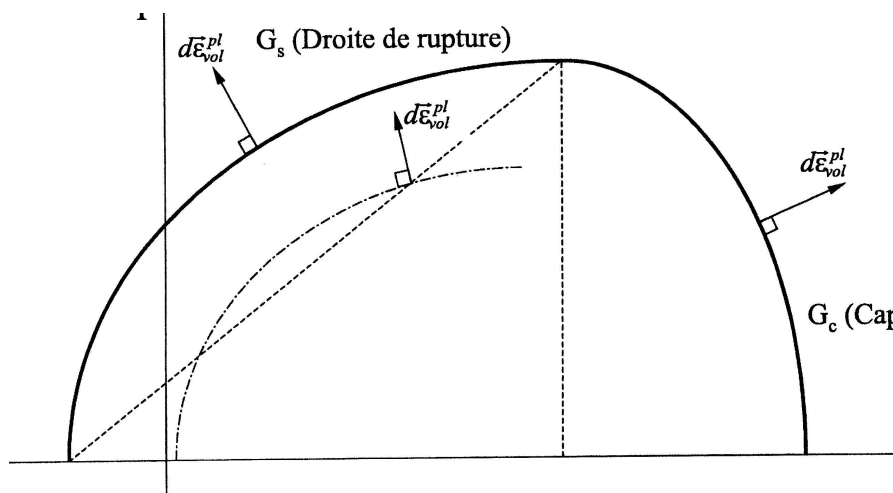


FIG. 4.5 – Surfaces potentielles du modèle de Drucker-Prager/Cap : si on superpose les plans (P,Q) et $(\varepsilon_p, \varepsilon_q)$, la courbe de déformation volumique plastique se superpose avec la surface de Cap CAP alors que ce n'est pas le cas au niveau de la droite de rupture.

Il y a donc quatre paramètres indépendants à déterminer : ce seront P_b , d , β et χ . κ est un paramètre que nous choisirons arbitrairement (généralement petit).

4.3.2 Détermination des paramètres du modèle pour une poudre donnée

La figure 4.6, inspirée de Chtourou et al. (2002a), liste les paramètres à mesurer et les tests que l'on peut effectuer sur les compacts pour les déterminer.

Pour déterminer les paramètres de la droite de rupture, il faut effectuer deux de ces trois tests de rupture : traction simple, compression simple et compression diamétrale. Le Cap et la consolidation du matériau qui représentent le comportement du matériau en compression, c'est-à-dire en densification, seront déterminés par des essais de compression en matrice instrumentée. Ce montage a été développé et utilisé lors de plusieurs thèses réalisées au laboratoire 3S sous la direction de Pierre Doremus (Pavier 1998, Toussaint 2001, Alvain 2001, Bonnefoy 2001, Frachon 2002). La figure 4.7 schématise le principe d'identification des paramètres du Cap comme nous l'avons effectuée.

Nous présenterons au chapitre 4.5 une manière de trouver les paramètres élastiques du matériau à partir d'essais de compression uniaxiale en matrice instrumentée, ce qui n'avait jamais été réalisé auparavant.

Techniques expérimentales / Paramètre mesuré	Fréquence de résonance	Compression triaxiale	Compression Hydrostatique	Compression uniaxiale	Tests de rupture
Élasticité	o	X			
Consolidation			o	X	
Surface de Cap		o	o	X	
Surface de rupture		o		o	o

FIG. 4.6 – Les paramètres élastiques et plastiques à déterminer et les tests qui leur sont généralement associés. Chtourou et al. (2002a) (o) utilisent la fréquence de résonance en cours de compression pour caractériser l'élasticité, et des tests hydrostatique, triaxial et uniaxiale pour le Cap, la droite de Rupture et la consolidation. Pour notre part, nous suivrons la démarche expérimentale plus simple de Doremus et al. (2001) (x), qui utilise essentiellement le test de compression uniaxiale. Pour l'élasticité, nous remplacerons les tests triaxiaux habituels par une théorie originale de l'élasticité au cours de la compression uniaxiale (les essais que nous réalisons sont les cellules grisées)

4.4 Démarche expérimentale et cadre théorique de la détermination des paramètres du Cap

4.4.1 Droite de rupture

Pour identifier la droite de rupture, le moyen le plus simple est d'effectuer au moins deux des trois essais à rupture suivants :

- essai de traction simple
- essai de compression simple
- essai de compression diamétrale

Après avoir comprimé en matrice des échantillons de densités différentes, on mesure la contrainte à la rupture ($\sigma_t, \sigma_s, \sigma_d$) pour chacun des deux ou trois tests. Ensuite, on peut tracer les points trouvés dans le plan P-Q grâce aux relations suivantes :

- en traction simple : $P = -\sigma_t/3, Q = \sigma_t$
- essai de compression simple : $P = \sigma_s/3, Q = \sigma_s$
- essai de compression diamétrale : $P = 2\sigma_d/3, Q = \sqrt{13}\sigma_d$

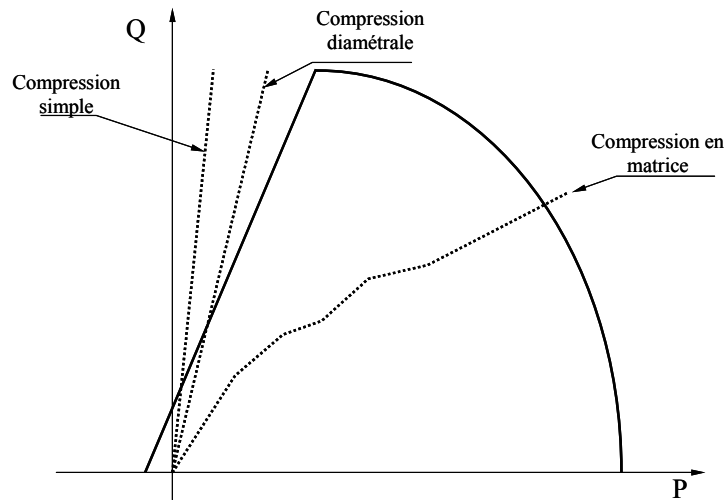


FIG. 4.7 – Représentation schématique de l'identification des paramètres du modèle

4.4.2 Cap et coefficient de frottement

Pour déterminer l'évolution du Cap avec la densité du compact, nous réalisons des essais de compression en matrice instrumentée. Cette matrice est cylindrique, et le poinçon supérieur est en mouvement. La figure 4.8 montre un schéma du montage.

Ces essais vont nous permettre de mesurer le coefficient de frottement du lit de poudre

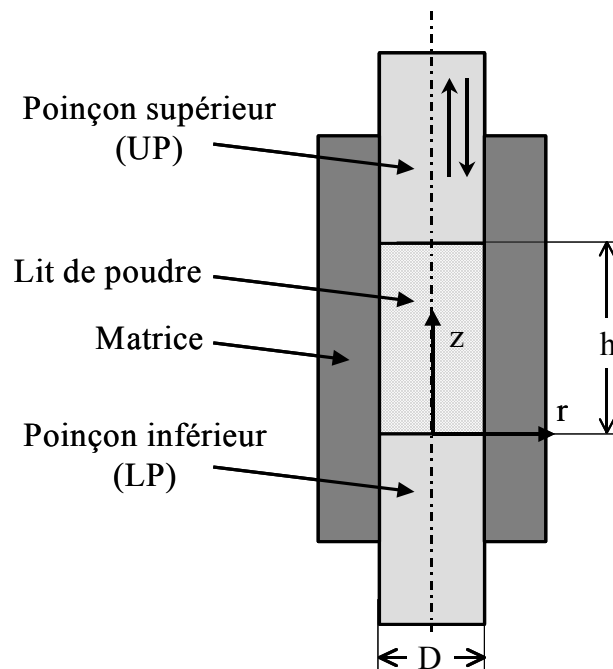


FIG. 4.8 – Schéma et paramètres de la compression uniaxiale en matrice

à la paroi, le coefficient de transmission des contraintes et le chemin de chargement. Pour

ce faire, il faut émettre un certain nombre d'hypothèses :

H1. Le gradient de contrainte radiale σ_r est négligeable sur la largeur du lit de poudre

H2. La contrainte radiale σ_r est proportionnelle à la contrainte axiale σ_z :

$$\sigma_r = \varpi \sigma_z \quad (4.6)$$

où ϖ est appelé coefficient de transmission des contraintes, supposé indépendant de z pour une densité moyenne du lit de poudre donnée.

H3. La contrainte tangentielle τ_z est proportionnelle à la contrainte radiale σ_r :

$$\tau_z = \mu_f \sigma_r \quad (4.7)$$

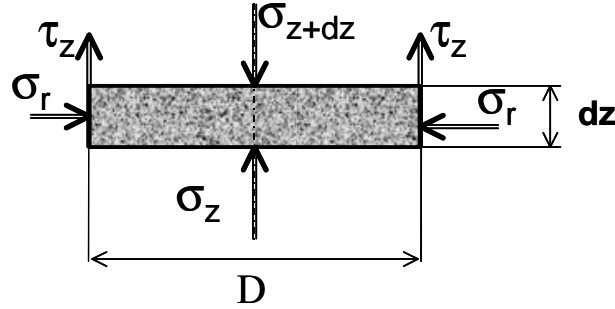


FIG. 4.9 – Equilibre d'une tranche de poudre en compression dans la matrice

Une fois ces hypothèses admises, considérons l'équilibre d'une tranche de poudre (Figure 4.8) ; en négligeant l'effet de la gravité, on peut écrire :

$$d\sigma_z \pi \frac{D^2}{4} = \pi D \tau_z dz \quad (4.8)$$

En introduisant les définitions de μ_f et ϖ on obtient :

$$\frac{d\sigma_z}{\sigma_z} = 4\varpi \mu_f dz \quad (4.9)$$

Comme nous avons supposé que μ_f et ϖ étaient indépendants de z , en intégrant l'équation 4.9 entre $z=0$ et $z=h$, il vient :

$$\sigma_z = \sigma_{zLP} \exp\left(\frac{4\varpi \mu_f z}{D}\right) \quad (4.10)$$

Ce qui en $z=h$, donne :

$$\sigma_{zUP} = \sigma_{zLP} \exp\left(\frac{4\varpi \mu_f h}{D}\right) \quad (4.11)$$

4.4. Démarche expérimentale et cadre théorique de la détermination des paramètres du Cap

Où σ_{zUP} est la contrainte axiale exercée par le poinçon supérieur (UP) et σ_{zLP} la contrainte axiale exercée par le poinçon inférieur (LP). On peut de la même manière exprimer la contrainte axiale exercée au milieu du lit de poudre :

$$\sigma_{z(z=h/2)} = \sigma_{zLP} \exp\left(\frac{4\varpi\mu_f h}{D}\right) = \sigma_{zLP}^{1/2} \cdot \sigma_{zLP} \exp\left(\frac{4\varpi\mu_f h}{D}\right)^{1/2} = \sqrt{\sigma_{zLP} \cdot \sigma_{zUP}} \quad (4.12)$$

Soit σ_{rm} la contrainte radiale moyenne appliquée sur le lit de poudre :

$$\sigma_{rm} = \frac{1}{h} \int_0^h \sigma_r dz \quad (4.13)$$

Si on introduit les équations 4.6 et 4.10 dans l'intégrale 4.13, on obtient :

$$\sigma_{rm} = \sigma_{zLP} \frac{D}{4\mu_f h} \left[\exp\left(\frac{4\varpi\mu_f h}{D}\right) - 1 \right] \quad (4.14)$$

Mosbah (1995) et Frachon (1998) ont réalisé des essais de simulation numérique avec

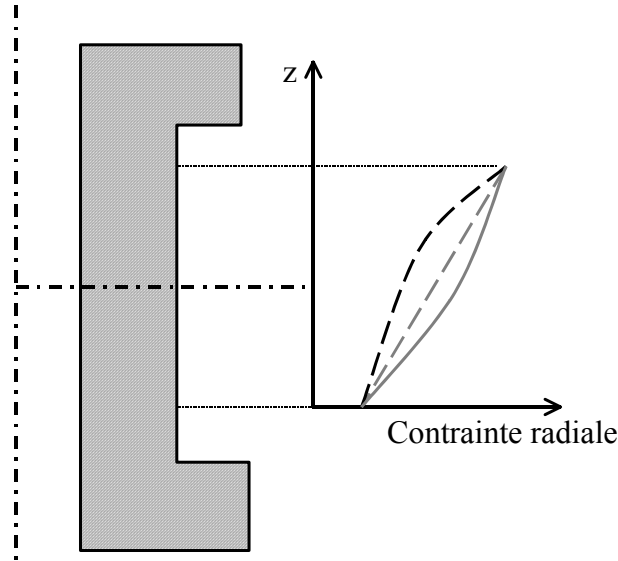


FIG. 4.10 – Profil des matrices et allures des champs de contrainte radiale utilisés lors des études numériques de Mosbah (1995) et Frachon (1998)

des matrices cylindriques dont la géométrie du profil extérieur était symétrique (Figure 4.10). Ils ont fait varier l'allure de la contrainte radiale sur la hauteur du lit de poudre comme indiqué sur la Figure 4.10 et ont trouvé que dans tous les cas de figure étudiés, la contrainte radiale moyenne σ_{rm} était égale à la contrainte à mi-hauteur $\sigma_{r(z=h/2)}$:

$$\sigma_{rm} = \sigma_{r(z=h/2)} \quad \forall \text{ type de chargement} \quad (4.15)$$

On a donc pour le coefficient de frottement :

$$\mu_f = \frac{D(\sigma_{zUP} - \sigma_{zLP})}{4h\sigma_{rm}} \quad (4.16)$$

et pour le coefficient de transmission :

$$\varpi = \sigma_{rm} \frac{\ln \frac{\sigma_{zUP}}{\sigma_{zLP}}}{\sigma_{zUP} - \sigma_{zLP}} \quad (4.17)$$

Ainsi aux cours de nos expérimentations, nous devons être capables de mesurer la contrainte radiale au milieu de l'échantillon ainsi que les contraintes axiales en bout de poinçon inférieur et en bout de poinçon supérieur.

Le Cap

La détermination du Cap se fait à l'aide de l'équation 4.3. Les essais en matrice permettent de suivre l'évolution de l'état de contrainte (P_o, Q_o) en fonction de la densité. Ceci nous donne une première équation de détermination des trois paramètres P_a ; P_b et χ :

$$Q_o = \sqrt{\frac{[(P_b - P_a)^2 - (P_o - P_a)^2]}{\chi^2}} \quad (4.18)$$

A partir du moment où on a pu déterminer les deux paramètres de la droite de rupture que sont β et d , on peut utiliser l'équation 4.5 pour exprimer P_b en fonction de P_a et obtenir ainsi une seconde équation :

$$P_b = P_a + \chi(P_a \tan \beta + d) \quad (4.19)$$

La troisième équation est donnée par la propriété d'association du Cap Model : la direction du vecteur d'écoulement plastique $\overrightarrow{d\varepsilon_{plast}^{vol}}$ est perpendiculaire à la surface de Cap.

De plus, au cours de l'essai en matrice, le lit de poudre ne se déforme pas suivant la direction radiale, puisqu'il rencontre la matrice, que nous supposons indéformable. Ainsi, pour le chargement correspondant à (P_o, Q_o) , nous aurons pour le vecteur d'écoulement plastique :

$$\overrightarrow{d\varepsilon_{plast}(P_o, Q_o)}(d\varepsilon_{p_o}, d\varepsilon_{q_o}) \quad (4.20)$$

dans le plan $(d\varepsilon_p, d\varepsilon_q)$ que l'on peut superposer avec le plan (P, Q) . Les coordonnées $d\varepsilon_p$ et $d\varepsilon_q$ peuvent s'écrire en fonction des coordonnées dans le plan (r, z) classique :

$$\begin{aligned} d\varepsilon_p &= d\varepsilon_z + 2d\varepsilon_r \\ d\varepsilon_q &= \frac{2}{3}(d\varepsilon_z - d\varepsilon_r) \end{aligned} \quad (4.21)$$

4.4. Démarche expérimentale et cadre théorique de la détermination des paramètres du Cap

Ainsi au cours d'un chargement en matrice, il n'y a pas de déformation radiale, c'est-à-dire que $d\varepsilon_{r_o} = 0$ pour un point (P_o, Q_o) du chemin de chargement et ainsi :

$$\frac{d\varepsilon_{q_o}}{d\varepsilon_{p_o}} = \frac{2}{3} \quad (4.22)$$

Pour un point (P_o, Q_o) du chemin de chargement, la pente de la normale à l'ellipse de Cap est de $2/3$ (Figure 4.11)

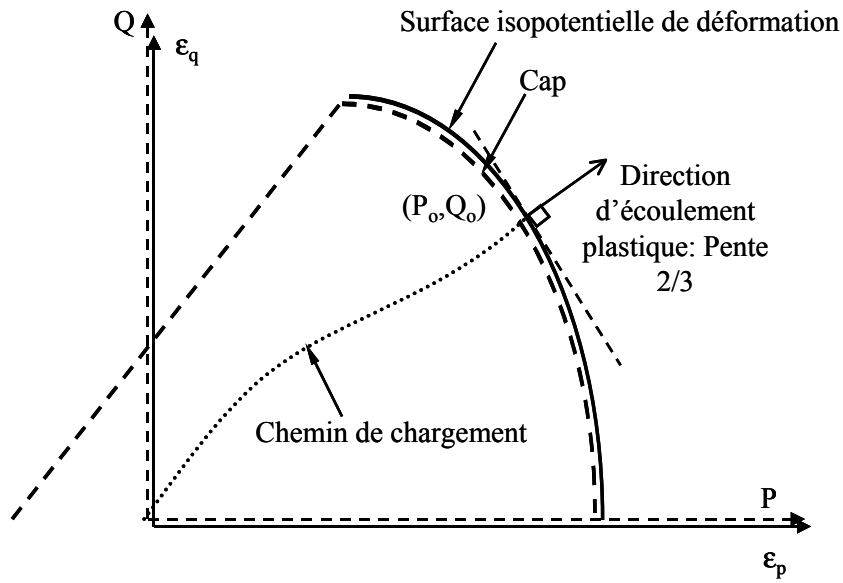


FIG. 4.11 – Direction du vecteur d'écoulement plastique pour l'état de contrainte (P_o, Q_o) donnée sur le chemin de chargement

Ainsi on obtient une troisième équation pour la détermination des paramètres du Cap :

$$\frac{dQ}{dP}(P_o, Q_o) = \frac{P_a - P_o}{Q_o \chi^2} = -\frac{3}{2} \quad (4.23)$$

$$\Leftrightarrow \chi^2 = \frac{2(P_o - P_a)}{3Q_o} \quad (4.24)$$

Si on considère les équations 4.18, 4.19 et 4.24 et que l'on isole P_a , on obtient l'équation 4.25 :

$$AP_a^2 + BP_a + C = 0 \quad (4.25)$$

avec

- $A = 2 \tan^2 \beta$
- $B = 3Q_o + 4d \tan \beta$

$$- C = 2d^2 - 3P_oQ_o - 2Q_o^2$$

Ainsi, en résolvant cette équation classique du second degré et en prenant la solution positive, on aura :

$$P_a = \frac{-B + \sqrt{B^2 - 4AC}}{2A} \quad (4.26)$$

Une fois trouvé P_a , on déduit :

- χ de l'équation 4.24
- P_b de l'équation 4.19

4.5 Détermination des paramètres Élastiques

L'idée développée ici consiste à obtenir les caractéristiques d'élasticité de notre matériau pulvérulent en fonction de la densité globale obtenu après une étape de compression. Nous avons choisi de repartir d'un champ de contrainte de type exponentiel suivant l'axe z et cherchons un champ de contrainte admissible suivant r . Cette démarche de recherche des paramètres élastiques par un essai en matrice n'avait jamais été réalisée auparavant.

4.5.1 Conditions aux limites

La figure 4.12, comme pour l'étude de la plasticité, présente le bilan des contraintes appliquées lors de la décharge : nous considérons ici que la matrice ne se déplace pas par rapport au poinçon inférieur au cours de la décharge.

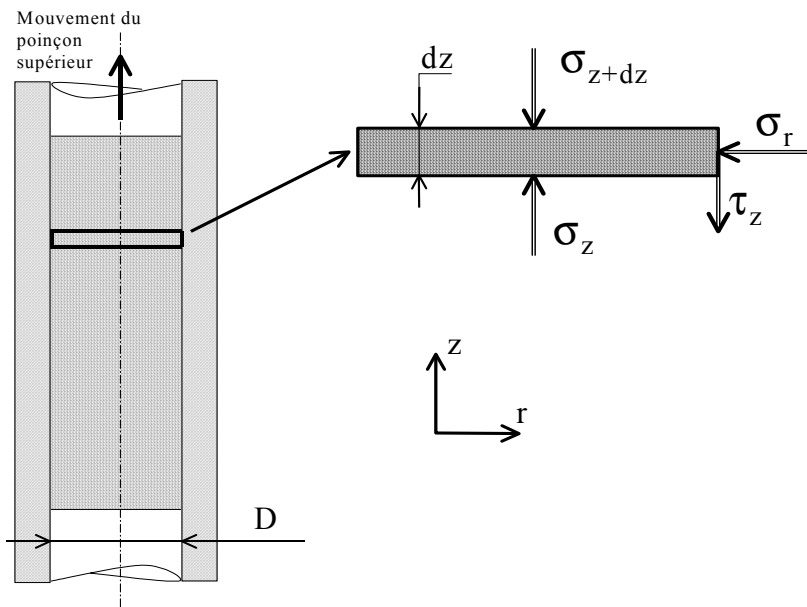


FIG. 4.12 – Méthode des tranches appliquée lors de la décharge élastique du matériau

De la même manière que lors de la compression, nous supposons qu'il existe une relation de type Coulomb entre la contrainte tangentielle τ_z et la contrainte radiale σ_r . Nous pouvons écrire :

$$\tau_z = \mu_f \sigma_r \quad (4.27)$$

Où μ_f est le coefficient de frottement. μ_f est supposé constant sur la hauteur du lit de poudre pour une densité donnée, et égal aux valeurs obtenues lors de la compression. Contrairement à l'étude de la compression, nous n'introduisons pas ici de taux de transmission de contrainte. Nous supposons néanmoins que les contraintes sont du type :

$$\sigma(r, z) = F(r) \exp(-kz) \quad (4.28)$$

où $F(r)$ est une fonction dépendant uniquement de r à déterminer, k est un nombre positif supposé constant pour une densité moyenne de poudre donnée. Nous avons choisi un exposant négatif ($-kz < 0$) car du fait des frottements, les contraintes dans le bas du lit de poudre sont plus élevées que dans le haut du lit de poudre.

Cette forme exponentielle donnée aux contraintes est un choix arbitraire de notre part, mais qui s'inspire de la forme trouvée au cours la compression, et qui prend en considération l'effet des frottements à la paroi.

4.5.2 Recherche d'un champ de contrainte admissible

Nous partons donc d'un champ de contraintes de type exponentiel suivant z . Pour établir un champ de contraintes admissible, nous nous sommes inspirés de Timoshenko (1961). Cherchons une fonction de tension φ qui soit solution de :

$$\nabla^2 \nabla^2 \varphi = 0 \quad (4.29)$$

Nous pourrions alors déduire complètement le champ des contraintes :

$$\sigma_r = \frac{\partial}{\partial z} (\nu \nabla^2 \varphi - \frac{\partial^2}{\partial r^2} \varphi) \quad (4.30)$$

$$\sigma_\theta = \frac{\partial}{\partial z} (\nu \nabla^2 \varphi - \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \varphi) \quad (4.31)$$

$$\sigma_z = \frac{\partial}{\partial z} [(2 - \nu) \nabla^2 \varphi - \frac{\partial^2}{\partial z^2} \varphi] \quad (4.32)$$

$$\tau_{rz} = \frac{\partial}{\partial r} [(1 - \nu) \nabla^2 \varphi - \frac{\partial^2}{\partial z^2} \varphi] \quad (4.33)$$

Où ν est le coefficient de poisson du matériau.

4.5.3 Recherche d'une solution : introduction des fonctions de Bessel

Nous partons donc d'une fonction du type :

$$\varphi(r, z) = f(r) \exp(-kz) \quad (4.34)$$

Cherchons tout d'abord une solution de l'équation 4.29 qui soit aussi solution de :

$$\nabla^2 \varphi = 0 \quad (4.35)$$

Si la fonction φ répond aux équations 4.34 et 4.35, alors $f(r)$ est solution de l'équation différentielle suivante :

$$\frac{d^2 f}{dr^2} + \frac{1}{r} \frac{df}{dr} + k^2 f = 0 \quad (4.36)$$

Une solution de cette équation différentielle est :

$$f_0(r) = a_0 J_0(kr) \quad (4.37)$$

où a_0 est une constante et $J_0(kr)$ est la fonction de Bessel de première espèce d'ordre zéro. ²

Cherchons maintenant une autre solution de l'équation 4.29. Soit J_1 la fonction de Bessel de première espèce d'ordre 1 :

$$\nabla^2 (r J_1(kr)) = \left(\frac{d^2}{dr^2} + \frac{1}{r} \frac{d}{dr} + k^2 \right) r J_1(kr) \quad (4.41)$$

²Particularités des fonctions de Bessel :

$$\frac{d}{dr} J_0(kr) = -k J_1(kr) \quad (4.38)$$

$$\frac{d}{dr} J_1(kr) = k J_0(kr) - \frac{1}{r} J_1(kr) \quad (4.39)$$

$$\frac{d}{dr} r J_1(kr) = kr J_0(kr) \quad (4.40)$$

où J_0 et J_1 sont respectivement les fonctions de Bessel de première espèce d'ordre 0 et 1 .

L'équation 4.40 nous permet d'écrire :

$$\nabla^2(rJ_1(kr)) = k \frac{d}{dr}(rJ_0(kr)) + kJ_0(kr) + k^2rJ_1(kr) \quad (4.42)$$

L'équation 4.38 nous permet d'écrire :

$$\nabla^2(rJ_1(kr)) = kJ_0(kr) - k^2rJ_1(kr) + kJ_0(kr) + k^2rJ_1(kr) = 2kJ_0(kr) \quad (4.43)$$

Ainsi, comme J_0 est solution de 4.35 :

$$\nabla^2 \nabla^2(rJ_1(kr)) = \nabla^2(2kJ_0(kr)) = 0 \quad (4.44)$$

En conclusion, on trouve une fonction $\varphi(r, z)$ solution de l'équation 4.29 :

$$\varphi(r, z) = f(r) \exp(-kz) \quad (4.45)$$

où :

- $f(r) = a_0 J_0(kr) + a_1 kr J_1(kr)$,
- a_0 et a_1 sont des constantes,
- J_0 et J_1 sont les fonctions de Bessel d'ordre 1, de degrés respectifs zéro et un.

D'un point de vue purement mathématique, d'autres solutions faisant intervenir des fonctions de Bessel d'ordre 2 sont envisageables. Mais ces fonctions tendent vers l'infini lorsque r tend vers zéro, ce qui est incompatible avec notre cas d'un point de vue physique.

4.5.4 Composantes du tenseur des contraintes

Nous partons maintenant de la fonction φ obtenue précédemment afin de trouver la forme des composantes du tenseur des contraintes. Pour cela, nous utilisons les équations 4.30 à 4.33. Nous obtenons :

$$\sigma_r = k^3 \exp(-kz) \left[a_0 \left(\frac{J_1}{kr} - J_0 \right) + a_1 ([1 - 2\nu] J_0 - kr J_1) \right] \quad (4.46)$$

$$\sigma_\theta = -k^3 \exp(-kz) \left[a_0 \frac{J_1}{kr} + a_1 (2\nu + 1) J_0 \right] \quad (4.47)$$

$$\sigma_z = k^3 \exp(-kz) (a_0 J_0 + a_1 [2(\nu - 2) J_0 + kr J_1]) \quad (4.48)$$

$$\tau_{rz} = k^3 \exp(-kz)(a_0 J_1 + a_1 [kr J_0 - 2J_1(\nu - 1)]) \quad (4.49)$$

Il faut dès lors vérifier les conditions aux limites, qui nous permettront d'obtenir les valeurs de a_0 , a_1 et k .

CL1. Le problème étant axisymétrique, τ_{rz} doit être nul sur l'axe. Or les valeurs des fonctions de Bessel en 0 sont :

$$J_1(0) = 0 ; J_0(0) = 1 \quad (4.50)$$

Ainsi,

$$\forall z, \forall a_0, \forall a_1 : \tau_{rz}(z, 0) = 0 \quad (4.51)$$

CL2. Au contact avec la paroi de la matrice, $\sigma_r(R, z)$ et $\tau_{rz}(R, z)$ doivent vérifier les hypothèses de frottement que nous avons énoncées :

$$\tau_{rz}(z, R) = \mu_f \sigma_r(z, R) \quad (4.52)$$

où μ_f est le coefficient de frottement.

CL3. La contrainte axiale moyenne exercée en haut et en bas du lit de poudre peut être directement reliée à l'effort mesuré sur chaque poinçon (F_{LP} et F_{UP}) :

$$\tilde{\sigma}_z(h) = \sigma_{zUP} = \frac{F_{UP}}{\pi R^2} \text{ et } \tilde{\sigma}_z(0) = \sigma_{zLP} = \frac{F_{LP}}{\pi R^2} \quad (4.53)$$

Avec :

$$\tilde{\sigma}_z(z) = \frac{1}{\pi R^2} \int_0^R \sigma_z(z, r) 2\pi r dr \quad (4.54)$$

En développant les équations 4.52, 4.53 et 4.54, nous trouvons un système de relations que a_0, a_1 et k doivent satisfaire :

$$\left\{ \begin{array}{l} \tau_{rz}(R, z) = \mu_f \sigma_r(R, z) \Rightarrow a_1 = a_0 \frac{J_1(\frac{1}{kR} - \frac{1}{\mu_f}) - J_0}{J_1(\frac{2\nu-1}{\mu_f} + kR) + J_0(2\nu - 1 - \frac{kR}{\mu_f})} \quad (a) \\ \tilde{\sigma}_z(h) = \sigma_{zUP} \Rightarrow \sigma_{zUP} = k^3 \frac{\exp(-kh)}{\pi R^2} \int_0^R 2\pi r F(r) dr \quad (b) \\ \tilde{\sigma}_z(0) = \sigma_{zLP} \Rightarrow \sigma_{zLP} = k^3 \frac{1}{\pi R^2} \int_0^R 2\pi r F(r) dr \quad (c) \end{array} \right. \quad (4.55)$$

En combinant les équations 4.55(b) et (c), nous obtenons la valeur de k en fonction des contraintes appliquées au bout des poinçons et de la hauteur du lit de poudre h :

$$k = \frac{1}{h} \ln\left(\frac{\sigma_{zLP}}{\sigma_{zUP}}\right) \quad (4.56)$$

L'équation 4.55(a) et une seconde équation (4.55(b) ou 4.55(c)) permettent de trouver les valeurs de a_0 et a_1 .

4.5.5 Démarche expérimentale de recherche des paramètres élastiques

Ne perdons pas de vue que nous cherchons à obtenir les paramètres élastiques du matériau pour différents états de compaction et notamment pour les basses densités, pour lesquelles il n'est pas possible de les mesurer autrement, hormis en mesurant la fréquence de résonance du matériau (Chtourou et al. 2002a). Nous allons donc effectuer un certain nombre de compressions de la poudre en mesurant la relaxation, la pression radiale à mi-hauteur du lit de poudre et les pressions exercées par les poinçons à chaque moment de la relaxation. On se place bien entendu sous l'hypothèse des petites déformations.

Relations contraintes/déformations

En tout point du lit de poudre, la relation entre la contrainte et la déformation peut s'écrire à l'aide des coefficients de Lamé λ et μ :

$$\underline{\underline{\sigma}} = \lambda Tr(\underline{\underline{\varepsilon}})\mathbb{I} + 2\mu\underline{\underline{\varepsilon}} \quad (4.57)$$

Le problème étant axisymétrique, sur l'axe de symétrie on peut écrire $\varepsilon_r = \varepsilon_\theta = 0$. Ainsi, l'équation 4.57 peut s'écrire :

$$\sigma_z(0, z) = (\lambda + 2\mu)\varepsilon_z(0, z) \quad (4.58)$$

De plus :

$$\sigma_r(0, z) = \lambda \varepsilon_z(0, z) \quad (4.59)$$

$$\sigma_r(R, z) = \lambda \varepsilon_z(R, z) + (\lambda + 2\mu) \varepsilon_r(R, z) \quad (4.60)$$

Imaginons que nous comprimons une poudre à un état de contrainte donné, puis relâchons cette contrainte. En supposant que le matériau ne plastifie pas au cours de la relaxation, nous aurons des relations identiques aux relations 4.58, 4.59 et 4.60 au niveau de nos points de mesure (à mi-hauteur du lit de poudre pour la mesure de la contrainte radiale et au niveau des poinçons pour les mesures de contraintes axiales) :

$$\sigma_z(0, h) = (\lambda + 2\mu) \varepsilon_z(0, h) \quad (4.61)$$

$$\sigma_r(0, h/2) = \lambda \varepsilon_z(0, h/2) \quad (4.62)$$

$$\sigma_r(R, h/2) = \lambda \varepsilon_z(R, h/2) + (\lambda + 2\mu) \varepsilon_r(R, h/2) \quad (4.63)$$

L'équation 4.63 nous permettrait d'obtenir facilement le coefficient λ si $\varepsilon_r(R, h/2)$ était nulle. Reprenons la relation 4.46 et formulons cette relation par un développement limité ³

$$\sigma_r(r, z) = k^3 \exp(-kz) \left(\left[-a_0 \frac{1}{2} + a_1(1 - 2\nu) \right] + \left[\frac{7a_0}{16} + a_1(\nu - 1) \right] k^2 r^2 + \mathcal{O}(k^4 r^4) \right) \quad (4.66)$$

Si nous supposons que kR est très petit devant 1, nous pouvons considérer dans une première approximation que la contrainte radiale est constante sur la largeur du lit de poudre pour une position axiale z donnée :

$$kR \ll 1 \Rightarrow \forall z, \forall r, \sigma_r(r, z) = \sigma_r(z) \quad (4.67)$$

Résolution de l'équation 4.61 : nous connaissons la valeur de la contrainte moyenne σ_{zUP} exercée sur le lit de poudre en h grâce au capteur d'effort supérieur ; mais l'accès à la contrainte $\sigma_z(h, r)$ est conditionné par la connaissance des paramètres a_0 , a_1 et ν ; ν étant lui-même un paramètre élastique ; a_0 et a_1 étant eux même dépendants de ν et

³développement en séries des fonctions de Bessel :

$$J_0(x) = 1 - \frac{(x/2)^2}{(1!)^2} + \frac{(x/2)^4}{(2!)^2} + \mathcal{O}(x^5) \quad (4.64)$$

$$J_1(x) = \frac{x}{2} - \frac{(x/2)^3}{1!2!} + \frac{(x/2)^5}{2!3!} + \mathcal{O}(x^5) \quad (4.65)$$

complexes à sortir des équations 4.55.

De la même manière que précédemment, reprenons la relation 4.48 et formulons cette relation par un développement limité :

$$\sigma_z = k^3 \exp(-kz) ([a_0 + 2(\nu - 2)a_1] + [a_0 + 2(3 - \nu)a_1] \frac{k^2 r^2}{4} + \mathcal{O}(k^4 r^4)) \quad (4.68)$$

Si nous supposons que kr est très petit devant 1, nous pouvons considérer dans une première approximation que la contrainte est constante sur la largeur du lit de poudre pour une position axiale z donnée :

$$kR \ll 1 \Rightarrow \forall z, \forall r, \sigma_z(r, z) \simeq \sigma_z(z) \Rightarrow \sigma_z(h) = \sigma_{zUP} \text{ et } \sigma_z(0) = \sigma_{zLP} \quad (4.69)$$

Cette propriété du lit de poudre et l'équation 4.61 nous donnent :

$$\forall z, \forall r, \varepsilon_z(r, z) = \varepsilon_z(z) \quad (4.70)$$

Ainsi en mesurant σ_{zUP} et en calculant $\varepsilon_z(0, h)$ à partir de la mesure de la distance entre les poinçons, nous pourrions évaluer la valeur de $2\mu + \lambda$. A partir des équations 4.62, 4.63 et de la relation 4.70, nous pouvons écrire :

$$kR \ll 1 \Rightarrow \varepsilon_r(r, z) \simeq 0 \quad \forall r, \forall z \quad (4.71)$$

Cette propriété sur le champ de déformation du lit de poudre s'avère cohérente puisque nous supposons qu'il n'y a pas de déplacement radial de la poudre le long de la paroi et que par symétrie, les déformations radiale et orthoradiale sont nulles sur l'axe. Ainsi, les équations 4.46, 4.62 et 4.70 permettent d'écrire :

$$\varepsilon_z(h/2) = \frac{\sigma_r(h/2)}{\lambda} = \frac{\sigma_r(h) \exp(-kh/2)}{\lambda} = \varepsilon_z(h) \exp(-kh/2) \quad (4.72)$$

$\varepsilon_z(0, h)$ est donné par l'évolution de la distance inter-poinçons. La connaissance du paramètre k , de la hauteur h et de la variation de la hauteur en cours de décharge nous permettent donc de calculer les paramètres λ et μ à partir de la mesure de la contrainte radiale à mi-hauteur du lit de poudre et des contraintes exercées par les deux poinçons sur le lit de poudre. L'équation 4.46 permet d'écrire :

$$\sigma_r(z) = \sigma_r(h) \exp(k(z - h)) \quad (4.73)$$

Ainsi, grâce à la relation 4.61 :

$$\varepsilon_z(z) = \varepsilon_z(h) \exp(k(z - h)) \quad (4.74)$$

Nous pouvons alors calculer le déplacement du poinçon supérieur $w(h)$ en fonction de ε_z , en supposant bien sur que nous restons dans le domaine des petites perturbations :

$$w(h) = \int_0^h \left[\frac{dw}{dz} \right](z) dz = \int_0^h \varepsilon_z(z) dz = \varepsilon_z(h) \int_0^h \exp(k(z-h)) dz \quad (4.75)$$

$$w(h) = \varepsilon_z(h) \frac{1 - \exp(-kh)}{k} \quad (4.76)$$

D'où l'expression de $\varepsilon_z(h)$ en fonction de $w(h)$, le déplacement du poinçon supérieur mesuré au cours de la décharge :

$$\varepsilon_z(h) = \frac{k w(h)}{1 - \exp(-kh)} \quad (4.77)$$

En remplaçant le paramètre k par $(1/h) \ln(\sigma_{zLP}/\sigma_{zUP})$ et en utilisant les équations 4.72 et 4.77 nous obtenons :

$$\lambda = \frac{h}{w(h)} \frac{(\sigma_{zLP} - \sigma_{zUP})}{[\ln(\sigma_{zLP}) - \ln(\sigma_{zUP})]} \frac{\sigma_{r(z=h/2)}}{\sqrt{\sigma_{zLP}\sigma_{zUP}}} \quad (4.78)$$

$$\mu = \frac{h}{2w(h)} \frac{(\sigma_{zLP} - \sigma_{zUP})}{[\ln(\sigma_{zLP}) - \ln(\sigma_{zUP})]} \left[\frac{\sigma_{zUP}}{\sigma_{zLP}} - \frac{\sigma_{r(z=h/2)}}{\sqrt{\sigma_{zLP}\sigma_{zUP}}} \right] \quad (4.79)$$

Si nous posons s comme le rapport des contraintes aux deux extrémités du lit de poudre (s est une constante d'après nos hypothèses) :

$$s = \frac{\sigma_{zLP}}{\sigma_{zUP}} \quad (4.80)$$

nous pouvons écrire :

$$\lambda = \frac{h}{w(h)} \frac{(s-1)}{\sqrt{s} \ln s} \sigma_{r(z=h/2)} \quad (4.81)$$

$$\mu = \frac{h}{2w(h)} \frac{(s-1)}{\sqrt{s} \ln s} \left[\frac{\sigma_{zUP}}{\sqrt{s}} - \sigma_{r(z=h/2)} \right] \quad (4.82)$$

Nous pouvons ici remarquer que lorsque le frottement tend vers une valeur nulle, σ_{zUP} tend vers σ_{zLP} et s tend vers $1+$:

$$\lim_{\sigma_{zUP} \rightarrow \sigma_{zLP}} (\lambda) = \frac{h}{w(h)} \sigma_r \quad (4.83)$$

$$\lim_{\sigma_{zUP} \rightarrow \sigma_{zLP}} (\mu) = \frac{h}{2w(h)} (\sigma_z - \sigma_r) \quad (4.84)$$

Les valeurs des paramètres élastiques tendent donc vers les résultats obtenus pour un problème de compression en matrice sans frottements.⁴

Les paramètres élastiques de Lamé λ et μ peuvent être facilement reliés aux modules dits "de l'ingénieur" : le module d'Young E et le coefficient de Poisson ν , qui seront introduits dans le code de calcul :

$$\begin{aligned} E &= \frac{\mu(2\mu + 3\lambda)}{\mu + \lambda} & \nu &= \frac{\lambda}{2(\mu + \lambda)} \\ \lambda &= \frac{\nu E}{(1 + \nu)(1 - 2\nu)} & \mu &= \frac{E}{2(1 + \nu)} \end{aligned} \quad (4.87)$$

Au cours de nos essais, nous mesurerons la variation de la distance entre poinçons et des contraintes exercées par les poinçons, ainsi que la contrainte radiale au milieu du lit de poudre. A partir de ces données, il faudra tout d'abord calculer le paramètre k et vérifier qu'il est constant d'une part et que la valeur kR est bien petite devant 1. Ensuite il suffira de reprendre les équations 4.81 et 4.82 pour obtenir les valeurs de λ et μ . Soit deux états de contrainte i et j donnés lors de la décharge, dans le domaine de validité où k est constant, c'est-à-dire que **le rapport s est constant**, prenons h_i et h_j les hauteurs du lit de poudre pour ces deux états de contrainte. En écrivant que $\Delta_{ij}\sigma = \sigma_j - \sigma_i$, on peut directement déduire des équations 4.81 et 4.82 :

$$\lambda = \frac{\Delta_{ij}\sigma_{r(z=h/2)}(1-s)\sqrt{s}}{\ln s \frac{(h_j - h_i)}{h}} \quad (4.88)$$

$$\mu = \frac{\Delta_{ij}\sigma_{zUP} - \Delta_{ij}\sigma_{r(z=h/2)}\sqrt{s}}{2 \frac{\ln s}{(1-s)} \frac{(h_j - h_i)}{h}} \quad (4.89)$$

⁴Si nous considérons un problème sans frottement σ_r , σ_z , ε_z sont constantes, ε_r est nulle sur tout le lit de poudre et l'équation 4.57 peut s'écrire :

$$\lambda = \frac{\sigma_r}{\varepsilon_z} = \frac{h}{w(h)} \sigma_r \quad (4.85)$$

$$\mu = \frac{\sigma_z - \sigma_r}{2\varepsilon_z} = \frac{h}{2w(h)} (\sigma_z - \sigma_r) \quad (4.86)$$

4.5.6 Validation de la démarche

Validation de l'hypothèse de non plastification

Pour valider cette hypothèse de non plastification, on peut observer le chemin de charge/décharge dans le diagramme P-Q et vérifier qu'il ne coupe pas la droite de rupture. On peut voir sur la figure 4.13 que nous restons bien à l'intérieur du domaine élastique de la surface de plasticité ⁵.

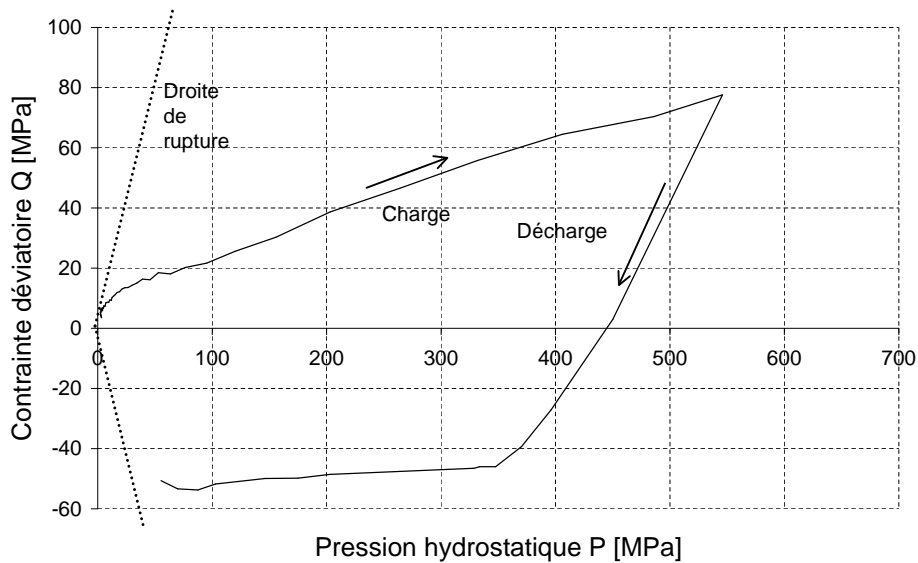


FIG. 4.13 – Chemin de charge/décharge lors d'un essai de compression en matrice de la poudre avec une pression maximale de 600MPa : nous observons bien que ce chemin ne rencontre pas la droite de rupture, c'est-à-dire que nous restons dans le domaine élastique

Le rapport $\sigma_{zLP}/\sigma_{zUP}$ est-il constant ?

La figure 4.14 nous montre qu'il existe bien en début de décharge une zone pour laquelle σ_{zUP} et σ_{zLP} sont proportionnelles.

Pour ce cas de chargement initial, nous avons $\sigma_{zLP}/\sigma_{zUP} = 1.1$.

Ainsi, $kR = 6/15 \ln(1.1) = 0.0382 \ll 1$; la condition d'approximation est respectée.

⁵Rappelons ici que nous sommes en présence d'un modèle, qui n'est pas la réalité, et il se pourrait très bien qu'en réalité le lit de poudre plastifie alors que le modèle ne le prédit pas. C'est pourquoi nous nous placerons en tout début de relaxation pour effectuer nos mesures. C'est en effet l'endroit où on a le moins de chance d'être déjà dans le domaine plastique.

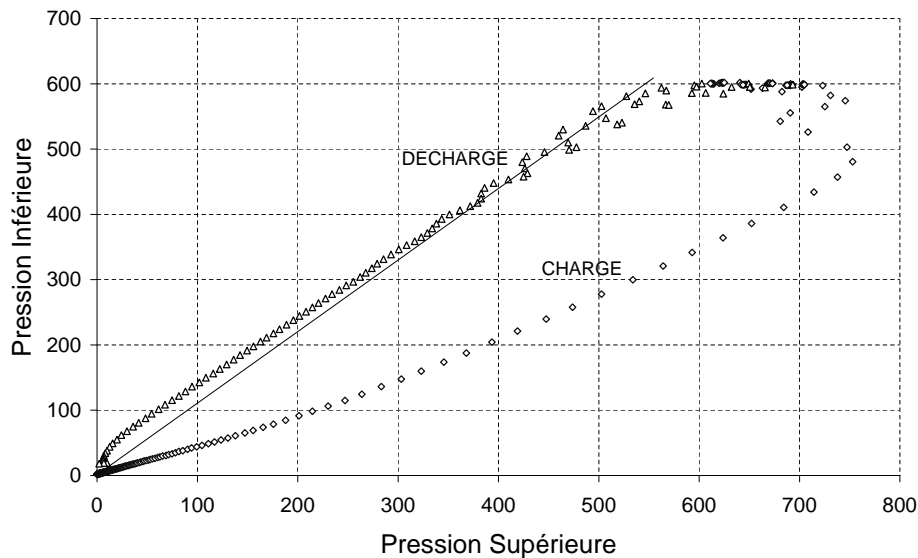


FIG. 4.14 – Evolution de la pression inférieure en fonction de la pression supérieure au cours d'une Charge/Décharge de la poudre en matrice instrumentée

4.6 Essais de compression uniaxiale en matrice instrumentée

4.6.1 Description du dispositif expérimental et principe de mesure

Comme nous l'avons fait remarquer plus haut, ce montage expérimental a déjà été utilisé au laboratoire lors de la réalisation de plusieurs thèses, menées sur des poudres métalliques, soutenues dans les années 1998 à 2003. Nous avons donc réutilisé ce montage existant, en modifiant toutefois légèrement la programmation, afin de pouvoir augmenter la vitesse d'acquisition des données et ainsi réaliser des essais à assez grande vitesse de compression.

La figure 4.15 présente le montage expérimental mis en place au laboratoire 3S. Les poinçons sont équipés de capteurs d'effort et un capteur de déplacements permet d'accéder à la distance entre les deux poinçons. La matrice que nous avons utilisée est cylindrique, et dotée de six jauges de déformation, disposées comme sur la figure 4.16.

- **La presse** est hydraulique et peut exercer jusqu'à un effort de 100kN (ce qui lui vaut le petit nom de "Presse 10 tonnes").
- **Le capteur de déplacement** est magnétostrictif et fournit une mesure sur une gamme de 30 mm, avec une précision de $5\mu\text{m}$. Il est monté au plus près des poinçons afin de limiter les erreurs de mesure conséquentes à la déformation des poinçons sous charge.

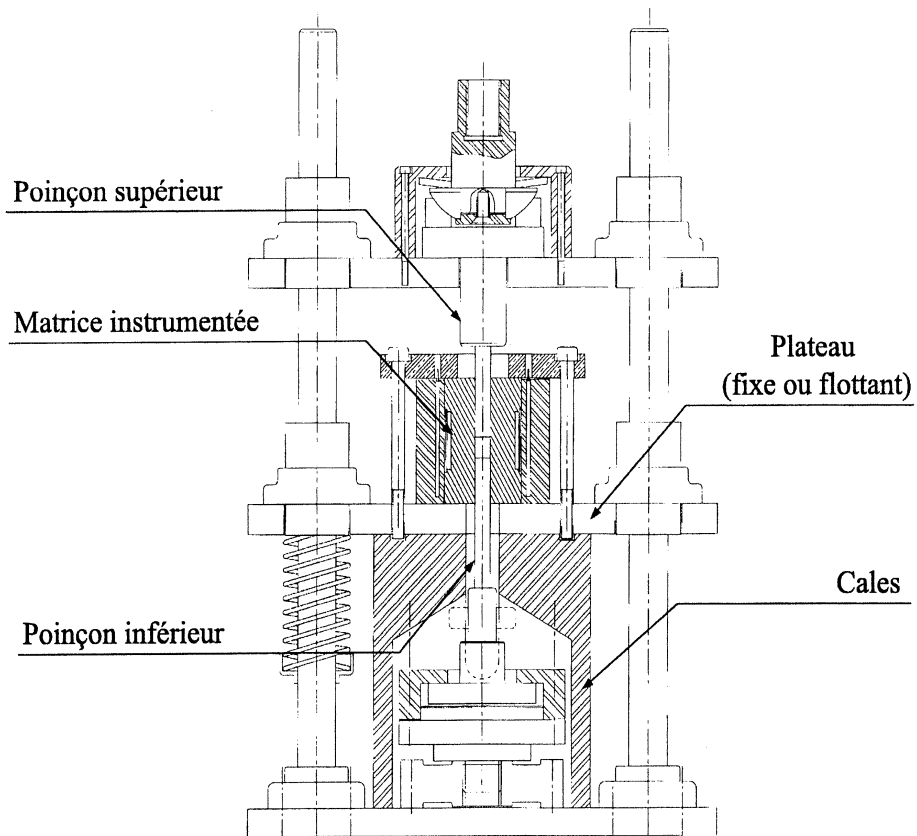


FIG. 4.15 – Dispositif expérimental de compression uniaxiale en matrice instrumentée conçu au laboratoire 3S, qui vient s'insérer sous la presse

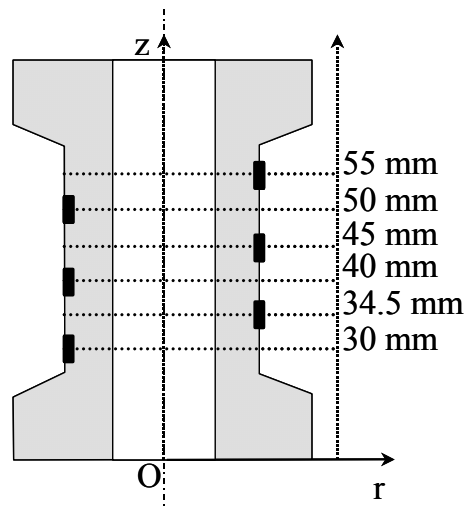


FIG. 4.16 – Loupe sur la matrice instrumentée et disposition des jauges de contrainte

- Les capteurs d'effort permettent des mesures sur une gamme 0-100kN avec une

précision de 100 N.

- **L'asservissement** est assuré par une carte MOOG, couplée à un ordinateur muni du logiciel LabWindows. La presse peut être pilotée en effort ou en déplacement. La carte MOOG est une carte d'asservissement dont les circuits ne sont pas "hard", c'est-à-dire ne correspondent pas à un circuit électronique classique, mais "soft" : il est possible de programmer informatiquement la connectique de la carte pour adapter à chaque montage le type d'asservissement que l'on souhaite, et même changer de type d'asservissement au cours d'un même essai. C'est ainsi que lors de nos essais, nous pouvons approcher du lit de poudre avec le poinçon supérieur de manière manuelle grâce à une boucle d'asservissement propre. En mode automatique, la presse est en général pilotée en déplacement jusqu'à un certain effort exercé sur le poinçon, puis en effort jusqu'à atteindre un palier. Dans d'autres cas, nous pouvons aussi ne travailler qu'en déplacements, avec une simple sécurité sur l'effort (effort maximal à ne pas dépasser), et une vitesse de déplacement donnée. Les courbes de déplacement comme les courbes d'effort que nous imposons sont du type charge à vitesse de poinçon ou à taux de contrainte constants ; palier de compression ; remontée du poinçon à vitesse de poinçon ou taux de contrainte constants (Figure 4.17).

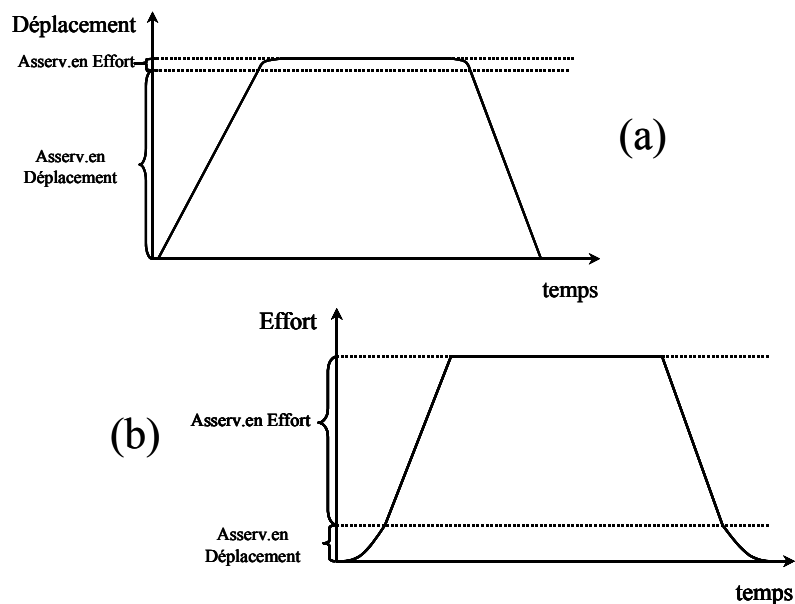


FIG. 4.17 – Les différents modes d'asservissement usuellement utilisés : (a) asservissement en déplacement : la poudre est comprimée à une vitesse de descente de poinçon supérieur constante, puis au voisinage de l'effort cible le système passe en asservissement en effort (b) asservissement en effort : la presse se déplace à une vitesse constante jusqu'à une valeur d'effort donnée (en général 1kN) puis le poinçon descend de sorte que le taux de contrainte reste constant, jusqu'à atteindre un palier.

Serris (2002) a montré que le temps de palier pouvait avoir une influence non néglig-

geable sur la cohésion des comprimés de ce type de poudre . Nous avons donc lors de nos essais limité le temps de palier à 3 secondes afin de laisser le temps à l'asservissement de bien se stabiliser, sans que le temps n'ait d'emprise sur le comportement final du lit de poudre.

Le logiciel LabWindows est d'une part l'interface entre l'utilisateur et la carte d'asservissement pour gérer les différentes commandes (vitesse de compression, pression de changement d'asservissement, pression cible, vitesse de relaxation) ; et d'autre part elle exécute l'acquisition des données, sous la forme d'un tableau ordonné permettant le post-traitement sur un tableur (pour nous Excel ou MatLab). La figure 4.18 permet d'avoir une vue globale du principe de mesures et d'asservissement

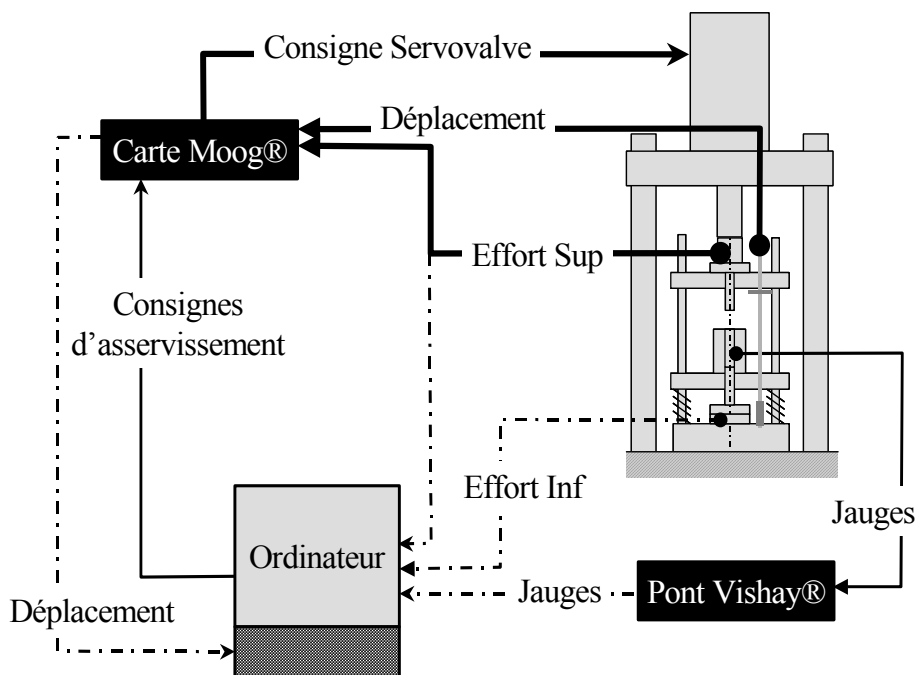


FIG. 4.18 – Principe de mesure et d'asservissement. L'ordinateur, muni du logiciel LabWindows, permet de configurer la carte d'asservissement (MOOG) et de lui donner le type et le profil de chargement souhaités. La boucle d'asservissement (traits gras) se fait alors entre la carte MOOG, qui envoie une consigne en tension à la servovalve et compare cette consigne au retour donné par les capteurs d'effort et de déplacement. Les données d'acquisitions (traits mixtes) sont récupérées sur l'ordinateur sous la forme d'une tension 0-10 V soit directement (efforts supérieur et inférieur), soit par l'intermédiaire du pont Vishay (jauges de déformation), soit par le biais de la carte MOOG (déplacement)

- **La matrice instrumentée** est en acier très résistant, de nuance KORV, d'une limite élastique de plus de 1800 MPa. Le diamètre intérieur est constant, de 12mm et le diamètre extérieur est de 40mm dans sa partie centrale. La paroi est donc épaisse de 14 mm.
- **Les jauges d'extensométrie** ont été choisies de 350 Ω et reliées à un pont de

Wheatstone de marque Vishay. La principale difficulté de ces essais réalisés en matrice instrumentée est d'obtenir une mesure fiable et reproductible de la contrainte exercée par la poudre en son milieu sur la matrice. Ces jauges sont donc alimentées sous une tension de 10V, qui est la tension maximale d'alimentation, afin de limiter les erreurs liées aux bruits de mesures, et avec un gain de 2000, afin d'avoir la plus grande précision possible sur la mesure des variations de tension délivrée, et donc de la déformation des jauges.

La tension de sortie du pont Vishay (0-10V) sera une image de la déformation de la matrice, et donc de la pression radiale exercée par le lit de poudre sur la paroi de la matrice. L'épaisseur de la paroi et les dimensions de la matrice font qu'il est impossible de relier de manière théorique la contrainte exercée à l'intérieur de la matrice et la déformation périphérique mesurée à l'extérieur. Il nous faut donc effectuer un étalonnage assez poussé des jauges de déformation.

4.6.2 Étalonnage du montage (Capteur de déplacement et Jauges)

Mesure de la distance entre les deux poinçons

Tant que les poinçons sont au contact de la poudre, la distance entre le poinçon inférieur et le poinçon supérieur représente la hauteur du lit de poudre. Nous l'avons vu, afin de mesurer cette distance, nous avons disposé un capteur de déplacement au plus près des extrémités des poinçons. La figure 4.19 nous montre la chaîne de cote réalisée pour la mesure (qui reste indirecte) de cette distance inter-poinçons : h.

Nous pouvons écrire :

$$h_{mesuree} = h + h_{UP} + h_{LP} \quad (4.90)$$

Ainsi on aura pour les variations de hauteur :

$$\Delta h_{mesuree} = \Delta h + \Delta h_{UP} + \Delta h_{LP} \quad (4.91)$$

Les variations de hauteur sur les poinçons sont liées à leur rigidité et à leurs dimensions. Les coefficients de correction de la déformation élastique C_{UP} et C_{LP} des deux poinçons sont différents car ils sont réalisés dans le même matériau et ont le même diamètre, mais pas la même longueur. On peut donc relier théoriquement C_{UP} et C_{LP} au module d'Young et à la longueur des poinçons :

$$C_{UP} = h_{UP}/E_{UP} \text{ et } C_{LP} = h_{LP}/E_{LP} \quad (4.92)$$

Ainsi Alvain (2001) nous dit qu'il trouve pour les deux coefficients : $C_{UP} = 4.28610 \cdot 10^{-5}$ $C_{LP} = 5.714 \cdot 10^{-5}$. Nous avons donc procédé à l'étalonnage en mesurant la hauteur h_{pcp} correspondant au contact entre poinçons, et appliqué un effort sur ces poinçons pour vérifier si les formules théoriques sont justes.

La figure 4.20 nous montre l'acquisition de la hauteur mesurée en fonction de l'effort exercé sur les poinçons.

Comme nous pouvons le voir sur le graphique, la hauteur poinçon contre poinçon, c'est-à-dire la distance entre l'aimant et le capteur lorsque les deux extrémités des poinçons sont en contact, tend vers 222.769 mm. Nous observons aussi que les coefficients de

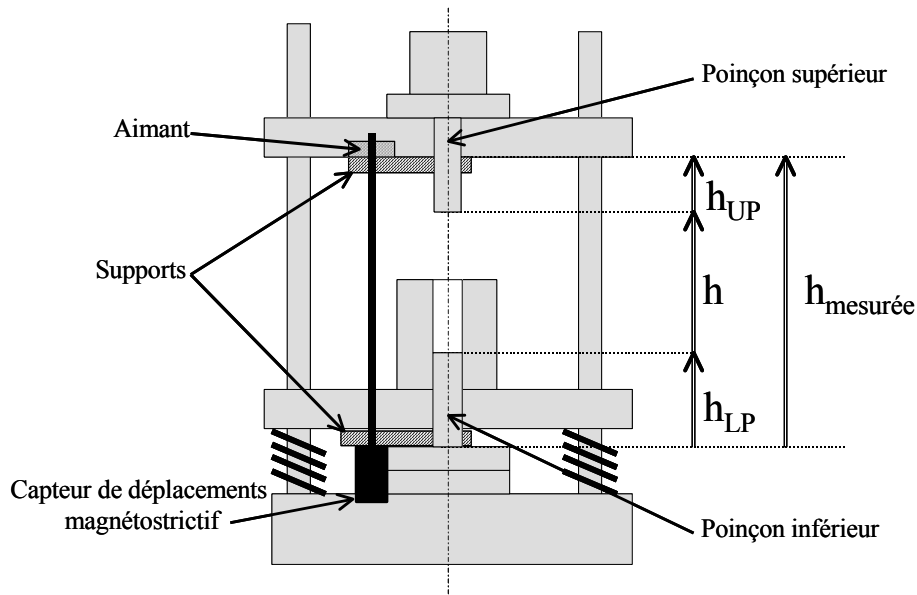


FIG. 4.19 – La distance inter-poinçons est mesurée de manière indirecte, et les résultats obtenus devront prendre en compte la déformation des poinçons entre le point de mesure et la zone de contact avec la poudre. Pour ce faire, l'étalonnage se fait en venant appliquer le poinçon supérieur contre le poinçon inférieur. Cette démarche permet aussi de vérifier que les capteurs d'effort donnent bien la même valeur pour les deux poinçons.

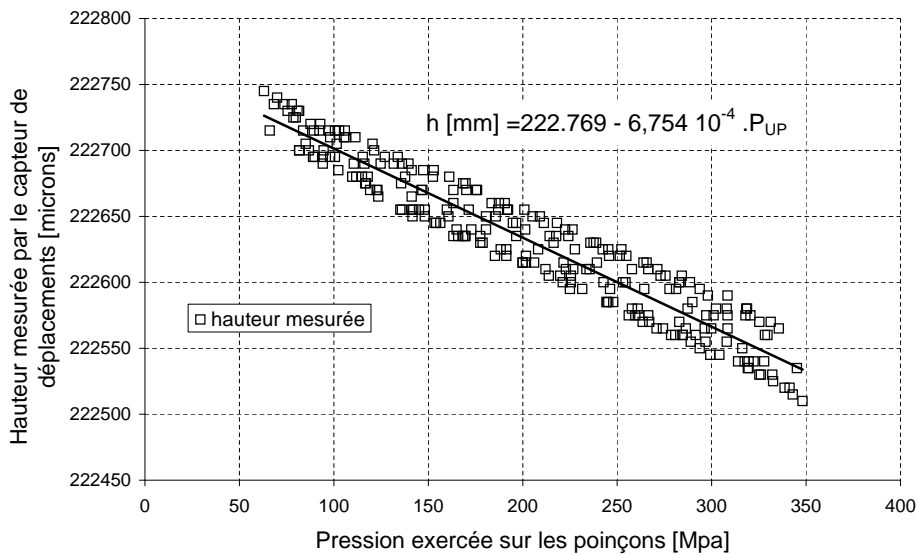


FIG. 4.20 – Résultats de la mesure du déplacement en faisant se toucher les poinçons, puis en augmentant l'effort sur ces poinçons-le bruit observé vient du fait que l'asservissement est prévu pour comprimer des poudres et non des solides, beaucoup plus rigides

correction trouvés plus haut sont un peu faibles. En effet, la somme des deux fait 6.75410^{-4} mm/MPa. Nous avons donc réévalué ces coefficients et pris les valeurs suivantes pour les

caractéristiques d'étalonnage de la distance inter-poinçons :

$$h = h_{mesuree} - h_{pcp} + C_{UP}P_{UP} + C_{LP}P_{LP} \quad (4.93)$$

avec :

- $C_{UP} = 2.753210^{-4}$ mm/MPa
- $C_{LP} = 4.000810^{-4}$ mm/MPa
- $h_{pcp} = 222.769$ mm
- P_{UP} et P_{LP} les pressions exercées sur les poinçons

Étalonnage des jauges

L'étalonnage des jauges est la partie la plus délicate. Rappelons que nous avons six jauges réparties sur la hauteur du lit de poudre, et que nous cherchons à mesurer la déformation à mi-hauteur. La première des choses à faire est donc de connaître la position des jauges par rapport aux deux poinçons, et donc par rapport au poinçon de référence qu'est le poinçon du bas (qui est fixe). C'est pour cela que lors de nos essais, nous fixons la position de la matrice à l'aide de trois cales rectifiées, comme présenté sur la figure 4.21.

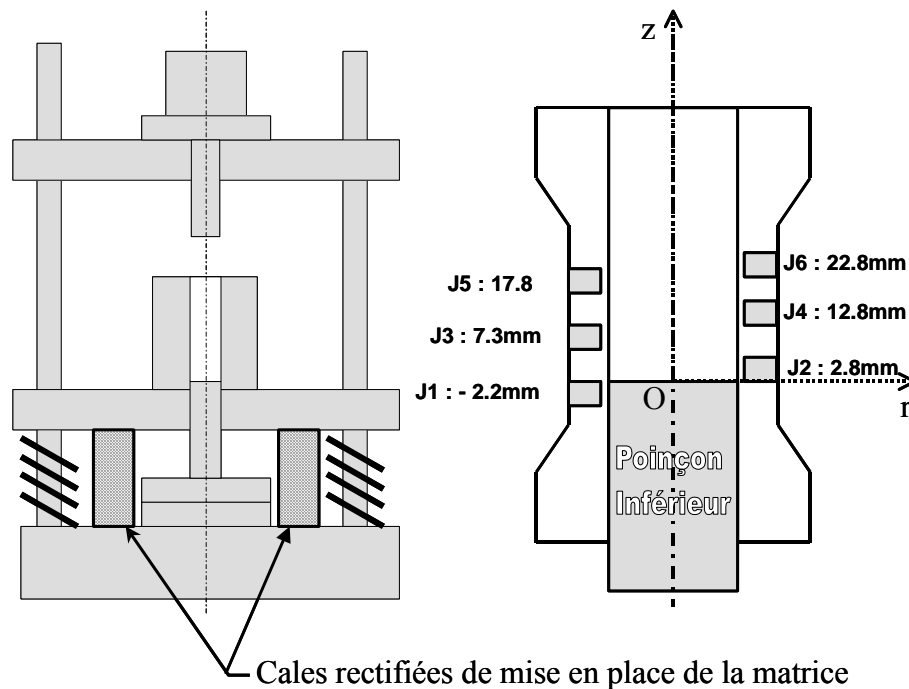


FIG. 4.21 – Mise en place de cales avant l'essai de compression uniaxiale et position des jauges par rapport à l'extrémité du poinçon inférieur

Une fois que les jauges sont positionnées, le principe de mesure est le suivant : la valeur de h , donc la position de la mi-hauteur est connue. Nous prenons la valeur de la tension délivrée par le pont de jauges pour les deux jauges situées au plus près de cette position et effectuons une pondération des deux. Nous nous arrangeons toujours pour que le milieu du

lit de poudre se trouve entre deux jauges, ce qui signifie que la hauteur initiale maximale du lit de poudre sera de 45.6 mm (Figure 4.21). Considérons la jauge J_i juste en dessous de la mi-hauteur et la jauge J_{i+1} , qui est donc juste au-dessus :

$$T(h/2) = \frac{T(J_i)(h_{i+1} - h/2) + T(J_{i+1})(h/2 - h_i)}{h_{i+1} - h_i} \quad (4.94)$$

Le lecteur attentif pourra objecter que l'évolution de la tension entre les deux jauges n'est a priori pas linéaire et qu'une erreur est commise. Et il aura raison. La Figure 4.22 donne la valeur de tension des jauges au cours d'un essai de compression de la poudre.

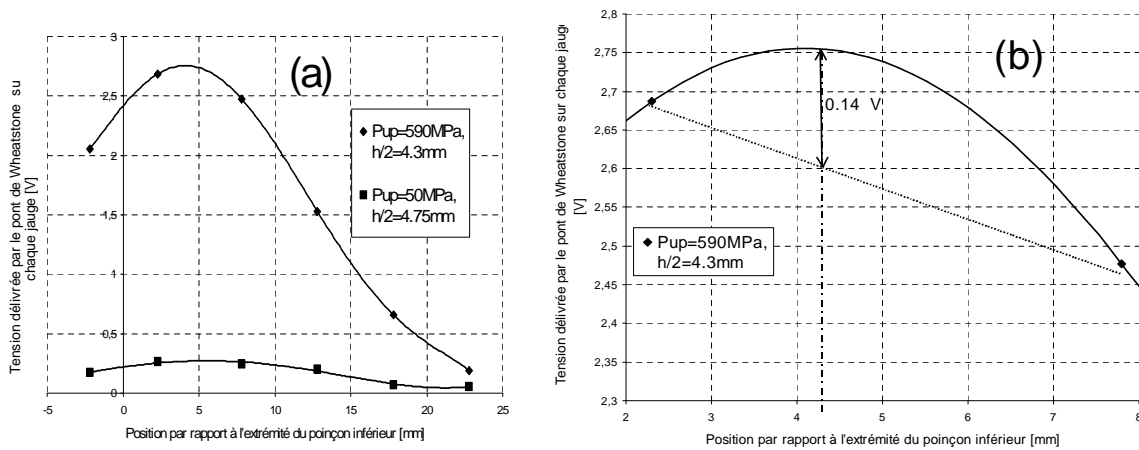


FIG. 4.22 – Evaluation de l'erreur commise avec la pondération de la tension délivrée pour les deux jauges les plus proches. (a) Mesures des tensions délivrées aux six sorties du pont de Wheatstone, au cours d'un même essai sur la poudre pour des pressions du poinçon supérieur de 50MPa et 590MPa, avec les courbes de lissage par un polynôme du quatrième degré. (b) Loupe sur la courbe à haute pression avec évaluation de l'erreur commise par rapport à la courbe de lissage. Nous remarquons qu'à basse pression, l'erreur commise est comparable à l'imprécision de mesure. Dans le cas de hautes pressions, l'erreur mesurée ici est de l'ordre de 5%.

Nous voyons que l'erreur commise dans les hautes pressions est loin d'être négligeable. Une première solution est de réaliser un lissage optimal des six points de mesure et de prendre la valeur lissée à la hauteur qui nous intéresse. Le problème est que d'une part pour de grandes hauteurs ou des lits de poudre très minces, les jauges éloignées de la mi-hauteur donnent un signal très faible, ce qui ramène le nombre de points à lisser à trois, voire deux ; d'autre part, de même que l'on peut penser que le chargement n'est pas linéaire entre deux jauges, rien ne dit qu'il suit une loi polynômiale ou autre : il peut très bien y avoir un palier aplati sur le maximum de déformation, comme le prédit la théorie de l'élasticité pour les tubes. Aussi avons nous choisi une autre solution pour limiter les erreurs de mesure : il suffit de faire en sorte que la demi-hauteur du lit de poudre tombe face à une jauge en fin de compression, ou en tout cas, qu'il ne soit pas entre deux jauges exactement, ce qui au vu de la Figure 4.22(b) semble être la pire des configurations. Le diamètre de la matrice étant de 12mm, nous avons fait en sorte que nos échantillons aient

une hauteur finale autour de 15,6 mm, pour ne pas avoir des échantillons trop élancés ou trop fins, et que la demi hauteur finale se trouve face à la Jauge 3. Nous avons en effet observé que la poudre densifiait totalement au cours des essais. Ce qui porte sa masse volumique à $1.36 \cdot 10^{-3} \text{ g.mm}^{-3}$. Il faut donc mettre $1.36 \cdot 10^{-3} * 12^2 * \pi * 15.6 \simeq 9.6\text{g}$ de poudre dans la matrice en début d'essai, ce qui correspondra à une hauteur de poudre non tassée de $15.6 \frac{1.36}{0.7} = 30.30 \text{ mm}$.

Maintenant que nous avons énoncé un certain nombre de considérations sur les mesures et moyennes des tensions délivrées par les jauges, il nous reste encore à définir le moyen d'étalonner ces jauges : pour une hauteur de poudre donnée, à quelle pression radiale correspond cette tension évaluée à mi-hauteur? Pour répondre à cette question, nous utilisons des éprouvettes de caoutchouc, matériau qui a la caractéristique intéressante d'être incompressible. Nous supposons donc que ce matériau, lorsqu'il est comprimé dans la matrice, subit une compression isotrope, c'est-à-dire que la contrainte radiale est égale à la contrainte axiale :

$$\forall z, \forall r, \sigma_z = \sigma_r \quad (4.95)$$

Nous pouvons donc tracer l'évolution de la tension à mi-hauteur pour des hauteurs d'échantillon et des pressions radiales différentes, et lisser les séries de points obtenus pour chaque pression (Figure 4.23).

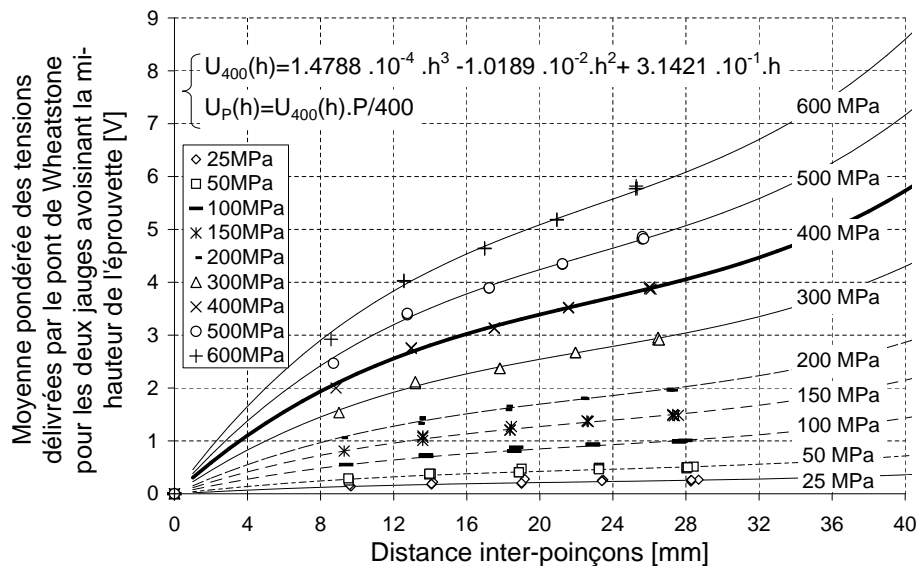


FIG. 4.23 – Courbes d'étalonnage des jauges de mesure de la pression radiale, observées au cours de la compression d'éprouvettes de caoutchouc de plusieurs hauteurs initiales : 30, 25, 20, 15 et 10mm. La courbe de référence est celle de la série correspondant à une pression de 400MPa. Chacune des autres courbes peut se retrouver à partir de la courbe de référence et des mesures de la hauteur h et de la tension à mi-hauteur

Nous pouvons remarquer que les courbes obtenues sont homothétiques, c'est-à-dire qu'il suffit d'en connaître une et toutes les autres peuvent être retrouvées par le rapport

des contraintes. Soit $\sigma_{r,ref.}$ le contrainte de la courbe de référence, σ_r la contrainte que l'on veut mesurer à partir de la hauteur h et de la tension évaluée à mi-hauteur $U(h)$, on peut écrire :

$$\sigma_r(h) = \sigma_{r,ref.} \frac{U(h)}{U_{ref.}(h)} \quad (4.96)$$

où $U_{r,f}(h)$ est la valeur en h de la fonction lissée de la tension pour la pression de référence. Nous avons choisi 400 MPa comme pression de référence. Le type de courbe de lissage n'est pas le même que celui utilisé par Alvain (2001) et Toussaint (2001) : ces auteurs utilisent des lois en h^{-1} , qui me paraissent peu appropriées puisque pour une hauteur d'échantillon nulle, la tension délivrée par les capteurs est nulle. Nous avons donc utilisé un polynôme du troisième degré. l'inconvénient d'un tel lissage est que, comme nous le voyons sur la Figure 4.23, ces courbes se redressent pour des hauteurs de lit de poudre supérieures à 30mm. Ceci importe peu pour nos mesures, qui porteront sur des lits de poudre non tassée de 30.30 mm environ, mais qui se comprimeront très rapidement dès les premiers instants de l'essai.

Imaginons donc que nous cherchions la valeur de la contrainte radiale à mi-hauteur au cours d'un essai, à partir des valeurs de la tension et de la hauteur mesurées. Nous commençons par calculer la valeur de la tension de référence correspondante :

$$U_{400}(h) = 1.478810^{-4}h^3 - 1.018910^{-2}h^2 + 3.142110^{-1}h \quad (4.97)$$

Ensuite il suffit de faire une règle de trois :

$$\sigma_r(h/2) = 400 \frac{U_{mesuree}}{U_{400}(h)} \quad (4.98)$$

4.6.3 Le comportement de la poudre ne présente pas de viscosité

Certains auteurs ont travaillé sur l'influence de la vitesse de descente du poinçon, ou plutôt l'influence du taux de déformation sur le comportement de la poudre. Es-Saheb (1992) a travaillé sur des poudres pharmaceutiques et a effectué des essais à petits taux de déformation (10^{-3} à $10s^{-1}$, sur presses hydrauliques), à moyen taux de déformation (10^2 à 10^3s^{-1} , sur marteaux pillons) et à grande vitesse (10^3 à 10^5s^{-1} avec des projectiles à air comprimé). Ses conclusions sont les suivantes : hormis le paracetamol, la compressibilité diminue avec la vitesse de déformation ; Le frottement varie pendant la compression et baisse quand la vitesse augmente, ce qui amène une meilleure homogénéité sur les comprimés produits.

Ces tendances se manifestent évidemment de manière accentuée dans les grandes vitesses de déformation, mais aussi légèrement dans les bas taux de déformation. C'est pourquoi nous avons voulu évaluer la "viscosité" éventuelle de la poudre, afin d'orienter nos choix de modélisation et nos interprétations des résultats expérimentaux. Notons que la vitesse de compression entre les rouleaux lors du compactage peut être assez grande : L'angle de pincement est généralement de l'ordre de 5° . Si les rouleaux tournent à 10

tours par minutes, alors la vitesse de compression de la poudre dans la zone de pincement variera de 11 mm/s au niveau du pincement à 0 au niveau de l'entrefer. C'est pourquoi il est primordial de savoir si oui ou non la poudre est à caractère visqueux. Pour répondre à cette question, nous avons donc tracé l'évolution de la densité en fonction de la pression axiale à mi-hauteur, et ceci pour différentes vitesses de compression de la poudre. La figure 4.24 livre les courbes de compression pour différentes vitesses de compression.

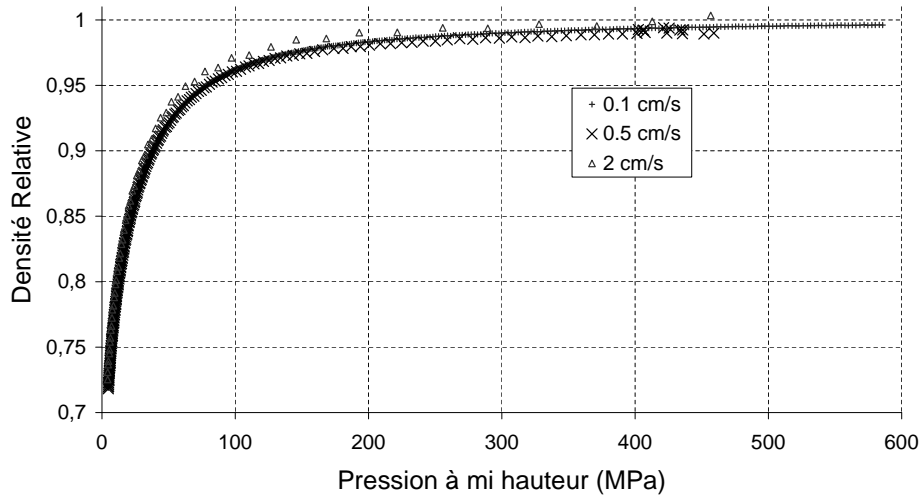


FIG. 4.24 – Courbes de densité en fonction de la pression axiale à mi-hauteur pour plusieurs vitesses de compression. Nous pouvons voir que les courbes se superposent

Nous voyons bien ici que les courbes se superposent pour des vitesses de descente du poinçon supérieur différentes. Nous pouvons donc supposer que la poudre n'a pas de comportement visqueux dans les temps qui nous concernent.

Nous avons ensuite tracé les courbes de la contrainte radiale en fonction de la contrainte axiale, afin de mesurer l'effet de la vitesse sur la transmission des contraintes. Comme nous le voyons sur la figure 4.25, nous n'avons pas constaté d'influence notable de cette vitesse.

4.6.4 Comportement plastique de la poudre

La plasticité de la poudre, nous l'avons vu plus haut, est modélisée par le Cap Model. Les essais de compression uniaxiale ont été réalisés à faible vitesse de compression afin d'avoir un maximum de points et de précision sur les mesures des paramètres du Cap. La première des choses que nous avons voulu visualiser est l'évolution du coefficient de transmission ϖ en fonction de la densité. Des essais à rupture en compression diamétrale et en compression simple ont aussi été menés pour déterminer les paramètres de la droite de rupture. La figure 4.26 donne le coefficient de transmission en fonction de la densité. Ce coefficient est assez élevé dans les grandes densités, car le matériau est densifié et presque incompressible. Il semble évoluer linéairement. Le pied de la courbe ne doit pas être pris en compte car il correspond à des valeurs de contraintes axiales et radiales faibles, et donc à des mesures peu précises.

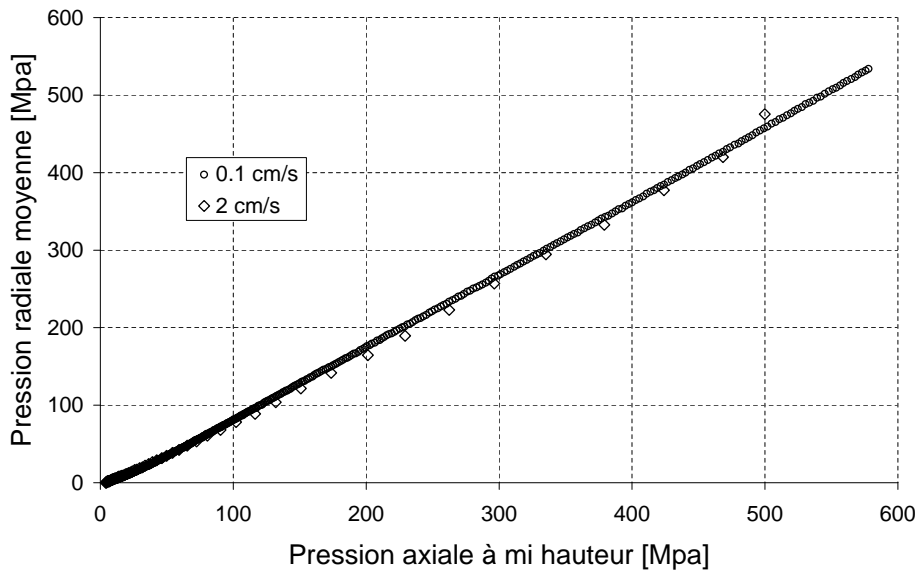


FIG. 4.25 – Courbes de contrainte radiale en fonction de la contrainte axiale pour deux vitesses de descente de poinçon différentes

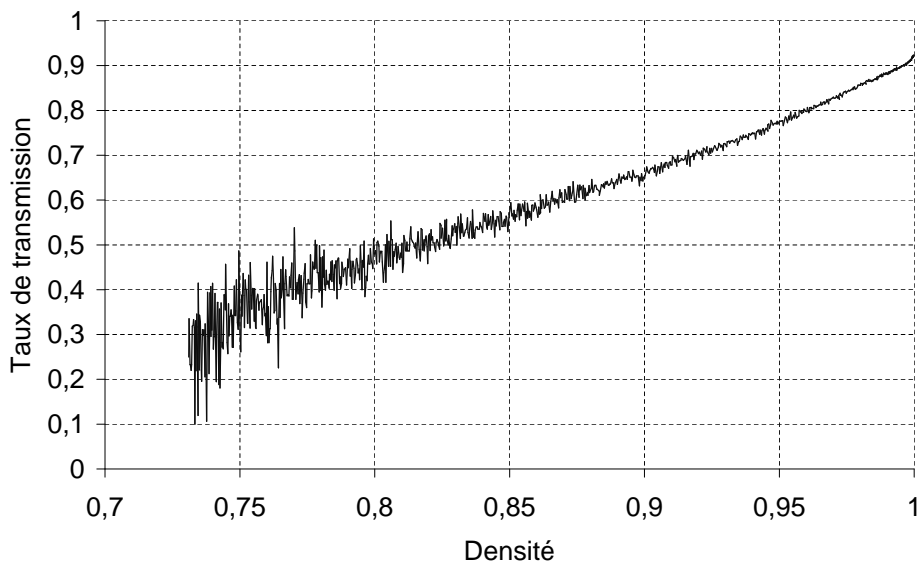


FIG. 4.26 – Variation du coefficient de transmission des contraintes en fonction de la densité

La figure 4.13 montre le chemin de chargement dans le diagramme P-Q qui va nous permettre de calculer la pression hydrostatique P_b et l'excentricité χ . Les figures 4.27, 4.28 et 4.29 exposent les résultats qui seront la base des données de caractérisation utilisées pour la modélisation. L'angle de la droite de rupture β est constant, égal à 70° . Comme pour le taux de transmission, nous nous rendons compte que le bruit des mesures affecte les résultats pour ce qui concerne l'excentricité dans les densités faibles. Nous avons donc considéré que l'excentricité évoluait linéairement jusqu'à la valeur 0 pour une densité de

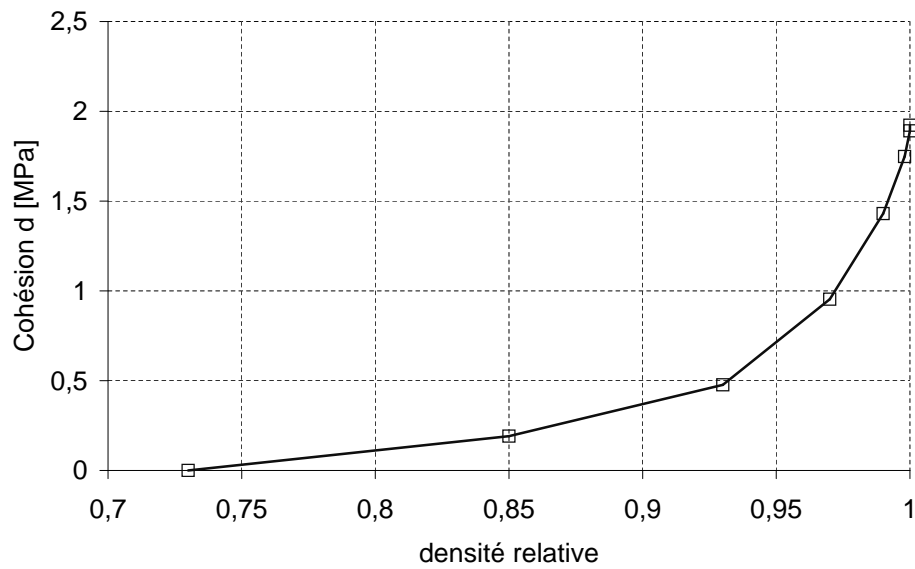


FIG. 4.27 – Variation du paramètre de cohésion en fonction de la densité

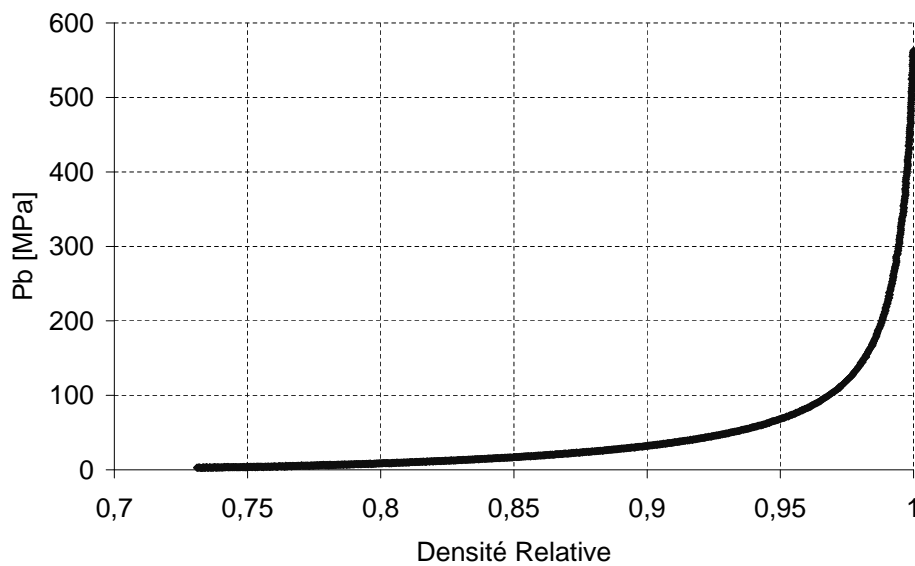


FIG. 4.28 – Variation de la pression hydrostatique en fonction de la densité

0.7 kg/L.

4.6.5 Comportement élastique de la poudre

Serris (2002) a montré dans sa thèse que le comportement élastique de la poudre n'était pas négligeable du tout. Il a pour cela comparé la porosité relaxée ϵ et la porosité sous charge η . Il trouve qu'il existe un palier pour lequel la porosité relaxée reste constante. Nous avons effectué le même genre d'essais. Les résultats sont consignés sur la figure 4.30

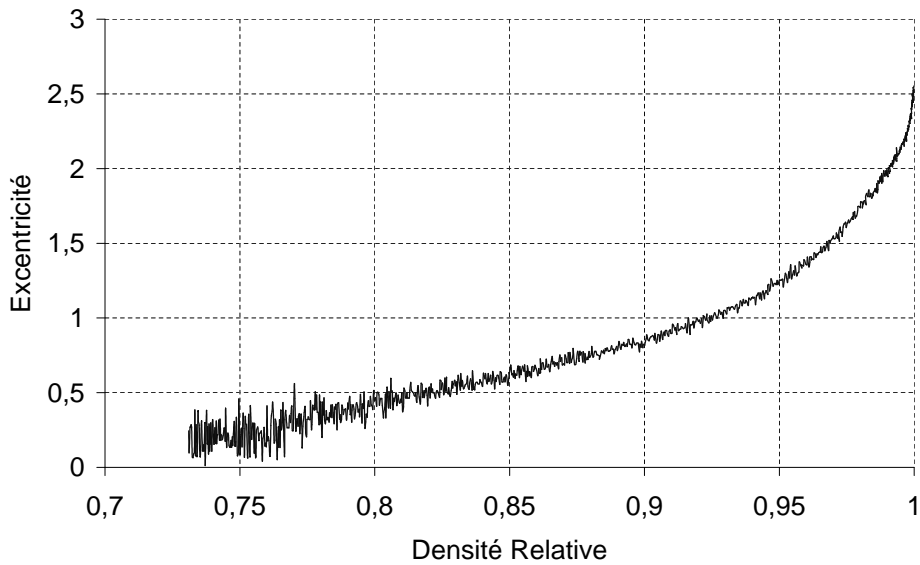


FIG. 4.29 – Variation de l'excentricité en fonction de la densité

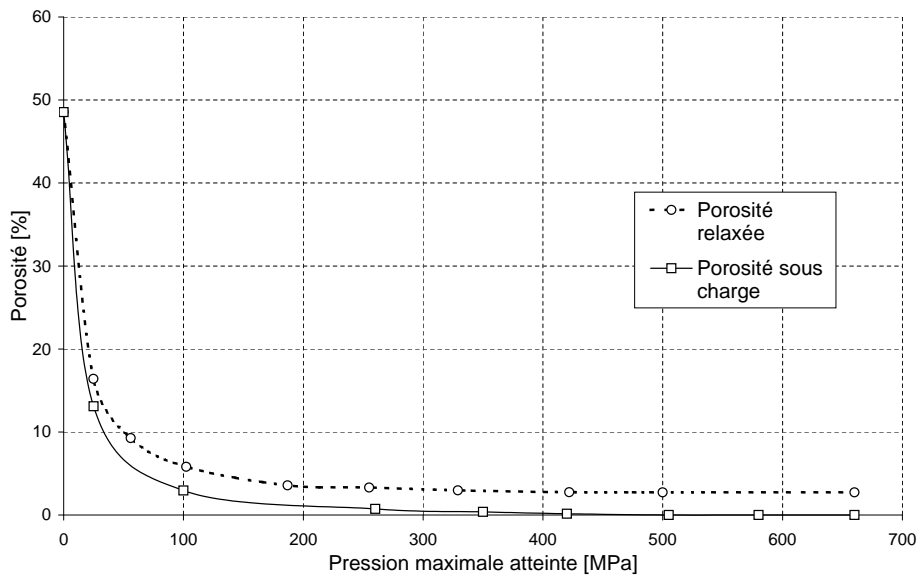


FIG. 4.30 – Porosité relaxée et porosité sous contrainte en fonction de la pression axiale maximale subie par la poudre à mi-hauteur lors d'un essai de compression uniaxiale : on observe qu'à partir de 450MPa la porosité sous pression est nulle, et qu'à partir de 330MPa la porosité relaxée est quasiment constante, égale à 3% environ.

Nous pouvons voir sur ce graphique que la porosité relaxée est quasiment constante à partir de 330MPa, égale à 3%. Ceci est un résultat important, car en effet si la qualité d'un compact produit lors de la compaction des poudres en presse à rouleaux est jugée sur sa densité, il suffira peut-être de ne faire monter la pression de compaction qu'à 330MPa pour avoir des plaquettes satisfaisantes, ou encore il ne sera pas problématique d'avoir une distribution de pression hétérogène si toutes les pressions sont au dessus de 330MPa.

Par contre, rien ne dit dans ce cas que la cohésion n'en soit pas altérée.

Ce matériau a donc une élasticité assez conséquente. Nous l'avons évaluée en fonction de la densité globale du lit de poudre, à partir des essais et de la théorie que nous avons développée un peu plus haut (Figures 4.31 et 4.32).

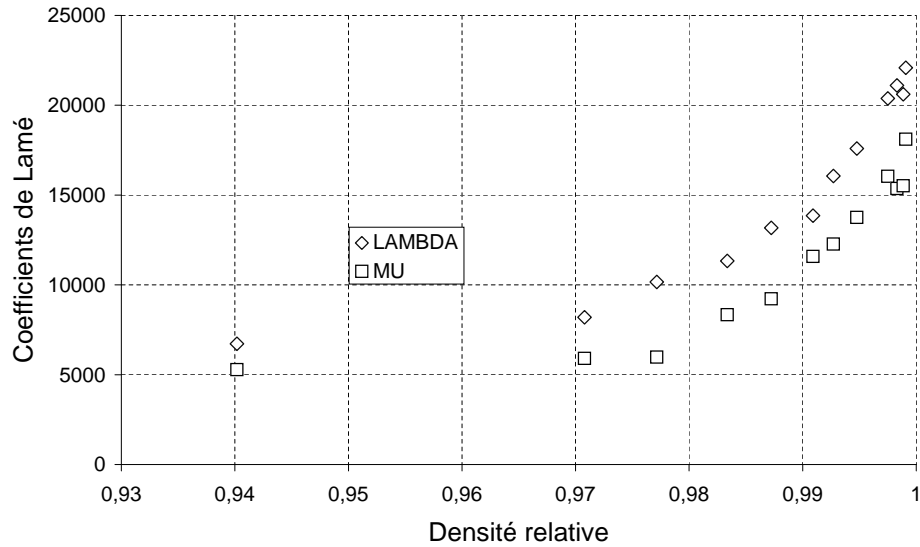


FIG. 4.31 – Evolution des modules de Lamé (en MPa) des comprimés en fonction de la densité moyenne du lit de poudre.

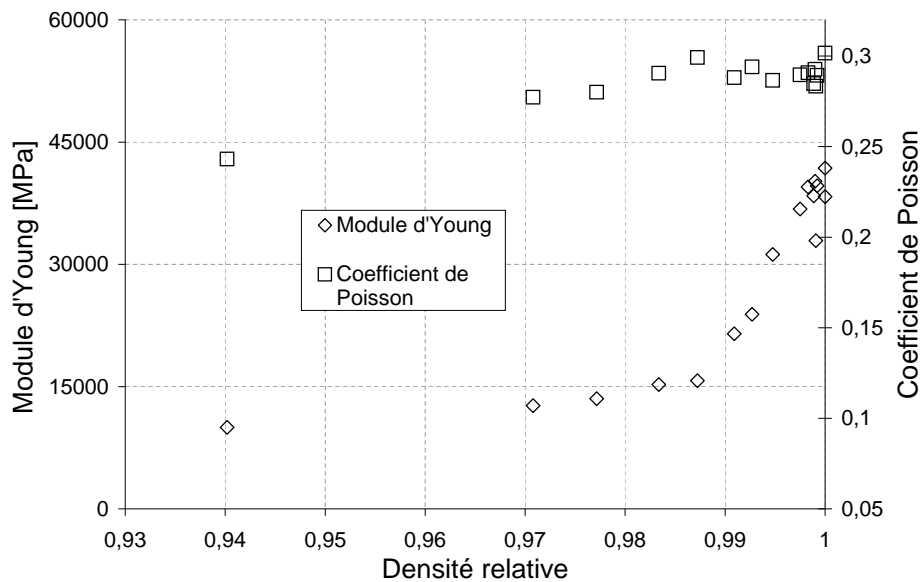


FIG. 4.32 – Evolution du coefficient de Poisson et du module d'Young des comprimés en fonction de la densité moyenne du lit de poudre.

Nous n'avons pas exposé sur ces figures les résultats des mesures dans les basses densités, qui donnent des points aberrants, surtout en ce qui concerne le module d'Young.

Nous supposons donc que ce module a plutôt tendance à tendre vers 0 dans les basses densités. Quoi qu'il en soit, il faut ici soulever le fait que dans les basses densités, les déformations induites par le comportement plastique du matériau prévaut largement sur les déformations élastiques. Les valeurs choisies pour les modules élastiques auront donc peu d'influence en début de compression.

4.6.6 Frottement de la poudre à la paroi

Résultats de l'essai de compression uniaxiale

La figure 4.33 présente les résultats obtenus pour le frottement à la paroi :

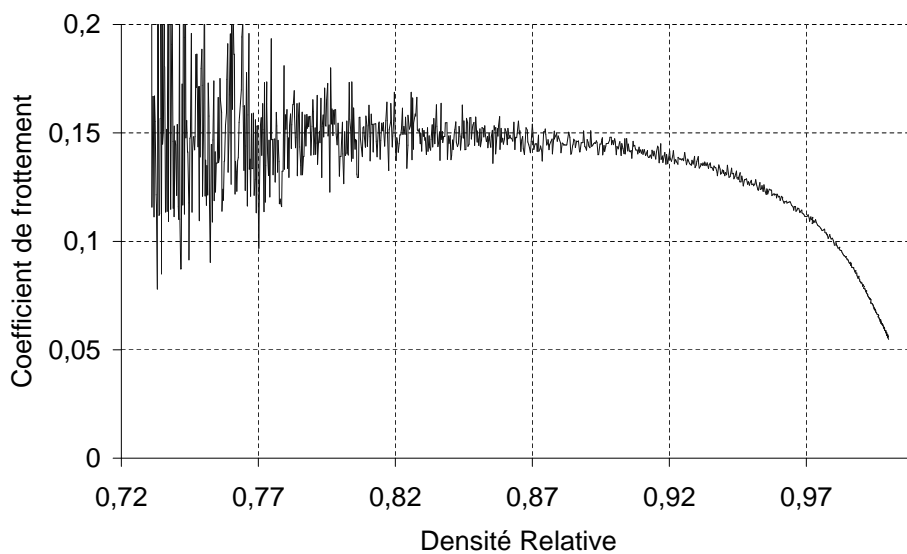


FIG. 4.33 – Coefficient de frottement de la poudre à la paroi en fonction de la densité mesurée lors d'un essai de compression uniaxiale : on observe une nette décroissance de ce coefficient lorsque le produit se densifie.

Le coefficient de frottement de la poudre à la surface de la matrice est décroissant avec la densité, et atteint une valeur d'environ 0.05 lorsque le matériau est dense. Nous observons que les mesures réalisées ne sont pas précises pour des densités relatives inférieures à 0.85. Ceci peut être un problème lorsqu'on sait l'importance au cours de la compaction du frottement dans la zone d'alimentation, c'est-à-dire la zone où la densité est encore faible. Pour effectuer les mesures dans les basses densités, Rhodia dispose d'une cellule annulaire.

Mesure du frottement à faibles densités : la cellule annulaire

La cellule annulaire a été au départ développée dans le but de caractériser l'écoulement des poudres. Il permet donc de mesurer les frottements grains/grains d'une poudre donnée. Le principe est simple (Figure 4.34) : le montage est constitué d'une base torique à section carrée. Cette base contient la poudre à caractériser. Pour l'essai de cisaillement, elle est

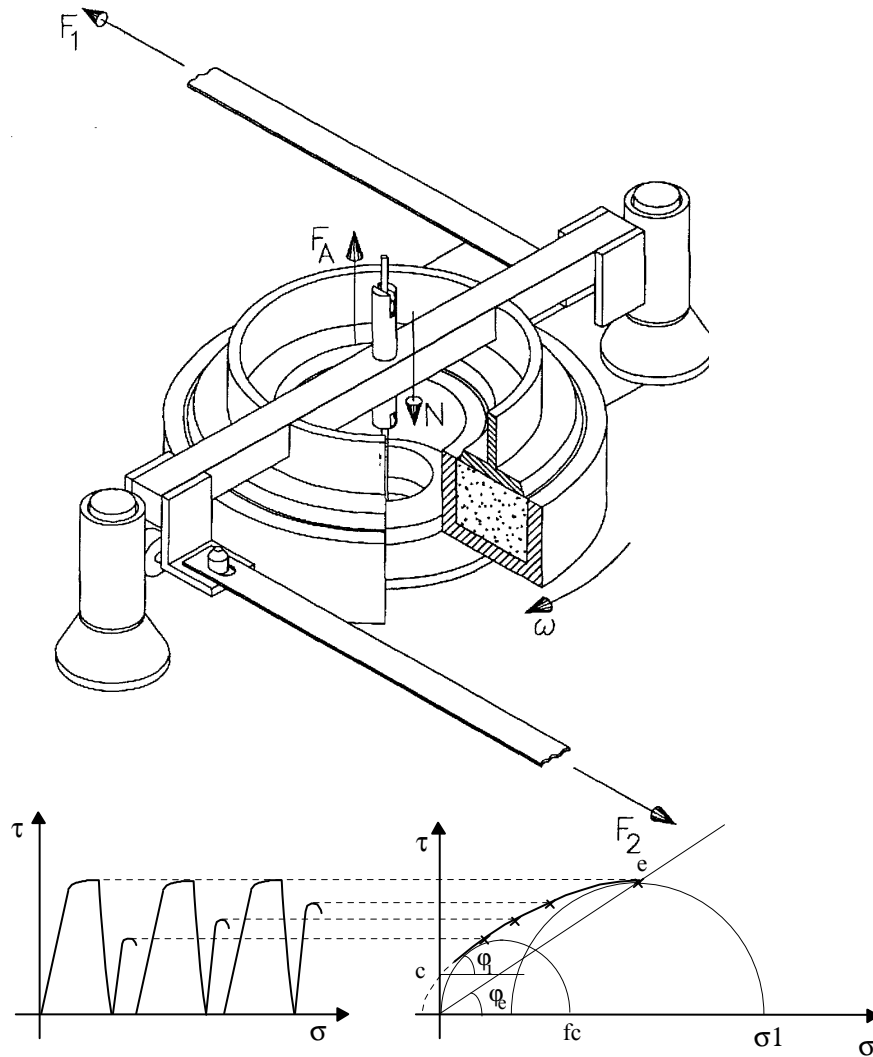


FIG. 4.34 – (En haut) Dispositif de cellule annulaire : L’anneau inférieur est rempli de poudre et immobile. Cet anneau est muni d’ailette radiales que empêchent la poudre de glisser le long de ses parois. Pour mesurer un frottement poudre/paroi, un couvercle lisse du matériau souhaité est posé sur le lit de poudre. Sur ce couvercle, on applique une charge normale. Le principe consiste à mesurer le couple à exercer sur le couvercle pour le mettre en mouvement, et ceci pour plusieurs charges normales. Pour la mesure du frottement poudre/poudre, le principe reste le même, en remplaçant le couvercle par un lit de poudre entraîné par un support à ailettes. (En bas) Type de résultats obtenus pour des lieux d’écoulement poudre/poudre : les tests de cisaillements successifs permettent de tracer les lieux d’écoulements de la poudre considérée, avec σ_1 la contrainte principale ou contrainte maximale pouvant être atteinte lors de l’écoulement stationnaire; fc la résistance à la compression du produit; φ_e l’angle de frottement externe produit/produit ou angle effectif de frottement; φ_i l’angle de frottement interne produit/produit .

mise en mouvement de rotation. Pour éviter un déplacement de la poudre par rapport à

la cellule, des languettes sont disposées au fond de la cellule. Sur cette cellule on place un couvercle qui dispose également de languettes. Ce couvercle est immobilisé en rotation par deux tiges qui transmettent la force de cisaillement à deux capteurs à jauge de contrainte. Pour trouver les lieux d'écoulement grains/grains, l'ensemble est donc rempli de poudre. Si nous voulons évaluer le frottement sur un matériau solide donné, le couvercle sera remplacé par le dit matériau.

Les essais se déroulent de la manière suivante :

1. le produit placé dans la cellule est précisaillé sous la contrainte normale σ (correspondant à la force N). Ceci permet de trouver un point critique de cisaillement pour une densité donnée du lit de poudre.
2. On met le produit sous une contrainte plus faible σ' et on cisaille le produit jusqu'à atteindre le début de l'écoulement qui n'est autre que le maximum du cisaillement. Ce faisant, on obtient un autre point sur le lieu d'écoulement.
3. On répète la même opération avec deux autres contraintes de cisaillement. On peut tracer le lieu d'écoulement du produit (Figure 4.34(b)).

Dans le cas qui nous intéresse, nous cherchons un angle de frottement, dont la définition se rapproche nettement de l'angle de frottement externe φ_e .

Des essais réalisés sur la poudre au centre de recherche Rhodia de St Fons ont donné des angles de frottement externe grains/paroi de l'ordre de 12° et grains/grains de 38 à 43° pour des masses volumiques avoisinant les $0.85 Kg.L^{-1}$ (densité relative $\tilde{\rho} = 0.625$). Le coefficient de frottement grains/paroi est donc aux faibles densités de :

$$\mu_f = \tan 12 = 0.213.$$

Ceci signifie que nous sous-estimerions légèrement le coefficient de frottement lors de nos essais en matrice par rapport aux essais en cellule annulaire. Ceci peut provenir de plusieurs causes : 1/nous n'utilisons pas la même cinématique lors des deux essais ; 2/le dépouillement des essais en matrice utilise un certain nombre d'hypothèses, et notamment que le coefficient de frottement est constant sur la hauteur du lit de poudre, ce qui est une hypothèse d'autant moins vérifiée que le lit de poudre est lâche ; 3/le matériau sur lequel la poudre glisse n'est pas exactement le même lors des deux essais.

Les parois de notre matrice instrumentée ont une très faible rugosité, au même titre que les rouleaux. Nous avons donc pris le parti de considérer que le coefficient de frottement était constant, égal à 0.15 pour les valeurs de densité relative allant de 0.5 à 0.85. ensuite, nous avons utilisé les valeurs trouvées par les essais de compression uniaxiale en matrice instrumentée. Nous verrons par la suite que ce choix n'affecte pas trop les résultats numériques de compression en matrice

Validation des mesures à forte densité : les essais d'extraction

Afin de valider les mesures effectuées au cours de nos essais de compression en matrice, nous nous sommes inspiré de certains travaux effectués par Serris (2002), qu'il a appelé essais de "Push Out". Nous préférons parler en version française, et utiliserons le terme d'extraction. Comme son nom l'indique, donc, cet essai consiste à mesurer l'effort nécessaire à l'extraction du comprimé réalisé en matrice. Si la hauteur du comprimé est

connue, nous pouvons en déduire la surface de contact à la paroi ; et la seule connaissance de l'effort sur le poinçon inférieur F_{LP} en cours d'extraction et de la contrainte résiduelle σ_{ro} nous permet d'accéder au coefficient de frottement poudre/paroi :

$$\mu_f = \frac{F_{LP}}{\pi Dh\sigma_{ro}} \quad (4.99)$$

La Figure 4.35 présente le dispositif de compression en matrice instrumentée dans la configuration d'extraction.

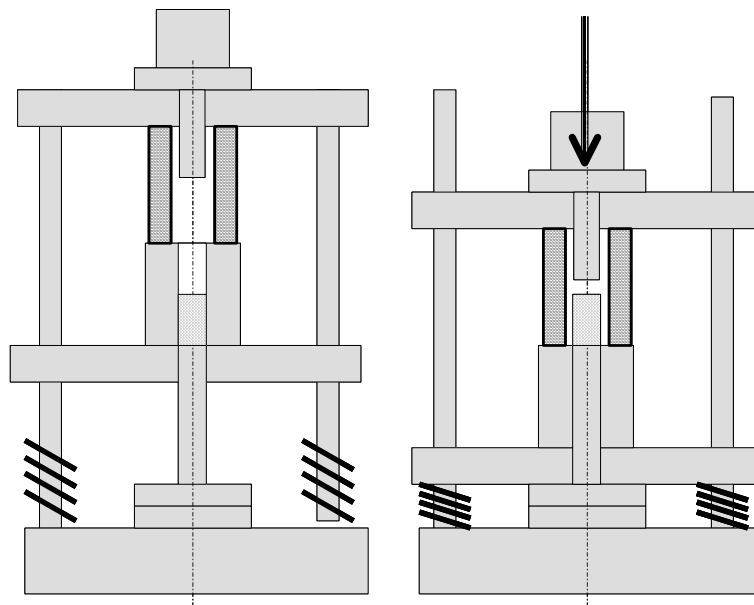


FIG. 4.35 – Présentation des essais d'extraction : le plateau supérieur est en contact avec des cales, elles mêmes en contact avec les haut de la matrice.

La figure 4.36 présente les résultats obtenus lors d'un essai.

Les points mesurés montrent que le coefficient de frottement au moment où le plateau supérieur entre en contact avec les cales augmente rapidement puis se stabilise sur la valeur 0.047, qui est une valeur proche de celle mesurée lors de la compression.

La densité relaxée du lit de poudre étant légèrement inférieure à la densité sous contrainte de fin de compression (compacité de 0.97 au lieu de 1), nous en concluons que le coefficient de frottement n'est pas exactement corrélé à la densité, mais à l'état de surface du lit de poudre, qui a été lissé lors de la compression.

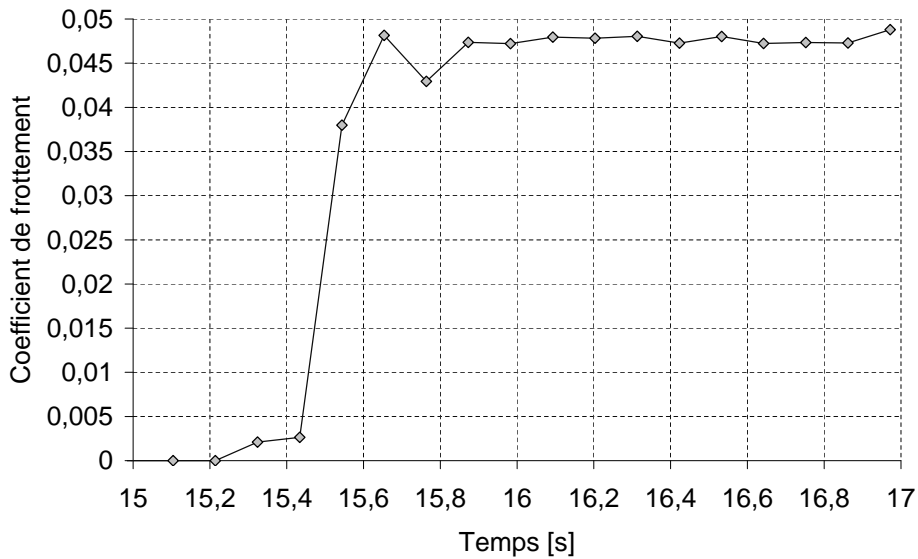


FIG. 4.36 – Coefficient de frottement en fonction du temps lors d'un essai d'extraction

4.7 Comportement à la compression de la poudre avec montée en température (Goubier 2003)

Nous nous sommes rendu compte que lors de l'essai de compaction en presse à rouleaux, la température avait tendance à croître de manière non négligeable entre les rouleaux. Nous nous sommes donc posé la question de savoir quelles conséquences sur les compacts pouvait avoir cette température. Nous verrons qu'il est difficile lors des essais d'atteindre un régime stationnaire. Cette difficulté est peut-être liée entre autres à la montée en température du produit. Ensuite, peut-être pourrions nous nous servir de certaines propriétés de cohésion de la poudre en température pour envisager des modifications du mode opératoire du procédé (en chauffant ou refroidissant les rouleaux, par exemple). Dans ce but, la partie d'un stage effectué aux Mines de St Etienne (Goubier (2003)) a été consacrée à l'étude de l'influence de la température sur la compressibilité et la cohésion de notre poudre.

4.7.1 Dispositif et protocole expérimental

Le dispositif expérimental est composé d'une presse uniaxiale et d'une matrice équipée de six carottes chauffantes (Figure 4.37). La température est programmée et asservie à l'aide d'un contrôleur de température (TGC 2000). Les capteurs utilisés pour la régulation sont des thermocouples.

La pression maximale exercée sur les comprimés était de 50MPa, durant un temps de palier assez long (plusieurs minutes), et l'extraction du comprimé était immédiate après décharge. La figure 4.38 nous donne les résultats obtenus pour la montée en pression et la résistance à la rupture par compression diamétrale des comprimés.

Rappelons que la température de fusion de cette poudre est assez basse (152°C); il se pourrait donc que les grains changent de phase autour de 60° , entraînant une baisse de

4.7. Comportement à la compression de la poudre avec montée en température (Goubier 2003)

compressibilité ou de cohésivité. Une autre raison pourrait être une baisse de l'humidité relative liée à l'augmentation de température. Il est ici démontré que la température a une réelle influence sur le comportement de notre poudre et la qualité des comprimés réalisés. Il faudrait donc réaliser la compression en presse à rouleaux dans des conditions de température optimales, à savoir autour de 60° si on veut maîtriser la compression tout en assurant une bonne cohésion des plaquettes produites.



FIG. 4.37 – La matrice et ses carottes

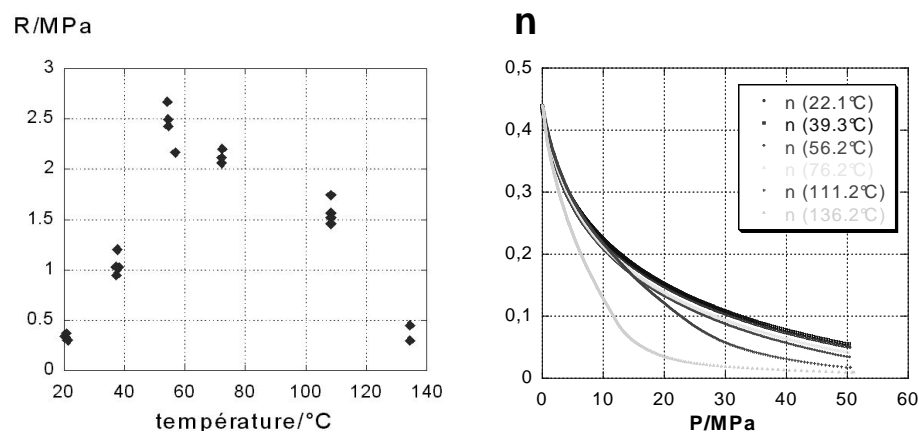


FIG. 4.38 – (à gauche) Résistance à la rupture par compression diamétrale des comprimés en fonction de leur température lors de la compression : on observe que cette résistance passe par un maximum autour de 60°C ; (à droite) Influence de la température sur la courbe de montée en pression : au delà de 100°C, les courbes de porosité en fonction de la contrainte ont une allure complètement différente

Synthèse et conclusions sur le comportement de la poudre étudiée

Nous avons dans cette partie montré un certain nombre de caractéristiques physiques et mécaniques de la poudre. Pour ce faire, nous avons utilisé pour une grande part les essais en matrice instrumentée. Ces essais nous ont permis de mettre en évidence le fait que la poudre ne présente pas de caractère visqueux significatif. Par contre c'est un matériau très compressible, qui densifie totalement pour des valeurs de pression assez faibles (de l'ordre de 600 MPa).

Les paramètres élastiques du matériaux ont été mesurés par une approche originale, toujours en utilisant les essais de compression en matrice instrumentée. Afin de valider les résultats obtenus, nous avons modélisé ces essais de compression uniaxiale sur un code d'éléments finis. Nous exposerons nos conclusions dans la quatrième partie de ce rapport de thèse, qui est consacrée à la modélisation numérique de la compaction.

Enfin, des essais en température ont montré que le comportement de la poudre était sensible à la température dans des domaines peu éloignés de la température ambiante. Nous ne reviendrons pas, dans ce rapport, sur les problèmes liés à la température, mais il paraît clair que c'est une voie possible de recherche pour l'optimisation du procédé de compaction avec ce produit organique. Maintenant que nous avons exposé le comportement du produit au cours d'un essai de compaction relativement simple et connu, observons les conséquences de ces caractéristiques sur son comportement en presse à rouleaux.

Troisième partie

Etude expérimentale de la compaction des poudres en presse à rouleaux

Chapitre 5

Influence des paramètres opératoires sur les paramètres spécifiques de la presse

Sommaire

5.1	Introduction	140
5.2	Présentation du montage expérimental	141
5.2.1	Description de la presse	141
5.2.2	Alimentation	141
5.2.3	Pièce intermédiaire vis/rouleaux	142
5.2.4	Technologie et commande de la presse	143
5.2.5	Les rouleaux	144
5.2.6	Entraînement des rouleaux	145
5.2.7	En résumé	145
5.2.8	Description de l'instrumentation de la presse	145
5.2.9	Acquisition des données	147
5.2.10	Dimensionnement et étalonnage des capteurs	149
5.3	Les paramètres instrumentaux et opératoires du procédé	155
5.3.1	Du choix des paramètres pertinents	155
5.3.2	Capacité de la vis sans fin	156
5.3.3	Stabilité de l'effort exercé par la presse	158
5.3.4	Défauts sur les rouleaux	159
5.3.5	Stabilité de l'entraînement des rouleaux	160
5.4	Détermination de la zone de bon fonctionnement de la presse	160
5.4.1	État de cohésion apparent des plaquettes	162
5.4.2	Stabilité du couple et de l'entrefer dans les différentes zones	163
5.5	Résultats obtenus sur le couple spécifique et l'entrefer	166
5.6	Pressions mesurées dans la zone inter-rouleaux	168
5.6.1	Justification de l'utilisation du coefficient de prédensification R	169

5.1 Introduction

Nous l'avons vu dans la première partie, un certain nombre de montages expérimentaux ont déjà permis au cours des cinquante dernières années de visualiser les profils de pression en surface des rouleaux.

Dans les années soixante et soixante-dix, les travaux d'expérimentations ont porté quasiment exclusivement sur des poudres métalliques et pour une alimentation non forcée. Les expérimentateurs ont été capables de mesurer les contraintes radiale et tangentielle, mais en restant bien souvent sur le plan médian des rouleaux. Certains auteurs des années quatre-vingt-dix (Petit-Renaud 1998, Simon 2000) ont installé deux capteurs sur une même ligne afin de visualiser pour l'un les éventuels effets de bord et pour l'autre les variations de pression induites par la vis d'alimentation. Notre travail se positionne dans la continuité de ces recherches, puisque nous cherchons à affiner encore la connaissance des profils de pression en installant trois capteurs, placés sur le plan médian, près du bord et dans une position intermédiaire, et de part et d'autre des rouleaux. Simon (2000) a montré que la position de l'extrémité de la vis sans fin avait une influence sur les profils de pression. Pour limiter cette influence nous avons éloigné l'extrémité de la vis sans fin et placé en bout de vis une pièce intermédiaire avec un rôle de zone tampon. Partant du postulat que cette pièce permettrait d'éviter les variations trop importantes de la pression dans le temps, nous n'avons pas cherché à concevoir un montage de capteurs sur la même génératrice comme l'avaient fait Simon (2000) et Petit-Renaud (1998) (les auteurs justifiaient leurs choix en disant que justement le régime stationnaire n'était jamais vraiment atteint et critiquaient les auteurs qui comparaient des mesures prises à des instants différents). L'encombrement, les méthodes de montage et le réglage de nos capteurs ne nous permettaient pas de les installer sur la même ligne. Nous verrons à la lecture des résultats que notre postulat était justifié : lorsqu'un régime permanent est atteint, il y a peu de variations des pressions observées sur les mêmes capteurs, à des instants différents.

Les trois capteurs sont donc placés à 120° les uns par rapport aux autres sur la circonférence des rouleaux, et les capteurs du bord et intermédiaire sont placés de part et d'autre du plan médian. Un capteur angulaire permet de connaître à tout instant la position des capteurs de pression vis-à-vis de l'entrefer. Nous mesurons aussi le couple et la valeur de l'entrefer tout au long des essais. Ce montage expérimental devra ainsi nous permettre de visualiser l'influence des paramètres opératoires de la presse à rouleaux, à savoir le débit massique d'alimentation (Q_m), l'effort spécifique de la presse (F_L) et la vitesse périphérique des rouleaux (V_r) sur les paramètres spécifiques du procédé, à savoir le couple spécifique (C_L), l'entrefer (h_s) et la forme du profil de pression radiale. L'objectif ultime de cette étude expérimentale est de comprendre l'influence des paramètres spécifiques sur l'aspect et la qualité des plaquettes produites.

Ainsi, nous présenterons tout d'abord dans le détail tous les aspects de notre montage

expérimental, puis une étude des interactions entre les paramètres instrumentaux du procédé (étude de stabilité, zone de bon fonctionnement, variations). Enfin nous donnerons les résultats qualitatifs et quantitatifs obtenus sur les plaquettes produites.

5.2 Présentation du montage expérimental

5.2.1 Description de la presse

La figure 5.1 montre la presse telle qu'elle est montée au laboratoire 3S :

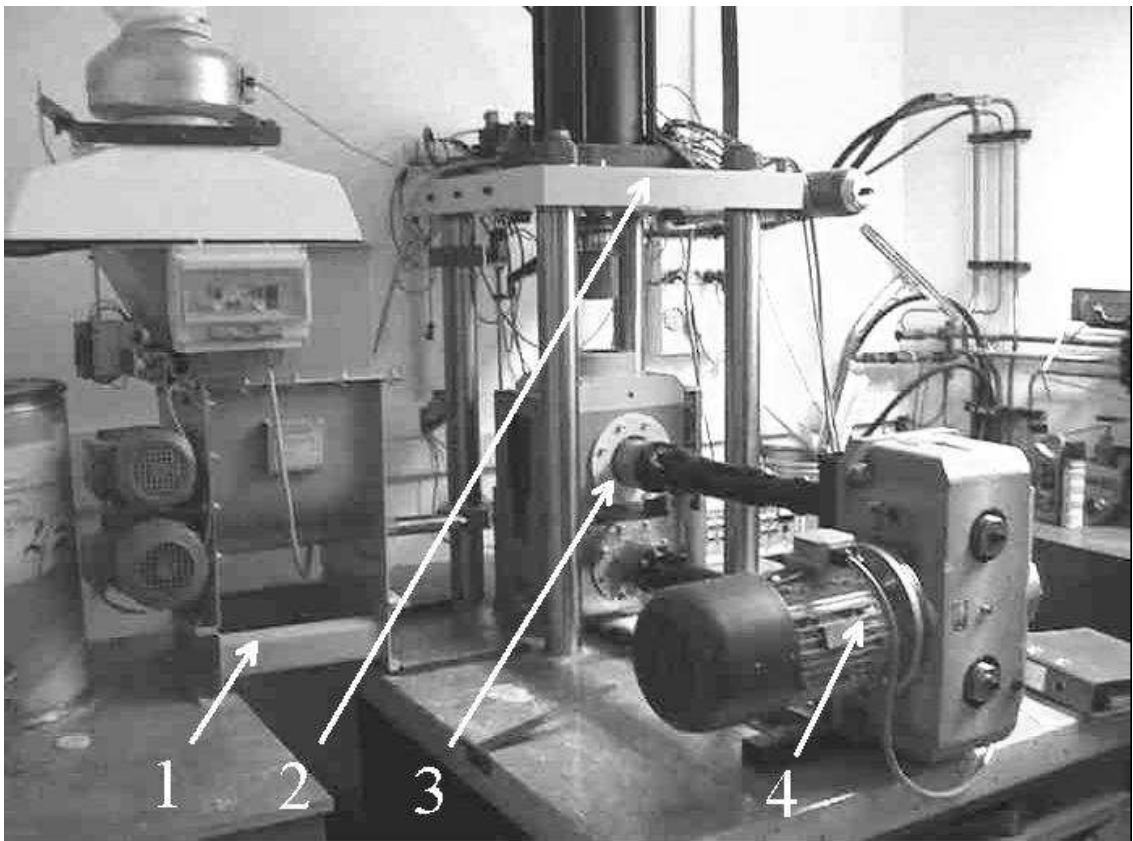


FIG. 5.1 – La presse installée au laboratoire. On peut reconnaître le système d'alimentation(1), la presse de 50T(2), les rouleaux(3) et la motorisation(4)

5.2.2 Alimentation

La figure 5.2 présente la trémie et la vis sans fin. La poudre est versée dans une trémie de 50 litres. Cette trémie est munie de pales de décompaction de la poudre, afin d'éviter la formation de ponts solides au dessus de la vis sans fin, qui engendreraient des fluctuations voire une absence d'alimentation au niveau des rouleaux.

L'alimentation est réalisée par une unique vis de gavage. Cette vis sans fin a un diamètre intérieur de 10 mm, un diamètre extérieur de 38 mm et un pas constant de 20

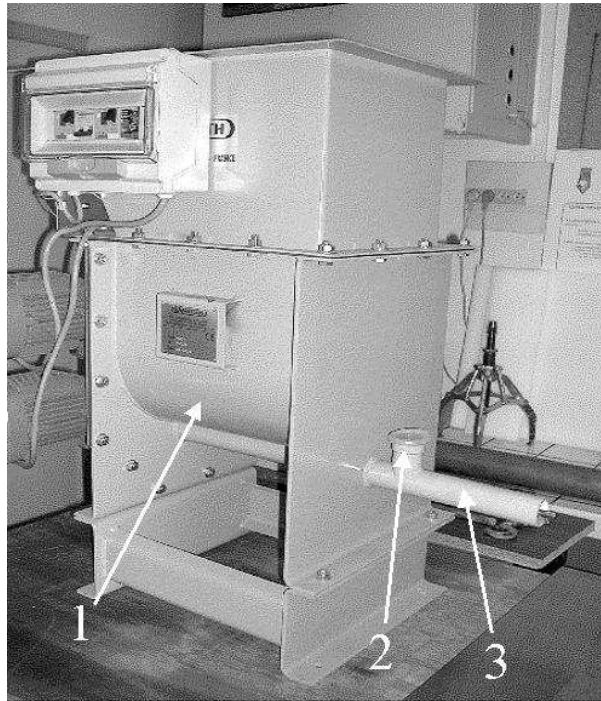


FIG. 5.2 – Le système d'alimentation : trémie(1) et vis sans fin(3) avec son regard de désaération éventuel(2)

mm (Figure 5.3. Les vis sans fin sont en général dimensionnées par les constructeurs pour atteindre un certain débit volumique. Le moteur de la vis sans fin a été choisi pour assurer des débits d'alimentation avoisinant les 80 litres de poudre par heure. Un variateur de fréquence permet de moduler ce débit entre 0 et 80 L.h^{-1} . Un regard permettant la désaération de la poudre acheminée dans la vis a été installé, afin de s'affranchir des effets de reflux de gaz, qui est un facteur limitant des vitesses d'alimentation et des rouleaux.

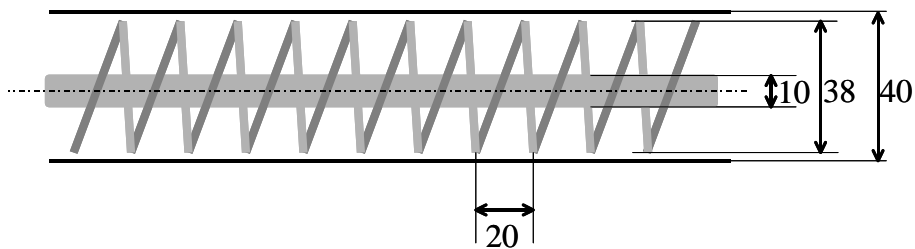


FIG. 5.3 – Principales caractéristiques géométriques de la vis sans fin

5.2.3 Pièce intermédiaire vis/rouleaux

Une pièce intermédiaire est installée en bout de vis. Cette pièce a plusieurs fonctions importantes :

- Jouer le rôle de zone tampon de prédensification de la poudre, en éloignant la dernière spire de la surface des rouleaux ;
- Empêcher la perte de fines poudres au niveau des flancs des rouleaux ;
- La section de poudre en mouvement dans cette pièce doit passer d'une forme circulaire à une forme rectangulaire. Nous avons fait en sorte que l'aire du disque coté vis et l'aire du rectangle coté rouleaux soit identiques.

La figure 5.4 montre l'assemblage de cet élément de raccordement.

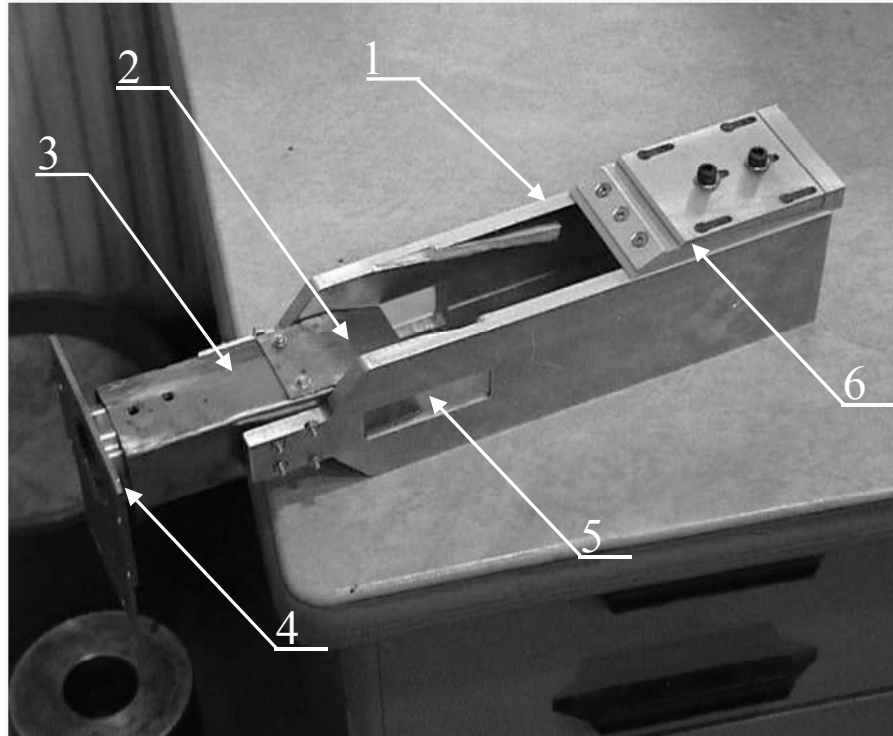


FIG. 5.4 – Pièce intermédiaire vis/rouleaux : [1.] Les plaques de confinement : elles sont en aluminium et d'une épaisseur de 10 mm. La raclette (6.) permet de les maintenir fermement parallèles au cours de la compaction. [2.] Les becs permettent d'assurer une section constante entre la sortie de la vis et l'introduction entre les rouleaux. [3.] La zone tampon doit permettre de limiter les fluctuations de pression dues à la dernière spire de la vis sans fin. [4.] La pièce support assure le maintien en position de l'ensemble par rapport au bâti des rouleaux. [5.] Lumière permettant de visualiser le mouvement du lit de poudre. [6.] Raclette de décollage des plaquettes et de maintien des plaques de confinement (1.)

5.2.4 Technologie et commande de la presse

La presse sous laquelle vient s'insérer le montage des rouleaux peut exercer un effort compris entre 0 et 500 kN ("50 tonnes-force"). C'est une presse hydraulique. Elle peut être asservie en effort ou en déplacement. Plusieurs auteurs travaillent à entrefer constant. Nous avons voulu pour notre part travailler au plus près des conditions industrielles, c'est-

à-dire à effort de la presse constant. L'asservissement de la presse se fait avec une carte MOOG identique à celle de la presse uniaxiale présentée dans la partie II. Le logiciel qui joue le rôle d'interface entre l'opérateur et la presse est Labwindows/CVI, qui est une version plus récente de Labwindows.

Nous avons dû au cours de nos travaux développer un programme d'asservissement utilisant un filtre PID afin de limiter les fluctuations de la presse : en effet les presses hydrauliques, et surtout les presses de cette taille, ont une stabilité difficile à établir, du fait du caractère incompressible de l'huile contenue dans le vérin. Un amortissement trop faible entraîne un régime instable lorsque la poudre s'engouffre entre les rouleaux. Un amortissement trop fort rend le système trop peu réactif aux variations de l'alimentation. Il était compliqué dans ces conditions de maîtriser de manière correcte l'asservissement. Nous avons donc, en plus de l'amortissement électronique, placé un amortisseur physique entre la tige du vérin de la presse et le montage des rouleaux, sous la forme d'un cylindre de caoutchouc.

5.2.5 Les rouleaux

Il existe deux types possibles de montages des rouleaux : en porte-à-faux ou en chape. Le montage a été réalisé en chape, afin d'assurer une grande rigidité et de limiter le défaut de parallélisme entre les rouleaux. Ces deux rouleaux sont identiques. L'axe du rouleau inférieur est fixe, et celui du rouleau supérieur est guidé en translation verticale par des trains de roulements posés sur des rails. Cette solution très hyperstatique renforce encore l'aspect rigide du montage.

La taille des rouleaux répond à un arbitrage entre la volonté de se rapprocher des conditions industrielles et la limite imposée sur le couple d'entraînement. En effet, plus le diamètre et la largeur des rouleaux sont grands et plus le moment d'entraînement devra être grand. Mais il est aussi évident que le diamètre des rouleaux a une influence sur l'état de compaction des plaquettes produites, et nous voulions nous éloigner des diamètres classiques de presses de laboratoires (autour de 100 mm) pour limiter les erreurs commises lors des transpositions de nos résultats d'optimisation des paramètres opératoires vers les presses industrielles. Il y avait enfin une contrainte d'encombrement : il fallait pouvoir placer ces rouleaux sous la presse. Le choix s'est donc porté sur des rouleaux de 240 mm de diamètre.

Le choix de la largeur des rouleaux répond lui aussi à un compromis entre s'affranchir des effets de bord éventuels au centre des rouleaux et limiter le couple nécessaire à leur entraînement. Une largeur de 50 mm a été choisie. L'effort spécifique de la presse à rouleaux (ou effort par unité de largeur exercé à la surface des rouleaux) pourra donc varier de 0 à 10^7 N.m^{-1} . Ne perdons pas de l'esprit que l'objectif final de cette étude expérimentale est une meilleure compréhension du processus de compaction, mais aussi et surtout une base de validation de la modélisation numérique que nous présentons en dernière partie. Aussi des rouleaux lisses ont été choisis, pour faciliter leur définition géométrique sous ABAQUS.

5.2.6 Entraînement des rouleaux

La condition principale de bon fonctionnement de la compaction est que les rouleaux tournent exactement à même vitesse de rotation et exercent un couple équivalent sur le lit de poudre. Aussi le choix s'est-il porté sur un moteur unique couplé à un réducteur roue et vis sans fin. Ce moto-réducteur permet d'atteindre des vitesses de rotation de 0.5 tr.s^{-1} (vitesse périphérique des rouleaux de 377 mm.s^{-1}), avec un couple pouvant atteindre 1000 N.m sur chaque rouleau. Le moteur à une puissance de 4 kW et est alimenté via un conditionneur de vitesse. Ce conditionneur ne permet pas à proprement parlé un asservissement de la vitesse, mais régule l'intensité du circuit en fonction de la puissance d'entraînement demandée par le moteur. Ce système peut être défaillant dans les très petites vitesses de rotation. C'est pourquoi nous ne sommes pas descendus en dessous de $N=0.025 \text{ tr.s}^{-1}$ ($V_r=18.9 \text{ mm.s}^{-1}$). Nous montrerons que ce système permet par ailleurs une très bonne régulation de la vitesse, même dans des conditions de fonctionnement sévères.

5.2.7 En résumé

Alimentation :

- Débit volumique annoncé par le constructeur : $20 \text{ cm}^3.\text{s}^{-1}$
- Diamètre extérieur de la vis sans fin : 38 mm

Rouleaux :

- Largeur L de 50 mm ,
- Diamètre D de 240 mm
- Vitesse périphérique V_r entre 18.9 et 377 mm.s^{-1}
- Effort spécifique F_L maximal de 10^7 N.m^{-1}
- Couple spécifique C_L maximal admissible de 20 kN

5.2.8 Description de l'instrumentation de la presse

Les capteurs classiques

Plusieurs capteurs étant de technologie classique, nous ne nous les détaillerons pas. Le tableau 5.1 présente simplement la liste et les caractéristiques de ces capteurs et la figure 5.5 leur emplacement sur le montage.

Les capteurs de pression

Afin de visualiser la profils de pression, le rouleau supérieur a été équipé de trois capteurs de pression réalisés au laboratoire 3S. Le montage de ces capteurs est simple : il s'agit d'une tige d'acier de 2 mm de diamètre qui traverse le rouleau. Une extrémité affleure la surface du rouleau, et l'autre extrémité est en contact avec une plaquette d'acier. La plaquette d'acier est posée sur une plaque support et se retrouve soumise à une flexion "trois points". La déformation de la plaque est donc une image de la pression exercée par la poudre à la surface des rouleaux, via la tige de 2 mm de diamètre. Une jauge est collée

Type de capteur	Technologie	Mesure réalisée	Plage de mesure	Sensibilité
Couple-mètre	A jauges de déformation	Couple exercé en sortie du moto-réducteur sur un des deux arbres moteurs	0 à 1000 N.m	<1 N.m
2 Capteurs de déplacement	LVDT	Entrefer et parallélisme entre les rouleaux (mesure indirecte)	-2,5 à 2,5 mm	1 μ m
Capteur de force	A jauges de déformation	Effort exercé par la presse sur le rouleau supérieur	0 à 500kN	0.5kN
Capteur de déplacement	Magnétostrictif	Déplacement de la tige du vérin de la presse	0 à 500 mm	0,01 mm
Capteur angulaire	Potentiométrique	Position angulaire des capteurs de pression en surface	0 à 360°	0,1°

TAB. 5.1 – Les différents capteurs classiques installés sur notre montage

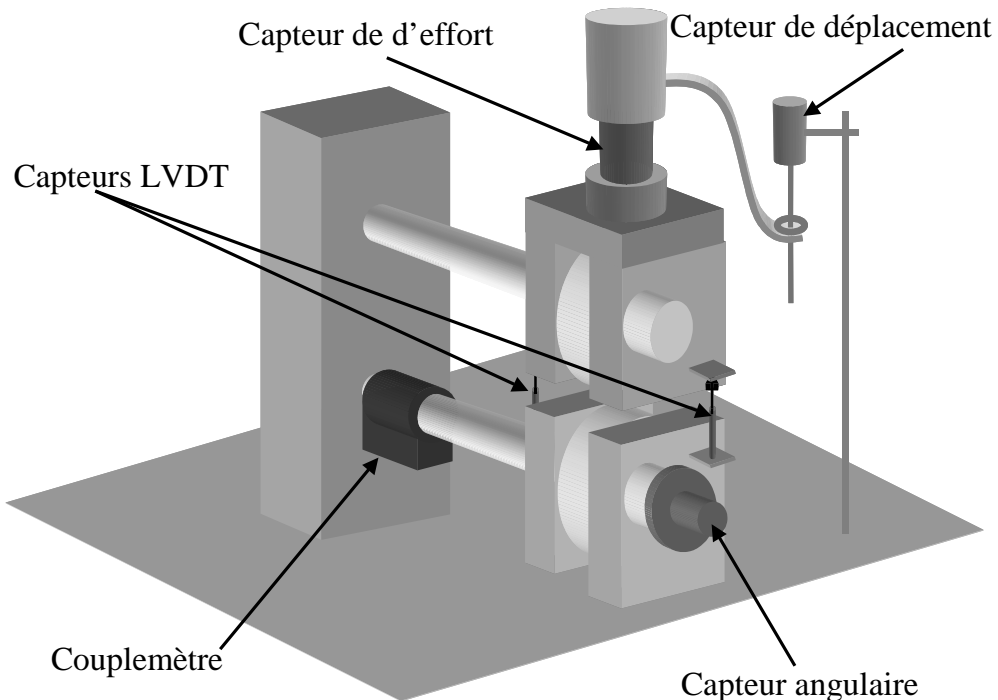


FIG. 5.5 – Disposition des différents capteurs de type "classique" sur le montage

au centre de la surface inférieure de la plaquette. La figure 5.6 présente une vue éclatée du montage.

Les fils de la jauge passent au centre de l'arbre supportant les rouleaux et sont connectés à un pont de Wheatstone (VishayMicromesures) par l'intermédiaire d'un collecteur à balais. La sortie du pont Vishay est directement reliée à l'ordinateur pour l'acquisition.

Trois de ces capteurs sont implantés dans le rouleau mobile. Par soucis d'encombrement et de simplicité de montage et de réglage, ces capteurs sont disposés sur toute la circonférence des rouleaux, à 120° les uns par rapport aux autres. Un capteur est placé sur le plan médian du rouleau, un autre à 5 mm du bord (20 mm du plan médian) et le dernier dans une position intermédiaire, à 10 mm du plan médian (15 mm du bord). Les deux capteurs non centraux sont placés de part et d'autre du plan médian pour visualiser les éventuelles fluctuations de pression observées par Simon (2000). La figure 5.7 donne un aperçu de la disposition des capteurs sur le rouleau.

5.2.9 Acquisition des données

Comme pour l'essai de compression uniaxiale en matrice instrumentée, l'acquisition des données est réalisée par le logiciel LabWindows/CVI. Nous avons choisi de distinguer deux mode d'acquisition :

Mode d'acquisition n°1. Nous ne cherchons pas à visualiser les profils de pression, mais

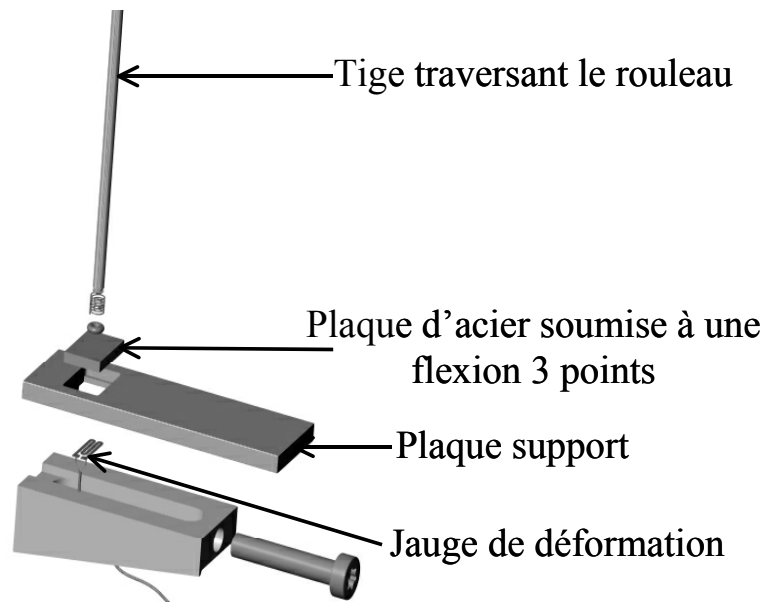


FIG. 5.6 – Vue éclatée du montage des capteurs de pression : la tige de 2 mm de diamètre est en contact avec la poudre et transmet l'effort à une plaque d'acier, qui est de ce fait soumise à un flexion 3 points. La déformation de la surface inférieure de la plaque est mesurée par une jauge de déformation.

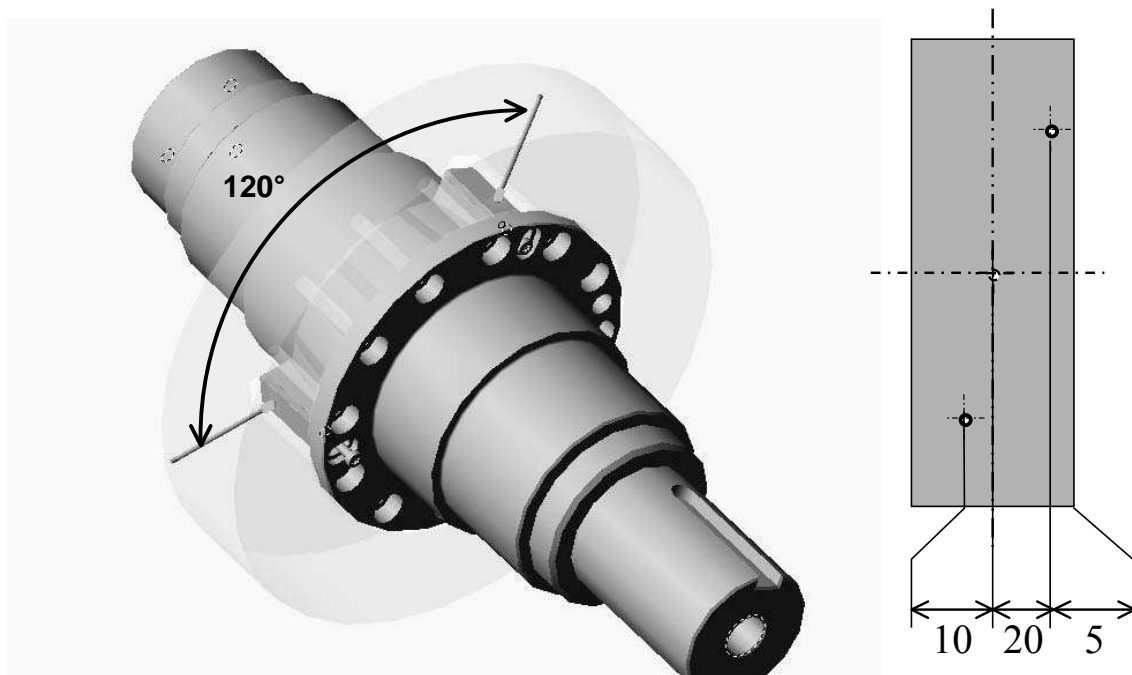


FIG. 5.7 – Disposition des capteurs de pression sur le rouleau supérieur : à 120° les uns par rapport aux autres, un sur le plan médian, un à 5 mm du bord et un à 15 mm du bord.

simplement l'évolution de l'entrefer, du couple et de la vitesse angulaire des rouleaux en fonction du temps, au rythme de n points par degré de rotation des rouleaux, que l'on peut choisir. Ce mode d'acquisition a été utilisé pour établir la zone de bon fonctionnement, étudier les variations dans le temps du couple spécifique et de l'entrefer en fonction des paramètres opératoires d'entrée du procédé, et contrôler la stabilité du moteur d'entraînement des rouleaux.

Mode d'acquisition n°2 Nous voulons connaître l'allure des profils de pression. Nous savons que les pressions sont nulles sur quasiment toute la circonférence des rouleaux, sauf lorsque le capteur se trouve en contact avec la poudre, c'est à dire dans un secteur de 10° maximum en amont de l'entrefer et de 5° en aval. Nous avons donc configuré l'acquisition des points en mode "rafale" (1000 points par degré de rotation) lorsque l'un des capteurs se trouve dans ce secteur et en mode "contrôle" (1 point par degré de rotation) lorsqu'aucun capteur n'est dans la zone. Ceci permet d'éviter de surcharger les données que nous traitons ensuite sous Matlab ou Excel.

5.2.10 Dimensionnement et étalonnage des capteurs

Nous ne parlerons pas ici de l'étalonnage des capteurs classiques, qui comme leur nom l'indique, subissent un étalonnage tout aussi classique. Les capteurs de pression demandent par contre une attention toute particulière. En effet, leur étalonnage doit se faire à la fois au niveau de la mesure de pression qu'ils restituent, mais aussi au niveau de leur position angulaire au moment où ils restituent cette pression. Mais avant toute chose, il nous a fallu trouver la dimension optimale des plaquettes, c'est-à-dire assez rigides pour ne pas trop fléchir au cours des mesures, mais pas trop pour avoir une déformation détectable par les jauges. (Les jauges ont une précision de mesure de $1\mu\text{m/m}$).

Dimensionnement des plaquettes d'acier

Considérons la plaquette comme une poutre d'épaisseur h , de largeur b et de longueur L . Nous supposons que la pression à la surface des rouleaux montera jusqu'à $P_{max} = 600\text{MPa}$. La plaque doit bien sûr ne pas plastifier à de telles pressions, la flèche ne doit pas être trop élevée pour limiter les risques de voir la poudre s'incruster dans les logements des tiges du capteur, ou encore pour ne pas fausser les mesures. La déformation à l'endroit où est collée la jauge doit par contre être assez grande pour pouvoir être mesurée. Calculons donc la flèche y_{max} , la déformation ε_L et la contrainte normale σ_N au point $M(L/2, -h/2)$ comme indiqué sur la figure 5.8, en fonction des dimensions de la plaquettes et de l'effort $F(P)$ exercé par la tige.

$$f = |y_{max}| = \frac{F(P).L^3}{48E.I_z} = \frac{F(P).L^3}{4E.b.h^3} \quad (5.1)$$

$$\varepsilon_L(L/2, h/2) = \frac{M_z h/2}{E.I_z} = \frac{3F(P).L}{2E.b.h^2} \quad (5.2)$$

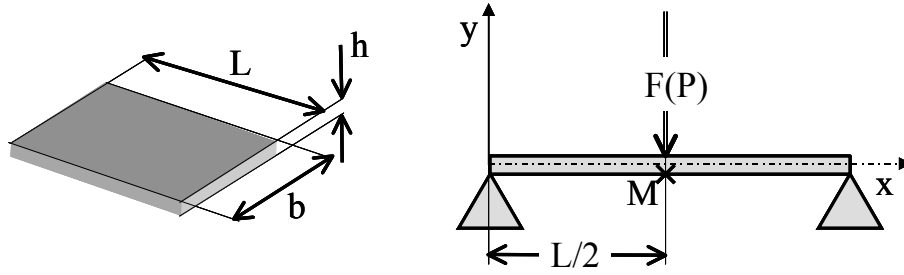


FIG. 5.8 – Dimensions de la plaquette de flexion et mise en forme du problème très simple de résistance des matériaux

$$|\sigma_N(L/2, h/2)| = \frac{3F(P).L}{2b.h^2} \quad (5.3)$$

Les plaquettes sont en acier inoxydable, d'un module d'Young $E=210$ GPa. Nous avons arbitrairement choisi une largeur $b=7$ mm et une longueur $L=10$ mm pour les plaquettes. L'effort exercé sur la plaquette peut être exprimé en fonction de la pression du lit de poudre et du diamètre δ de la tige du capteur :

$$F(P) = P.\pi.\frac{\delta^2}{4} \quad (5.4)$$

Nous pouvons donc exprimer la flèche maximale f_{max} et la contrainte normale maximale σ_{Nmax} correspondant à la pression $P_{max} = 600$ MPa que nous voulons pouvoir appliquer à la poudre, ainsi que la déformation minimale ε_{Lmin} correspondant à la valeur de pression $P_{min} = 1$ MPa que nous voulons être capables de mesurer, en fonction de h uniquement :

$$f_{max} = \frac{P_{max}.\pi.\delta^2.L^3}{16E.b.h^3} = \frac{3,21.10^{-1}}{h^3} [f_{max} \text{ et } h \text{ en mm}] \quad (5.5)$$

$$|\varepsilon_{Lmax}(L/2, h/2)| = \frac{3P_{min}.\pi.\delta^2.L}{8E.b.h^2} = \frac{3,206.10^{-6}}{h^2} [h \text{ en mm}] \quad (5.6)$$

$$\sigma_{Nmax}(L/2, h/2) = \frac{3P_{max}.\pi.\delta^2.L}{8b.h^2} = \frac{4,039.10^3}{h^2} [\sigma_{Nmax} \text{ en MPa et } h \text{ en mm}] \quad (5.7)$$

Les figures 5.9, 5.10 et 5.11 donnent les courbes obtenues avec ces formules.

Au vu de ces graphiques, nous pouvons conclure qu'en considérant que nous ne dépasserons pas 600 MPa de pression entre les rouleaux, avec un acier assez fin d'une limite

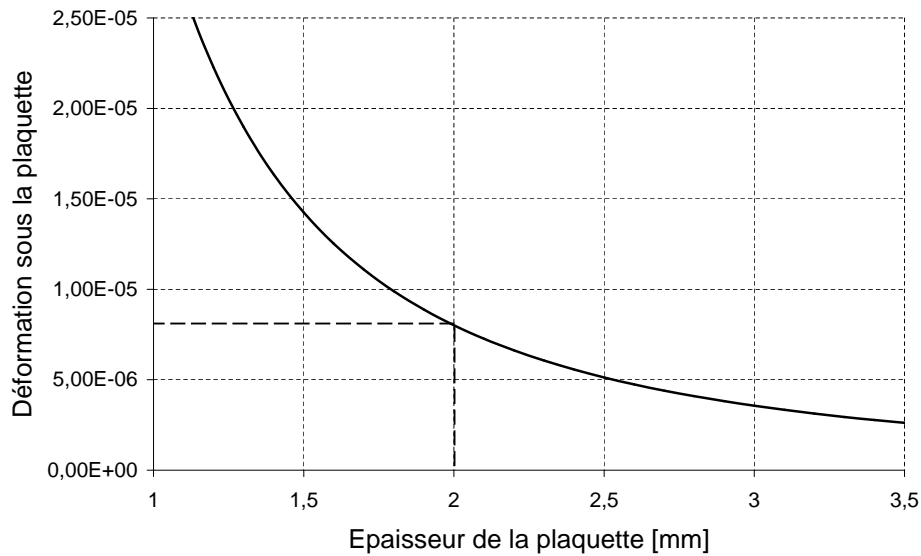


FIG. 5.9 – Allure de la contrainte normale maximale subie par la plaque pour une pression du lit de poudre de 600 MPa, en fonction de l'épaisseur de la plaquette de mesure

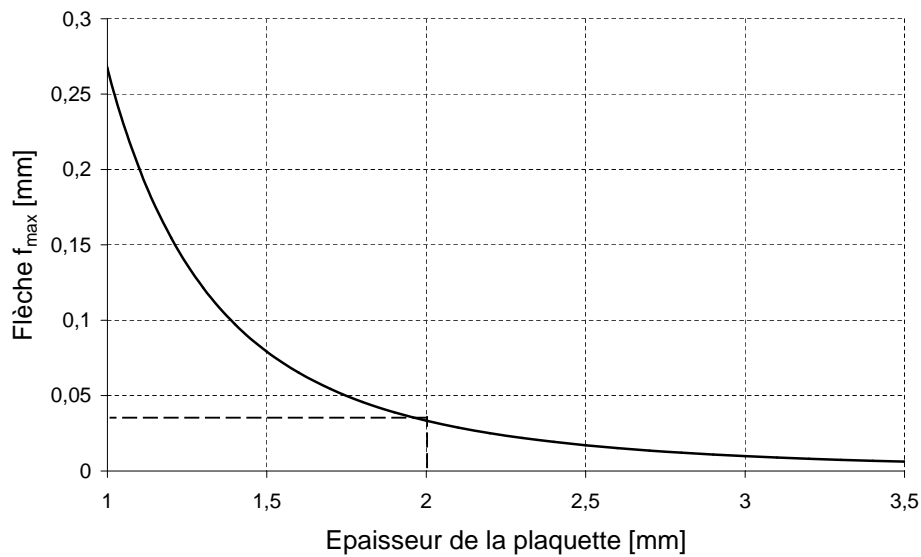


FIG. 5.10 – Allure de la flèche maximale subie par la plaque pour une pression du lit de poudre de 600 MPa, en fonction de l'épaisseur de la plaquette de mesure

élastique de 1000 MPa au moins, une épaisseur de 2 mm suffira. Une telle épaisseur permet d'avoir une bonne précision de mesure de pression (de l'ordre du MPa) et de limiter la flèche maximale atteinte à trois centièmes de millimètres.

Étalonnage de la mesure des contraintes par les capteurs

La mesure de pression a été effectuée sur une presse uniaxiale dotée d'un capteur d'effort, le rouleau étant démonté et posé sur des vés de métrologie, comme indiqué sur

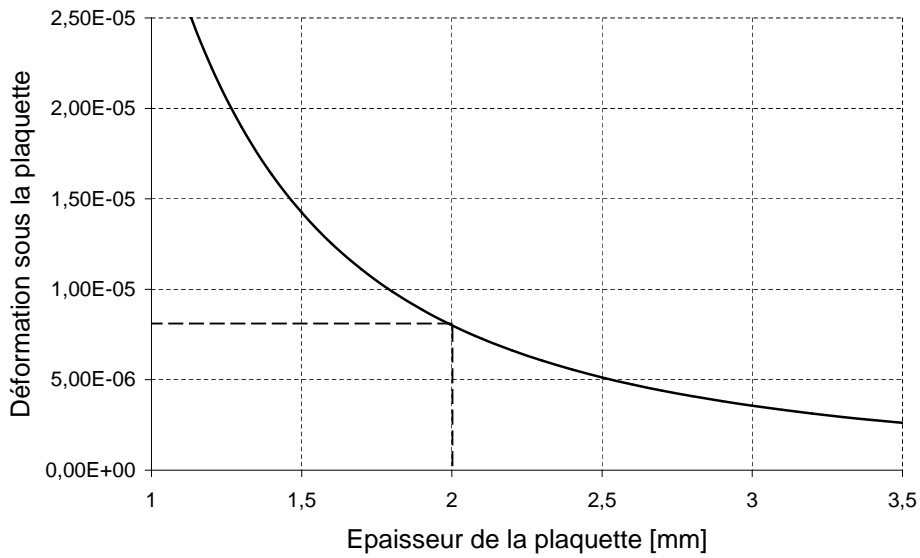


FIG. 5.11 – Déformation au point de mesure de la jauge pour une pression de 1 MPa, en fonction de l'épaisseur de la plaquette

la figure 5.12.

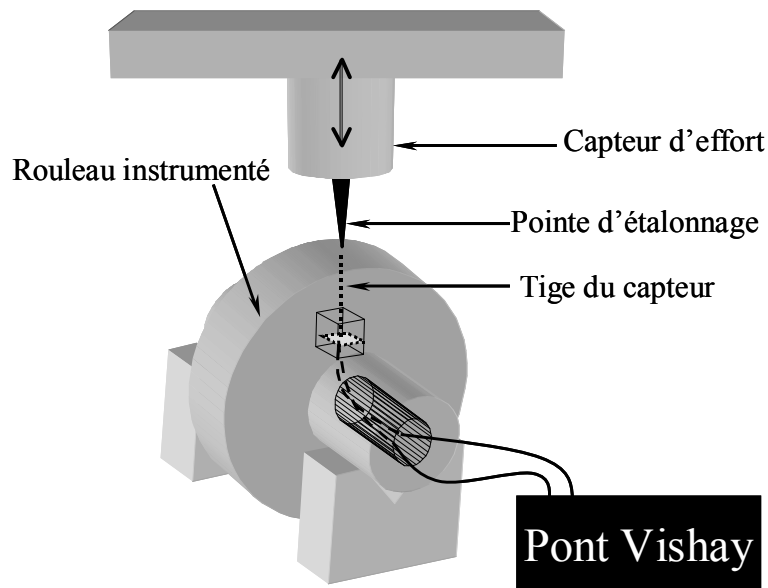


FIG. 5.12 – Dispositif d'étalonnage des capteurs de pression

Avec les mêmes formules que pour le dimensionnement de la plaquette, il est assez aisé de prédire quelle devrait être la réponse du pont Vishay à un effort donné en fonction des dimensions de la plaquette de flexion et des caractéristiques du pont et de la jauge.

La déformation s'écrit en fonction de la pression P subie à la surface (exprimée en

MPa) :

$$\varepsilon_L = \frac{3 \cdot \pi \cdot L \cdot \frac{\delta^2}{4}}{2 \cdot b \cdot h^2} P = 8,01426 \cdot 10^{-6} \cdot P \quad (5.8)$$

Or le pont de jauges délivre une tension U_{mes} qui est fonction de la tension d'excitation U_{exc} , de la variation de la résistance ΔR (chaque jauge est monté en "quart de pont") et du gain du pont de jauge (G) :

$$U_{mes} = G \cdot \frac{U_{exc}}{4} \frac{\Delta R}{R_0} \quad (5.9)$$

où R_0 est la résistance d'équilibrage du pont, proche de 350Ω (résistance de la jauge).

Le rapport $\Delta R/R_0$ est bien sur fonction de la déformation de la jauge ε_L et du facteur de jauge k_j :

$$\varepsilon_L = \frac{\Delta R}{k_j \cdot R_0} \quad (5.10)$$

Ainsi, on obtient pour la tension mesurée :

$$U_{mes} = G \cdot k_j \cdot \frac{3 \cdot \pi \cdot L \cdot \frac{\delta R^2}{4}}{2 \cdot b \cdot h^2} P = 6,57 \cdot 10^{-2} P \quad [P \text{ en MPa et } U \text{ en Volts}] \quad (5.11)$$

avec :

- le gain du pont de Wheatstone $G=2000$
- le facteur de jauge $k_j=2.03$
- la hauteur de la plaquette $h=2$ mm

La figure 5.13 expose les résultats obtenus pour l'étalonnage de chaque capteur, comparés à la droite théorique. Les points ont été mesurés en charge et en décharge et aucun hystérésis notable n'a été constaté.

En résumé, ces capteurs offrent une très bonne sensibilité, sans montrer d'hystérésis notable et sont très réactifs. Le tableau 5.2 résume les caractéristiques principales de notre montage de capteurs.

TAB. 5.2 – Principales caractéristiques de nos capteurs de mesure de la pression en surface des rouleaux

Dimensions de la tige de mesure	$\varnothing 2$ mm, long. 35 mm
Dimensions de la plaquette de flexion	10 mm \times 7 mm \times 2 mm
Limite élastique de la plaquette	1200 MPa
Sensibilité de mesure	1 MPa
Pression maximale admissible	720 MPa

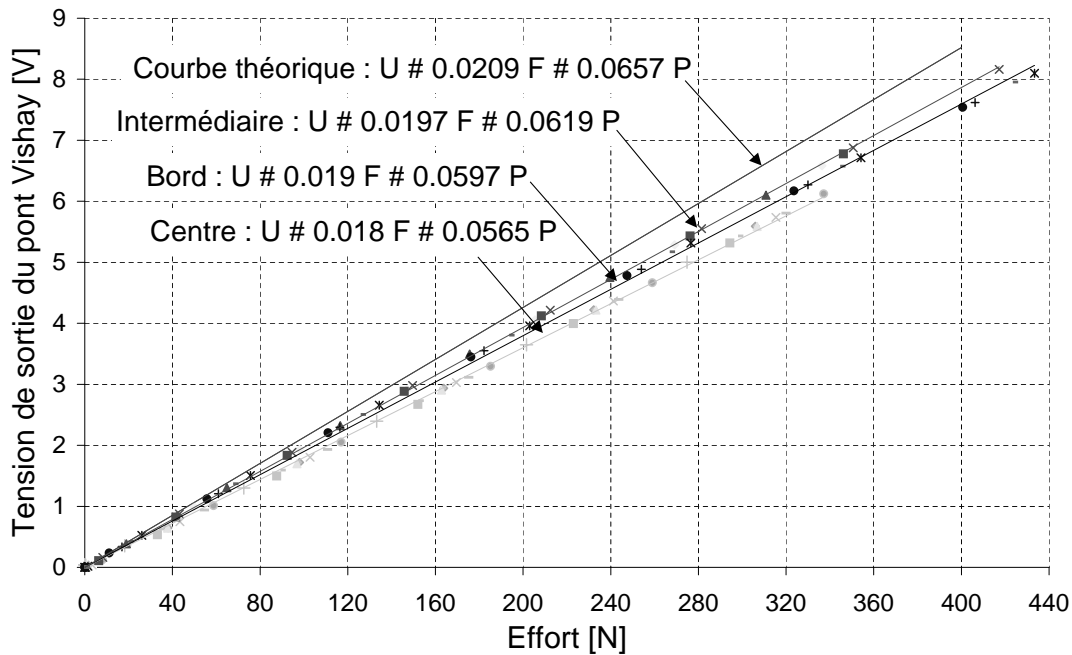


FIG. 5.13 – Mesures d'étalonnage effectuées sur les trois capteurs et comparaison avec la droite théorique : les points ont été mesurés au cours de plusieurs charges et décharges.

Étalonnage de la position angulaire des capteurs

Afin de connaître la position angulaire de chaque capteur à tout instant au cours des essais, il nous a fallu effectuer une mesure originale de la position des capteurs.

Lorsque la tige du capteur fait un angle de 90° par rapport à l'entrefer, elle se trouve dans le plan horizontal qui passe par l'axe des rouleaux (figure 5.14), ainsi il suffit de localiser l'axe des rouleaux pour en déduire le plan dans lequel se trouve la tige lorsqu'elle fait un angle de 90° par rapport à l'entrefer. Pour effectuer cette mesure, nous avons utilisé un cathétomètre, qui est en fait une lunette à visée horizontale, graduée dans le sens vertical : nous commençons par viser le dessus et le dessous de l'arbre d'entraînement du rouleau pour en déduire la position verticale de l'axe. On place le cathétomètre à cette position. On fait tourner le rouleau à faible vitesse en guettant le passage de l'extrémité de la tige affleurant la surface. Lorsqu'elle apparaît dans la viseur, la tige est dans le plan de l'axe et donc forme un angle de 90° par rapport à l'entrefer. Ce procédé répété pour chacun des trois capteurs nous permet ainsi de réaliser le traitement des données et de gérer le mode d'acquisition en "rafales" exposé un peu plus haut. Il nous a aussi permis de vérifier si les capteurs étaient bien à 120° les uns par rapport aux autres comme nous l'avions commandé à l'usineur (et de nous rendre compte que non!).

Cet étalonnage de l'angle que font les capteurs par rapport à l'entrefer est donc assez simple à mettre en oeuvre. Il est réalisé après chaque montage et démontage de la presse à rouleaux. Nous l'avons aussi parfois réalisé en fin d'essai pour vérifier qu'il ne se produisait pas de dérive des mesures.

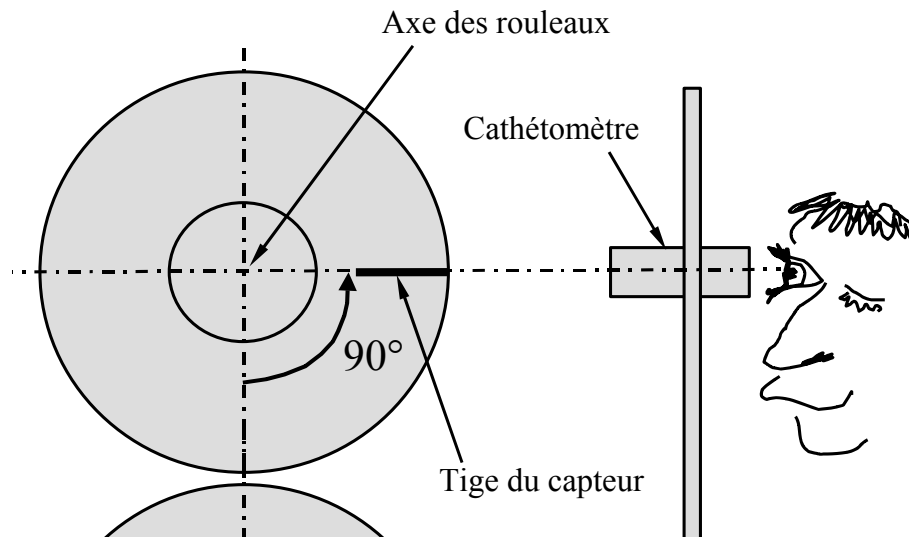


FIG. 5.14 – Lorsque la tige du capteur est à l’horizontale, il est dans le plan de l’axe de rotation du rouleau, et forme un angle droit par rapport à l’entrefer

5.3 Les paramètres instrumentaux et opératoires du procédé

Une fois la presse conçue, montée et étalonnée, nous avons réalisé une campagne d’essais permettant de caractériser l’influence des paramètres opératoires du procédé sur les paramètres instrumentaux d’une part et sur les plaquettes d’autre part. Voyons de suite ce que nous entendons par paramètres instrumentaux et opératoires et surtout lesquels semblent les plus appropriés et universels, dans un but de comparaison entre plusieurs presses ou plusieurs matériaux. Ensuite nous exposerons nos tests de stabilité des résultats, puis les principaux résultats.

5.3.1 Du choix des paramètres pertinents

Nous avons déjà donné un avant goût de ce choix dans la partie bibliographique. Nous avons voulu établir un certain nombre de caractéristiques transposables d’un type de machine à une autre.

La vitesse de rotation de la vis sans fin pour une alimentation forcée ou le degré d’ouverture d’une trémie ne signifient pas grand chose dans l’absolu si on ne connaît pas les dimensions et performance de l’alimentation. De la même manière, une vitesse de rotation des rouleaux n’indique rien à qui ne connaît pas leur diamètre. C’est ainsi que le coefficient de travail introduit par Goidin-Jérôme et al. (1992) n’a pas à notre avis un caractère assez absolu pour être utilisé. De la même manière, un effort ou un couple sans données sur la largeur des rouleaux n’a pas vraiment de sens pour une transposition d’une presse

vers une autre. Aussi avons nous choisi trois paramètres d'entrée plus universels :

1. Pour caractériser l'alimentation, nous utiliserons le débit massique. Ce débit, mesuré en cours d'essai, peut apparaître comme une donnée de sortie du procédé ; mais il n'en est rien : grace aux plaques de confinement, toute la poudre délivrée par la vis sans fin est récupérée en aval des rouleaux : le débit massique mesuré est donc bien le débit massique d'alimentation en poudre. Lorsqu'on change de presse, il suffit de mesurer l'évolution du débit délivré par la vis en fonction de sa vitesse de rotation et de celle des rouleaux comme l'a fait Simon (2000) dans sa thèse.
2. Pour caractériser l'entraînement de la poudre par les rouleaux, nous considérerons non pas la vitesse de rotation des rouleaux, mais la vitesse périphérique à la surface des rouleaux, qui prend en compte leur diamètre.
3. Pour caractériser la compaction, nous préférons l'effort spécifique, qui est l'effort par unité de largeur des rouleaux, plutôt que l'effort seul.

Les trois paramètres d'entrée étudiés a priori seront par la suite réduit à deux : en effet nous avons pu confirmer les dires de certains auteurs, à savoir que le paramètre déterminant n'est pas la seule vitesse d'alimentation ou celle des rouleaux, mais le rapport des deux. Toujours avec l'idée d'universalité des paramètres, nous avons donc utilisé le rapport de prédensification R , qui représente en fait le "conflit" entre l'alimentation qui impose un débit massique et l'action des rouleaux qui peuvent refouler ou entraîner la poudre selon les cas. Ainsi le produit de la vitesse périphérique des rouleaux par leur largeur représente un flux volumique engendré par les rouleaux et le débit massique le flux de matière imposé :

$$R = \frac{Q_m}{V_r \cdot L} \quad (5.12)$$

Les paramètres instrumentaux (dépendants des paramètres d'entrée) que nous mesurons sont le couple, l'entrefer et le profil de pression, mais pour les mêmes raisons que précédemment, nous préférons le couple spécifique, qui est le couple d'entraînement par unité de largeur, au simple couple.

La figure 5.15 expose les variables que nous allons utiliser par la suite.

5.3.2 Capacité de la vis sans fin

Nous avons mesuré la capacité, c'est-à-dire le débit massique Q_m de la vis sans fin, sans la coupler aux rouleaux, et couplée aux rouleaux. La figure 5.16 présente les résultats obtenus.

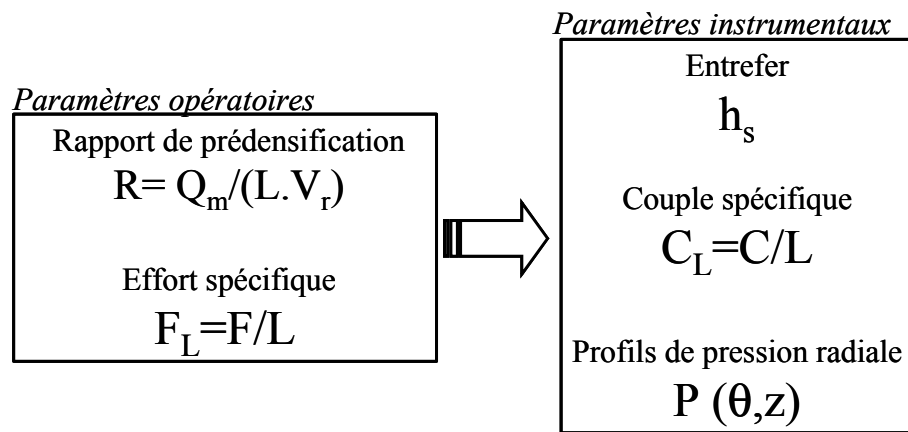


FIG. 5.15 – Les variables d’entrée (opératoires) et de sortie (instrumentales) du procédé que nous utilisons au cours de nos essais et analyses

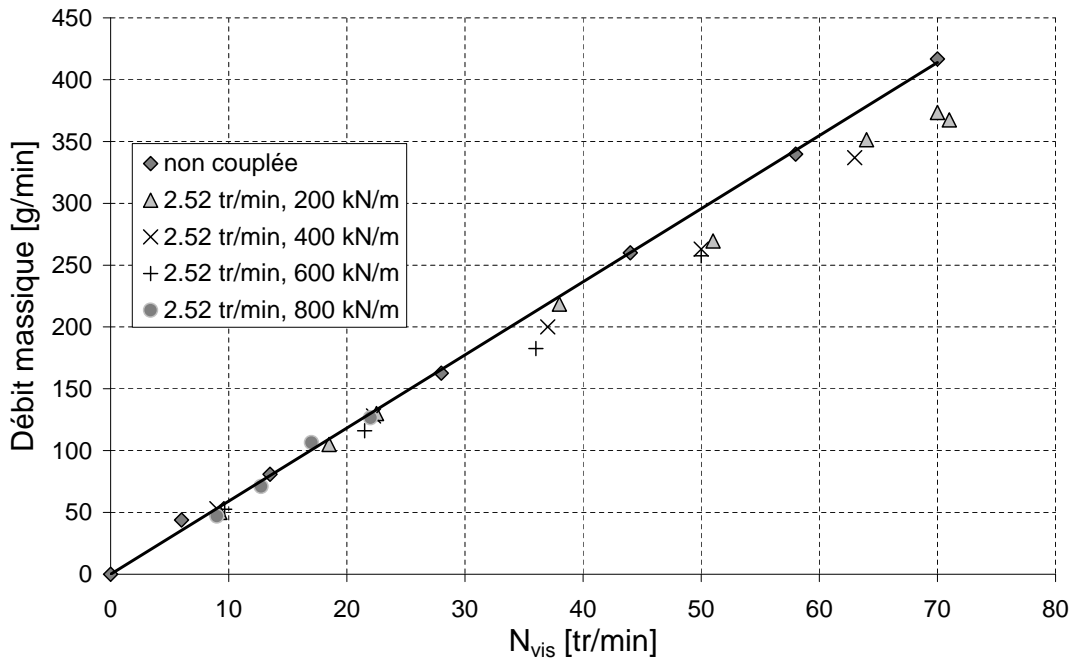


FIG. 5.16 – Mesure du débit massique délivré par la vis sans fin non couplée aux rouleaux, et couplée aux rouleaux tournant à basse vitesse (2.52 tr/min) pour plusieurs efforts sur les rouleaux, en fonction de la vitesse de rotation de la vis

Nous remarquons, à l’instar de Simon (2000) que la capacité de la vis sans fin diminue lorsqu’on la couple aux rouleaux. Nous attribuons ce phénomène aux changements opérés au niveau des frottements de la poudre sur l’hélice de la vis. Par contre, lorsqu’on fait varier l’effort sur les rouleaux, la capacité reste la même pour une même vitesse de rotation de la vis.

La capacité de la vis sans fin dépend aussi de la hauteur du lit de poudre dans la trémie

(Figure 5.17). Ceci peut s'expliquer par la théorie de Jansen : au dessus d'une hauteur limite, la pression exercée par le lit de poudre est constante du fait des frottements à la paroi des rouleaux. Il faut donc lors de nos essais porter une attention toute particulière pour garder la hauteur du lit de poudre au dessus de 400 mm.

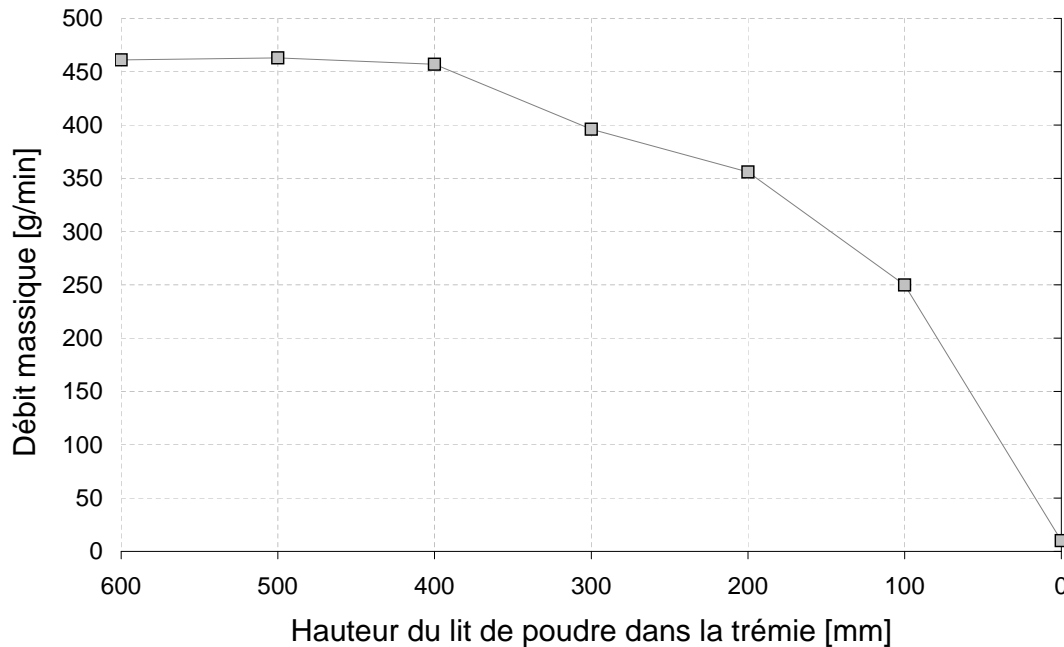


FIG. 5.17 – Evolution de la capacité maximum de la vis non couplée aux rouleaux, en fonction de la hauteur de poudre dans la trémie.

5.3.3 Stabilité de l'effort exercé par la presse

La figure 5.18 présente une mesure de l'effort sur une grande durée, au cours d'un essai de compaction.

Nous observons que l'effort délivré par la presse ne correspond pas exactement à l'effort demandé (20.7 kN effectifs pour 20 kN demandés). Cette tendance est générale, quelque soit l'effort demandé : l'effort effectif est supérieur de 4% par rapport à l'effort demandé. Il faudra donc considérer l'effort effectivement appliqué (c'est-à-dire l'effort mesuré) lors de la compaction plutôt que la consigne. A cet effort mesuré, il faut ajouter le poids du rouleau mobile et de son support (d'une masse de 250 kg, ce qui fait un poids de 2.45 kN environ) pour obtenir l'effort réel appliqué par le rouleau supérieur sur la poudre.

Nous observons de plus sur la figure 5.18 des oscillations de la presse dues à la rigidité du montage et à la réactivité de la presse. Ces fluctuations sont de l'ordre de 4 à 5% dans le cas présenté, et tendent à diminuer lorsqu'on augmente l'effort.

Nous observons enfin une légère décroissance de l'effort exercé avec le temps. Cette décroissance est négligeable sur le temps d'un essai (15 à 30 minutes).

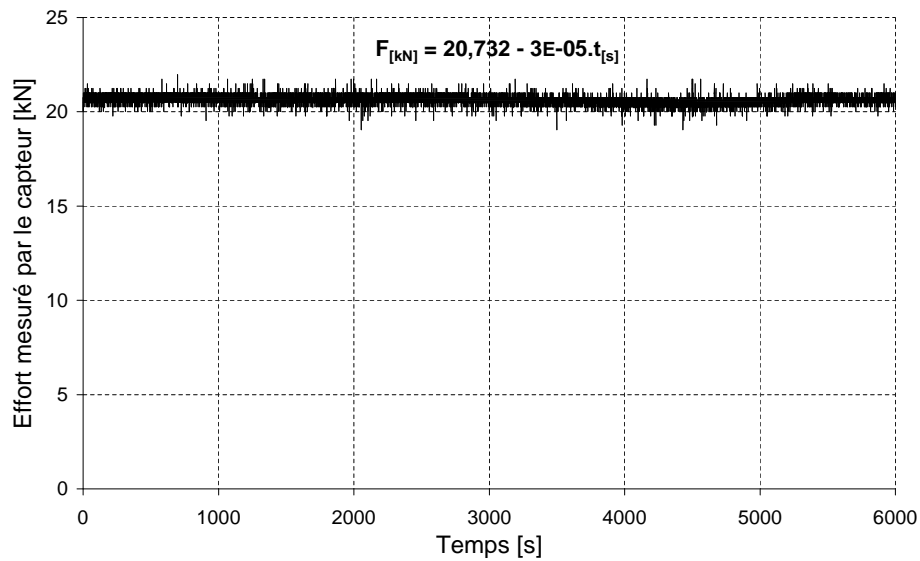


FIG. 5.18 – Mesure de l’effort effectif exercé par la presse hydraulique sur le rouleau mobile, pour une commande d’effort de 20 kN

5.3.4 Défauts sur les rouleaux

Les variations d’entrefer, de couple et d’effort au cours des essais pourraient provenir d’un défaut sur les rouleaux. Nous avons donc estimé le défaut de circularité ou de coaxialité des rouleaux en mesurant simplement les variations de l’entrefer mesuré rouleau contre rouleau au cours d’une rotation (Figure 5.19).

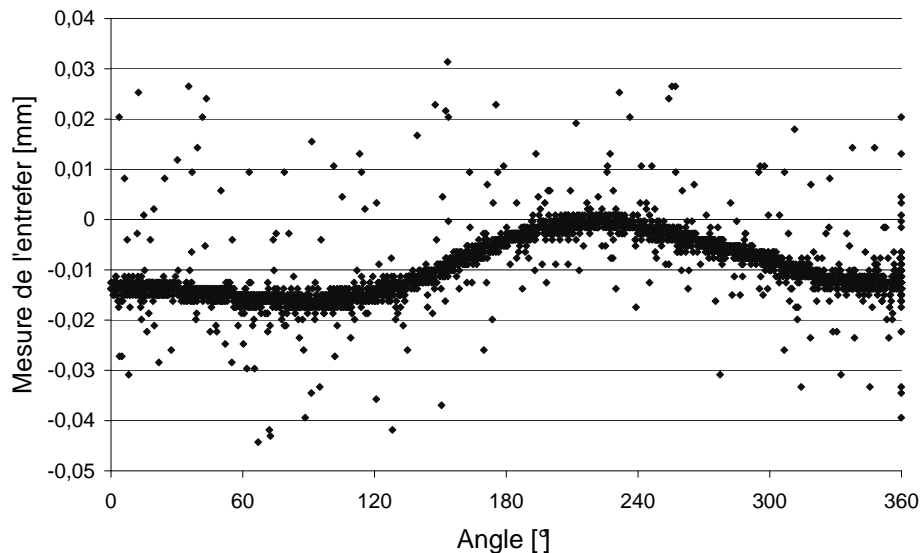


FIG. 5.19 – Mesure de l’entrefer sur un tour de rouleaux, à vide

Nous pouvons constater que la somme des défauts de circularité et de coaxialité des deux rouleaux n’excède pas deux centièmes de millimètre, ce qui est largement négligeable

vis-à-vis des variations que nous présentons un peu plus loin.

5.3.5 Stabilité de l'entraînement des rouleaux

La figure 5.20 présente une mesure de l'angle sur un tour de rouleau, au cours d'un essai de compaction dont la vitesse commandée était 5 tr.min^{-1} . Nous avons effectué

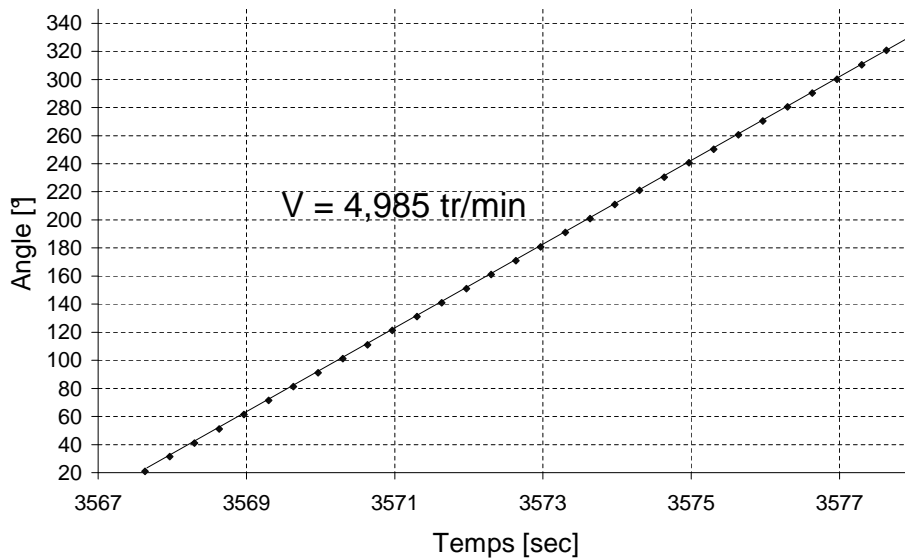


FIG. 5.20 – Mesure de l'angle et de stabilité de la vitesse de rotation des rouleaux

ce genre de mesures sur plusieurs tours et notamment en comparant la vitesse mesurée à vide et en cours de compaction. La vitesse mesurée est comprise entre 4.985 et $4.998 \text{ tr.min}^{-1}$, ce qui représente une erreur de moins de 0.3% . Nous avons reproduit le même genre d'essais à 20 tr.min^{-1} et $2,52 \text{ tr.min}^{-1}$ et avons obtenus les mêmes résultats. Par contre, en dessous de 2 tr.min^{-1} , des fluctuations apparaissent et le moteur a tendance à se bloquer. Enfin, lorsque la presse est suralimentée en poudre, le moteur assure la vitesse de consigne demandée, puis se bloque brutalement lorsqu'un bouchon de poudre se forme. Nous allons d'ailleurs maintenant nous intéresser aux différents modes de fonctionnement de la presse, en fonction de l'effort exercé et du coefficient de prédensification R .

5.4 Détermination de la zone de bon fonctionnement de la presse

Avant tout, il nous faut ici parler de la difficulté rencontrée pour établir un régime permanent de compaction. En effet, il faut toujours plusieurs tours de rouleaux avant que l'on ne voie s'instaurer un état stationnaire. La figure 5.21 le montre.

Vinogradov (2002), dans son recensement des différents angles caractéristiques de la zone inter-rouleaux, introduit l'angle φ , angle que doit parcourir le rouleau avant la mise en place d'un régime stationnaire. Au vu de nos résultats, cet angle est justifié et sera pour

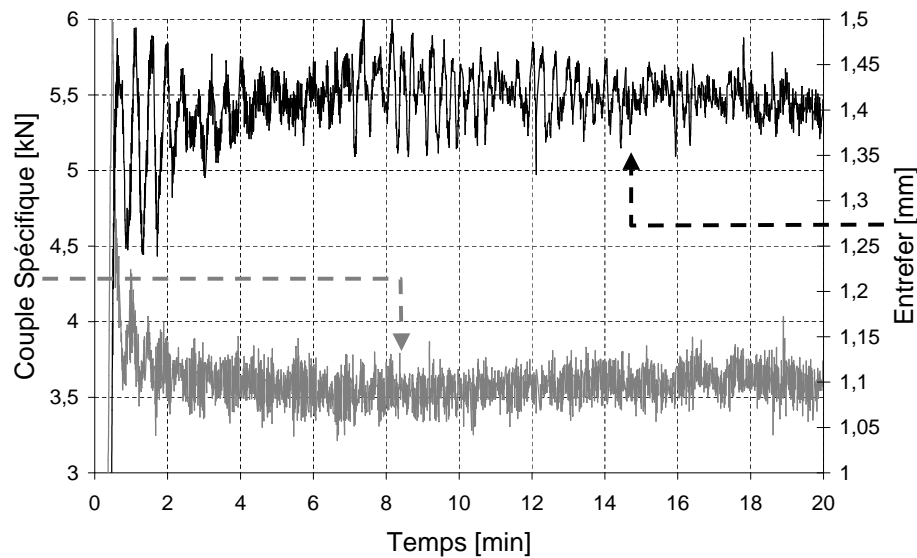


FIG. 5.21 – Visualisation de la mise en place d’un régime permanent de compaction, matérialisée par l’évolution dans le temps de l’entrefer (courbe noire) et du couple (courbe grise) spécifique pour des paramètres opératoires constants (ici $F_L=20,7 \text{ kN.m}^{-1}$, $R=64 \text{ g.m}^{-2}$). Nous voyons que pendant deux minutes après la mise en rotation de la vis, un régime semble s’installer : l’entrefer oscille autour d’une même valeur et le couple spécifique, après avoir connu un pic à 6 kN en début d’essai, redescend à une valeur proche de 3,5 kN. Mais ensuite l’entrefer tend à croître de nouveau vers une autre valeur tandis que le couple continue à diminuer. Au final, le système se stabilise seize à vingt minutes après le début de la mise en rotation de la vis sans fin.

notre montage et avec le produit étudié équivalent à environ 80 tours de rouleaux, soit $\varphi = 160\pi$. Ceci correspond probablement à la mise en place d’un régime stationnaire de l’échauffement des rouleaux du à la compression. On observe effectivement lors des essais une montée en température et une stabilisation autour de 45°C de cette température au bout de plusieurs minutes.

Il faut donc au cours de nos essais attendre que les rouleaux aient effectué 80 rotations avant de lancer l’acquisition des données si nous voulons pouvoir apporter des conclusions tangibles.

Les premières observations que nous avons réalisées ont porté sur la recherche des zones de fonctionnement de notre presse à rouleaux, pour notre produit. Rappelons ici les trois zones énoncées dans la littérature :

- La zone de sous-alimentation, qui correspond à un débit trop faible de la poudre par rapport à l’entraînement de la poudre entre les rouleaux.
- La zone de sur-alimentation, qui correspond à un débit trop élevé : les rouleaux barrent le trajet de la poudre et le système finit par se bloquer
- La zone de bon fonctionnement, pour laquelle on observe la formation de plaquettes cohésives, assez homogènes. Nous verrons plus loin qu’il est possible d’affiner la connaissance de cette zone en délimitant une zone optimale de compaction, pour

laquelle les plaquettes ont une densité, une cohésion et surtout une homogénéité acceptables.

Ces différentes zones de fonctionnement de la presse dépendent du produit *et* de la presse utilisée. En effet, on imagine bien que lorsque le frottement grains/paroi est plus important, la poudre est mieux entraînée par les rouleaux, ce qui réduit la prédensification de la poudre, et de ce fait élargit la zone de sous-alimentation. De la même manière, le frottement étant plus grand, une diminution de la vitesse des rouleaux a pour conséquence une augmentation du freinage de la poudre, qui sera d'autant plus fort que le frottement sera grand. La zone de bon fonctionnement sera donc beaucoup moins large avec des rouleaux rugueux, corrugués ou cannelés qu'avec des rouleaux lisses. Le premier critère de détermination de cette zone de bon-fonctionnement est qualitatif, et découle de la simple observation de l'état des plaquettes.

5.4.1 État de cohésion apparent des plaquettes

Rappelons-nous les nombreux types de plaquettes observées par Dec (1995) : (a) plaquette de bonne qualité, (b) poudre non compactée, (c) cassure des plaquettes en 'allumettes' dans le sens transversal, (d) pas de compaction sur les bords, (e) rupture longitudinale au centre de la plaque, (f) dédoublement de la plaque : rupture dans l'épaisseur, (g) distribution non uniforme suivant la largeur, (h) Distribution non uniforme dans le sens d'avance de la plaquette. Au cours de nos essais, seules quatre grandes familles distinctives de plaquettes ont été observées :

1. Les plaquettes sont jolies au regard, mais non cohésives : type (b). Nous observons ce genre de plaquettes lorsque l'effort spécifique de la presse est faible (inférieur à 420 kN.m^{-1}) : c'est une zone de sous-compaction
2. Les plaquettes se présentent sous la forme de confettis peu cohésifs : on ne peut pas parler de compaction. Le type observé est (b) : c'est une zone de sous-alimentation.
3. Les plaquettes formées ont une forme d'arête de poisson et sont cohésives. Cette géométrie de plaquette n'est pas problématique dans un but de compaction/granulation, pourvu que les plaquettes soient cohésives. Même si ces plaquettes peuvent être classées dans le type (g), elles sont supposées de bonne qualité au regard de la compaction/granulation : nous sommes dans la zone de bon fonctionnement.
4. Des allumettes sont formées : type (c). La zone de formation de ce type de compacts marque la fin de la zone de bon fonctionnement, et aboutit après quelques secondes d'instabilité au blocage du système.

Partant de ces considérations qualitatives, nous pouvons délimiter la zone de bon fonctionnement dans le diagramme (R, F_L) , c'est-à-dire Coefficient de prédensification/ Effort spécifique (Figure 5.22).

Nous nous sommes rendus compte au cours des essais que ces différentes zones correspondaient à des zones de plus ou moins grande stabilité sur les mesures de l'entrefer ou du couple. Partant de ce constat, nous allons donc tenter de trouver un critère plus qualitatif de mise en place du régime de bon fonctionnement.

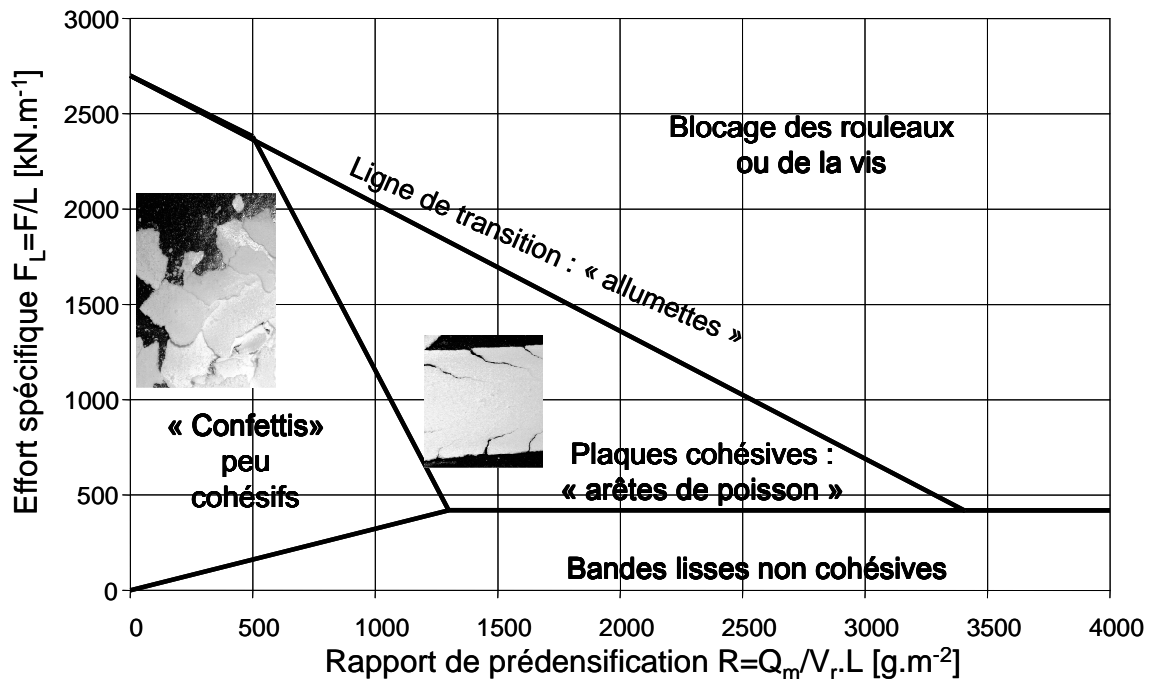


FIG. 5.22 – Établissement qualitatif des différentes zones de fonctionnement : dans la zone de sous-compaction, les compacts se présentent sous forme de plaquettes lisses et bien formées mais non cohésives ; dans la zone de sous-alimentation la poudre forme des confettis peu cohésifs ; dans la zone de suralimentation, des allumettes apparaissent puis le moteur se bloque ; entre ces trois zones se trouve la zone de bon fonctionnement, dans laquelle les plaquettes ont une forme en "arête de poisson", mais sont cohésives.

5.4.2 Stabilité du couple et de l'entrefer dans les différentes zones

La figure 5.23 montre les instabilités du couple spécifique et de l'entrefer en fonction du coefficient de prédensification (R) pour une valeur de l'effort spécifique constante, égale à 610 kN/m .

Ces courbes montrent que la stabilité des mesures effectuées et le régime de fonctionnement de la presse à rouleaux sont relativement liés :

1. Dans la zone de sous-alimentation ($R < 1200 \text{ g/m}^2$), la poudre est directement entraînée par les rouleaux, sans avoir le temps de s'accumuler en amont des rouleaux : la vis laisse çà et là une pile de poudre qui s'engouffre entre les rouleaux en créant une hausse puis une baisse brutale de l'entrefer ou du couple spécifique d'entraînement. Cette pile de poudre s'agglomère sous la forme d'un confetti qui n'a pas été prédensifié et se retrouve donc peu cohésif.
2. Dans les zones de bon fonctionnement et de sous-compaction, la poudre s'accumule en amont des rouleaux. L'entrefer est alors alimenté en poudre en permanence et varie beaucoup moins, de même que le couple spécifique. Le rapport R , l'aptitude à la compaction de la poudre, ainsi que le coefficient de frottement du lit de poudre à la paroi vont imposer des valeurs de l'entrefer et du couple qui seront à peu près

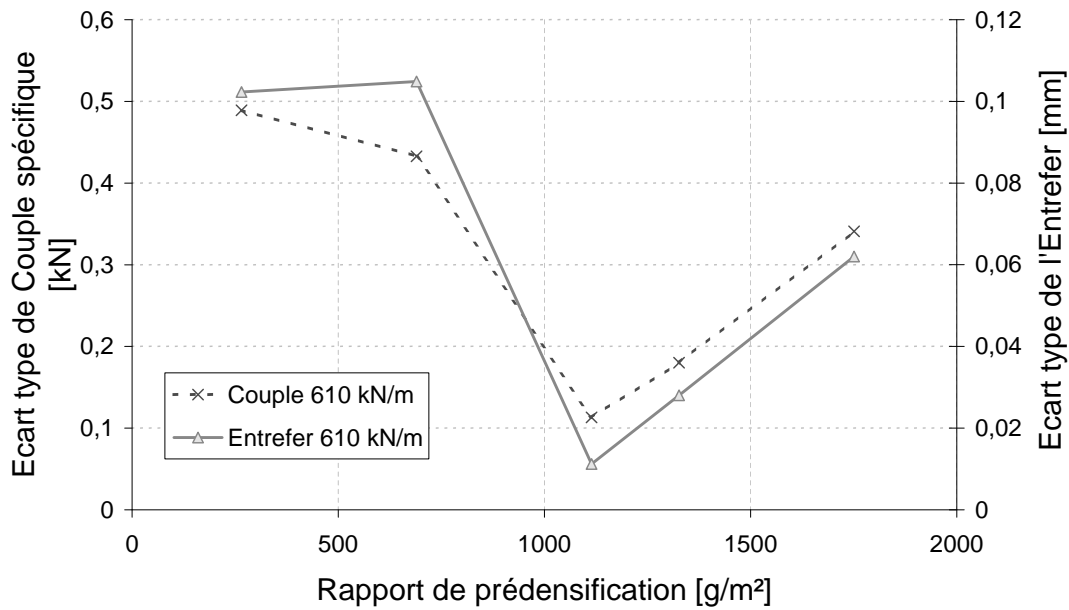


FIG. 5.23 – Etude de stabilité de l’entrefer et du couple pour plusieurs rapports de prédensification : nous pouvons observer que dans les basses valeurs de R , l’entrefer varie énormément, alors qu’ensuite une certaine stabilité des mesures apparaît, puis laisse de nouveau place à de fortes variations.

constantes. Néanmoins, dans la zone de bon fonctionnement, une augmentation de la prédensification entraîne une augmentation des variations.

3. Dans la zone de sur-alimentation, le coefficient de prédensification est tel que la poudre est trop fortement compactée et la limite à la rupture en traction de la poudre densifiée est atteinte. La plaquette en cours de formation se rompt suivant la largeur et crée une chute brutale de l’entrefer. La poudre accumulée en amont des rouleaux s’engouffre de nouveau et le processus se répète. Ainsi on observe au cours de l’essai de fortes vibrations, qui se traduisent chaque fois par un bruit assourdissant des rouleaux et de la presse. Au delà du rapport de précompaction pour lequel un tel phénomène est observé (env. $3000 g/m^2$ pour un effort spécifique de $610 kN/m$), l’alimentation devient trop abondante par rapport à ce que les rouleaux sont capables d’engloutir. la poudre s’accumule, forme un bouchon, le couple et l’entrefer augmentent de manière dramatique, et le moteur des rouleaux, celui de la vis ou les deux à la fois finissent par se bloquer.

Les mêmes phénomènes sont observés pour tous les efforts spécifiques entre l’effort critique de non compaction (ici $420 kN.m^{-1}$) et l’effort maximal admissible (ici $2700 kN.m^{-1}$), au dessus duquel il n’est pas possible de compacter avec cette poudre et ce montage. Car ne perdons pas de l’esprit qu’en plus du rapport de précompaction, l’effort exercé par les rouleaux sur le lit de poudre joue un rôle très important : c’est lui qui permet de réaliser effectivement la compaction, en limitant la valeur de l’entrefer et donc la fenêtre de passage de la poudre. C’est ainsi que pour un même rapport de précompaction, la poudre aura subi une compaction plus grande avec un effort spécifique plus grand : le

procédé aura une meilleure efficacité au sens où l'entendent Katrus & Radchenko (1983). Ils définissent l'indice de performance C_g du compactage en fonction de la densité initiale ρ_i du lit de poudre, de la densité finale ρ_s et de l'épaisseur finale du compact h_s :

$$C_g = \frac{\rho_s h_s}{\rho_i D} \quad (5.13)$$

Fort des résultats sur le couple spécifique et l'entrefer, nous avons essayé d'échafauder un critère quantitatif de bon fonctionnement du processus de compaction. La figure 5.24 donne le taux de variation du couple et de l'entrefer en fonction du rapport R pour plusieurs efforts spécifiques de la presse. Ce taux sera appelé $\Upsilon_{\%}$:

$$\Upsilon_{h_o\%} = \frac{\varsigma(h_o)}{h_o} .100 \quad (5.14)$$

$$\Upsilon_{C_L\%} = \frac{\varsigma(C_L)}{C_L} .100 \quad (5.15)$$

où ς est l'écart type calculé sur tout le temps d'acquisition des données. Nous avons préféré l'écart type à la simple différence entre les valeurs maximale et minimale car il évite de donner trop d'importance à certains points mesurés aberrants, relatifs à des instabilités marginales.

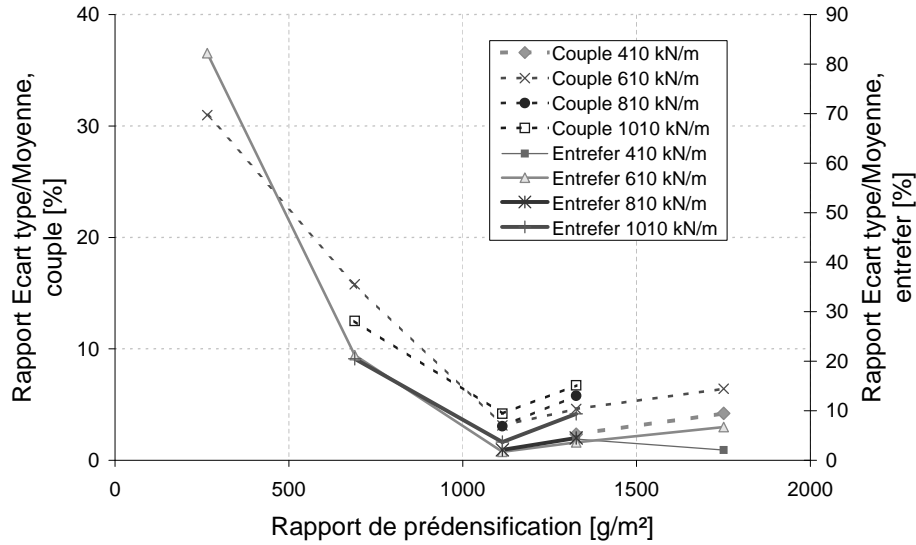


FIG. 5.24 – Evolution de la stabilité du couple et de l'entrefer en fonction du coefficient de prédensification R et pour plusieurs Efforts spécifiques F_L

Ainsi, pour le produit étudié et avec notre type de presse, lorsque nous nous trouvons dans la zone de bon fonctionnement, le critère $\Upsilon_{\%}$ est inférieur à 10% pour le couple et l'entrefer. Ces considérations nous apportent peu de données pour la détermination de la zone de bon fonctionnement, mais nous indiquent tout de même que dans cette zone de

bonne alimentation, la poudre subira des chargements de stabilité différente suivant l'endroit où l'on se place dans cette zone. Ceci pourrait avoir une influence sur l'homogénéité dans le temps des compacts produits.

5.5 Résultats obtenus sur le couple spécifique et l'entrefer

Nous allons ici présenter les résultats obtenus au cours de notre campagne d'essais sur notre produit, pour le couple spécifique et l'entrefer, en faisant varier les deux paramètres opératoires : le coefficient de prédensification et l'effort spécifique. En effet, nous le montrerons sur les profils de pression, mais les résultats sont les mêmes sur le couple et l'entrefer : lorsqu'on augmente avec le même rapport de proportionnalité la vitesse de rotation des rouleaux et le débit massique de la vis sans fin, les résultats sur l'entrefer, le couple et l'allure des profils de pression sont identiques. Les deux paramètres opératoires que sont la vitesse des rouleaux et le débit de la vis peuvent donc être regroupés dans le seul coefficient de prédensification.

La figure 5.25 nous montre les résultats obtenus pour le couple spécifique.

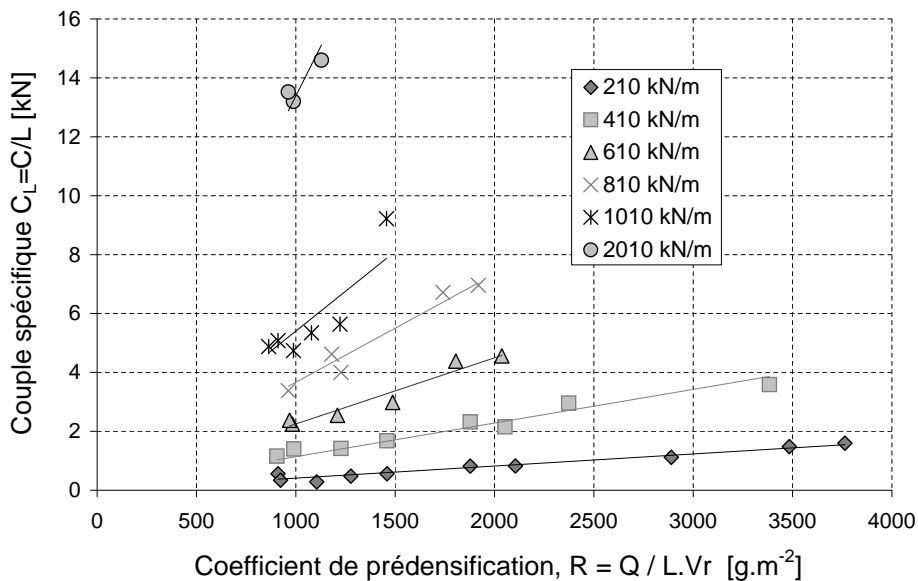


FIG. 5.25 – Evolution du couple spécifique en fonction du coefficient de prédensification R et pour plusieurs Efforts spécifiques F_L

Nous voyons sur cette figure que le couple varie non seulement avec l'effort, mais aussi avec le coefficient de prédensification. Ceci peut paraître étonnant de prime abord si on se fie globalement à la loi de Coulomb. En effet, d'un point de vue global, la loi de Coulomb nous dit que la contrainte tangentielle, et par conséquent le couple d'entraînement des rouleaux, sont proportionnels à la pression radiale, que l'on peut assimiler à l'effort

spécifique. Ainsi les résultats peuvent paraître étonnants. Mais il faut approfondir un peu plus le raisonnement : d'une part le coefficient de frottement de la poudre à la paroi, nous l'avons vu, est variable en fonction de l'état de compaction subi par la poudre ; d'autre part, la poudre à partir de l'angle neutre glisse plus vite que les rouleaux, et moins rapidement avant l'angle neutre. Ainsi en amont de l'angle neutre, la poudre va avoir tendance à freiner les rouleaux, et une fois passé l'angle neutre, elle les entraînera. Un changement de position de l'angle neutre ou de l'évolution du profil de pression aura donc pour conséquence de modifier le comportement du lit de poudre à la paroi et donc le couple nécessaire à l'entraînement des rouleaux. Nous vérifierons ce phénomène par l'analyse des profils de pression et de leur évolution en fonction des paramètres opératoires. Mais penchons nous maintenant sur l'entrefer qui, nous l'avons vu, évolue de manière assez semblable au couple.

La figure 5.26 montre l'évolution de l'entrefer en fonction du coefficient de prédensification pour plusieurs efforts spécifiques.

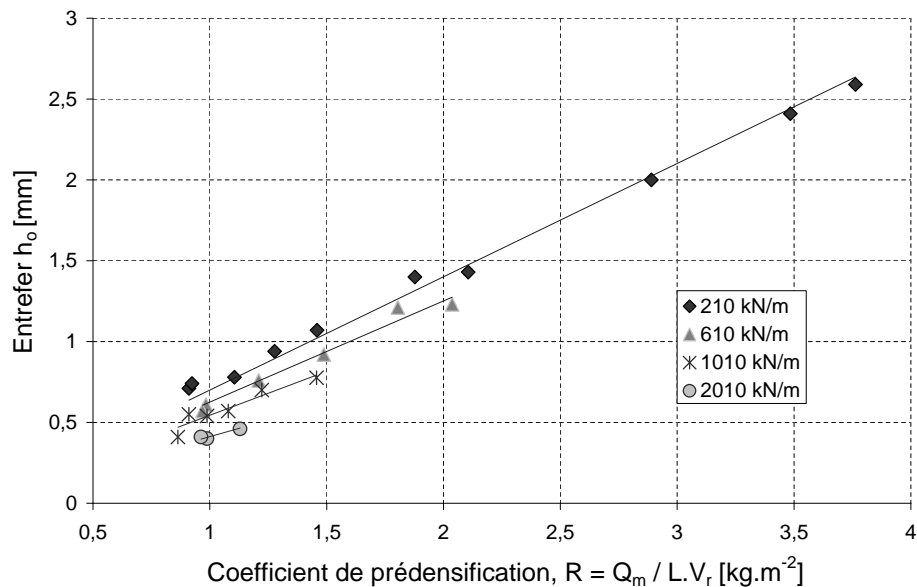


FIG. 5.26 – Evolution de l'entrefer en fonction du coefficient de prédensification R et pour plusieurs Efforts spécifiques F_L

Nous observons que l'entrefer lui aussi évolue proportionnellement au coefficient de prédensification, et qu'il diminue avec l'effort spécifique. Nous verrons dans le chapitre concernant les plaquettes comment il est possible de retrouver la vitesse de la poudre à l'entrefer et à l'angle de relaxation grâce aux valeurs de l'entrefer, de l'épaisseur et de la densité des plaquettes produites.

5.6 Pressions mesurées dans la zone inter-rouleaux

Lors de nos essais, nous avons donc mesuré la pression en trois points sur les rouleaux. La figure 5.27 montre les résultats obtenus lors d'un essai. Nous pouvons voir que le nombre de points est suffisant pour avoir une bonne idée de l'allure des profils : comme il est montré dans la littérature, ces profils sont légèrement décalés en amont de l'entrefer.

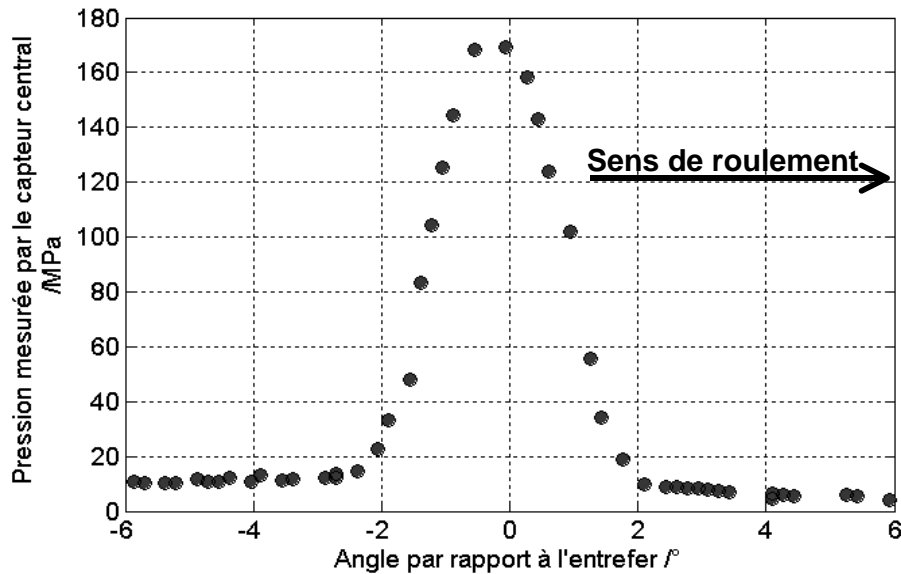


FIG. 5.27 – Profil de pression type mesuré par nos capteurs.

Nous l'avons dit, les trois capteurs de mesure sur les rouleaux ne sont pas alignés. Nous avons donc observé les profils délivrés par chaque capteur en fonction de l'angle et leurs variations dans le temps : l'idée est de valider le fait que lorsqu'on atteint un régime permanent, les pressions varient peu, grâce à la pièce que nous avons placée entre la vis et les rouleaux. L'expérience a montré qu'effectivement les pics de pression subissaient une variation inférieure à 5%. La figure 5.28 nous montre les courbes obtenues pour un rapport de prédensification de 1000 g/m^2 et un effort spécifique de 410 kN/m , pour plusieurs tours de rouleaux consécutifs.

L'objectif de notre travail est d'établir une carte en trois dimensions de la pression subie. Nous avons donc cherché à représenter nos profils en lissant les points obtenus pour chaque capteur par des courbes de type "Johanson" à l'aide du logiciel Matlab. Ensuite, partant du constat que les courbes de pressions ne varient pas, nous en avons déduit que le chargement était symétrique. Ceci nous donne cinq courbes de pression différentes sur la largeur des rouleaux. Nous avons supposé que la pression au bord des rouleaux était identique à celle du capteur le plus proche du bord. Ainsi, nous avons pu lisser en trois dimensions en faisant passer une surface polynômiale par les 7 courbes obtenues. La figure 5.29 résume notre démarche.

Pour valider les valeurs des profils obtenus, nous avons calculé le volume sous les courbes de pressions. En admettant que les angles pour lesquels la pression est non nulle sont petits, nous pouvons dire que la somme des pressions normales est égale à l'effort

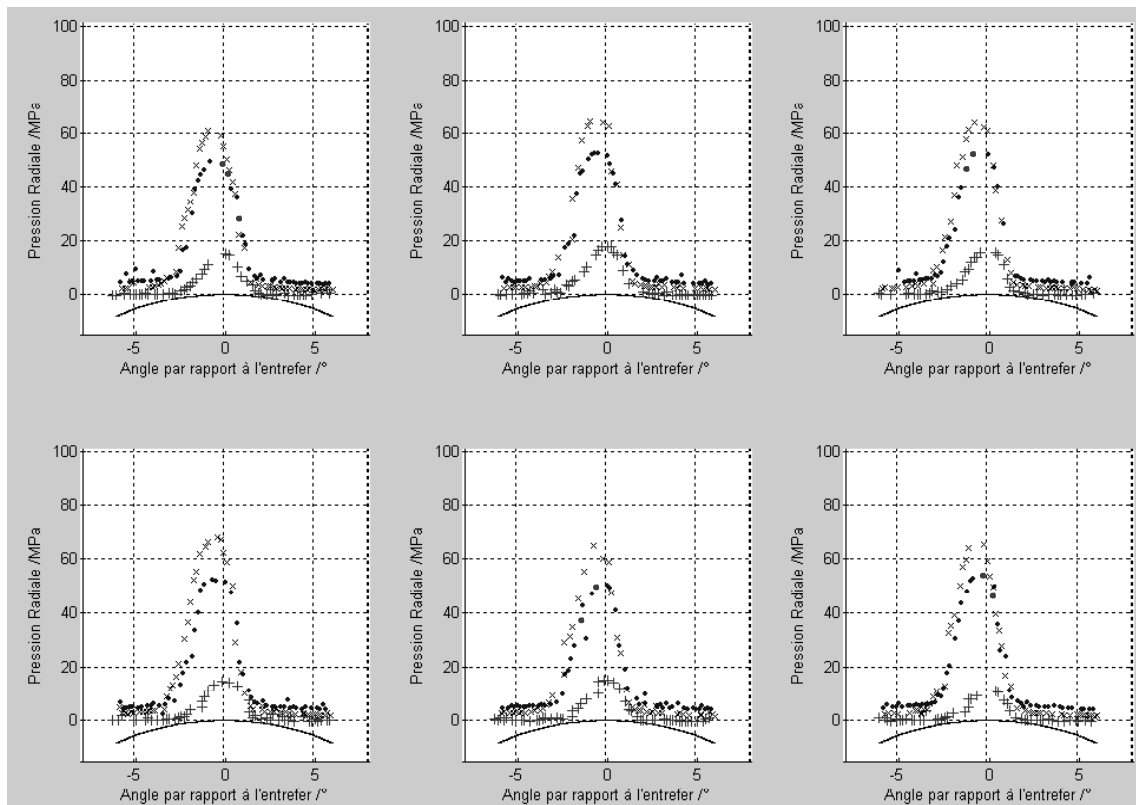


FIG. 5.28 – Courbes de pression mesurées par les trois capteurs, pour six tours de rouleaux consécutifs

appliqué sur le rouleau. Ceci signifie que le volume sous la surface doit être égal à l'effort que nous imposons. Nous avons donc calculé sous MatLab les dits volumes et avons retrouvé l'effort à 10% près, ce qui est satisfaisant compte tenu des erreurs de mesures de l'angle et de la pression, des erreurs de lissage et des hypothèses formulées (notamment que le profil au bord est le même que celui du capteur le plus proche du bord).

5.6.1 Justification de l'utilisation du coefficient de prédensification R

Depuis le début de la partie II, nous utilisons le coefficient de prédensification, que nous avons préféré au couple débit massique/vitesse des rouleaux. Nous exposons ici les courbes justifiant ce choix : lors de nos essais, nous nous sommes rendu compte que lorsque nous faisons varier la vitesse et le débit d'alimentation en gardant constant le rapport entre les deux, les profils de pression (Figure 5.30), l'entrefer (Figure 5.31) et le couple (Figure 5.32) ne variaient pas ou très peu. Il faut néanmoins nuancer un peu ce propos car : 1/La vis sans fin ne nous permet pas d'imposer des débits massiques très élevés, menant à la compression et au flux inverse de l'air dans le lit de poudre 2/Les rouleaux peuvent tourner à grandes vitesses de rotation, mais à ces vitesses la vis sans fin n'assure pas une alimentation en poudre suffisante. Ainsi on n'atteint pas de vitesse critique de

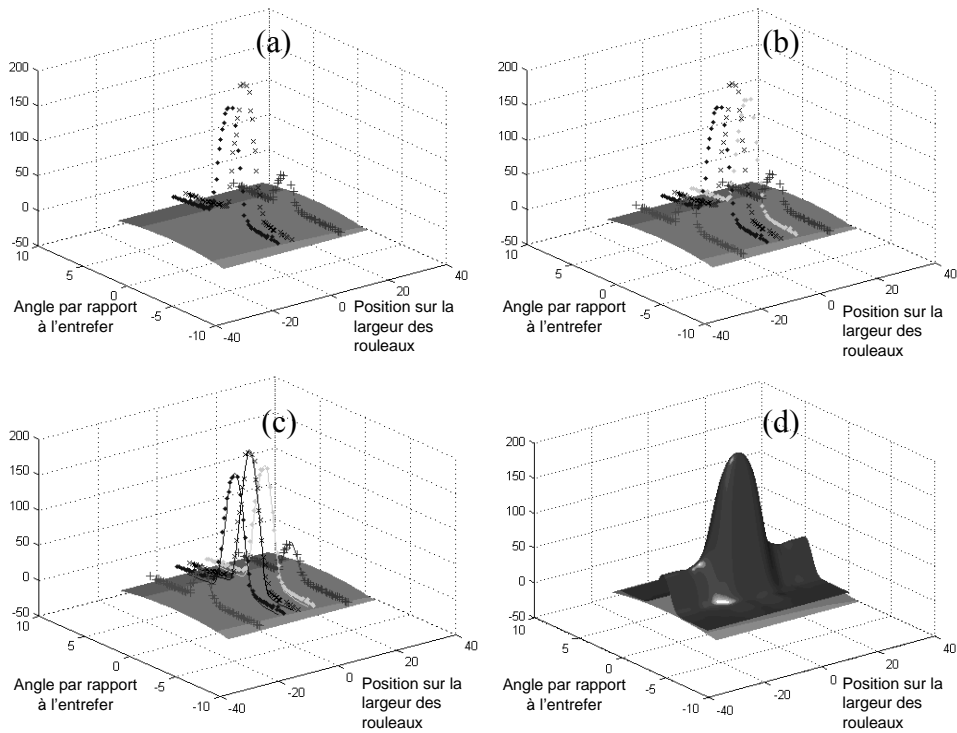


FIG. 5.29 – Démarche mise en oeuvre pour l'obtention des profils en trois dimensions : (a)points mesurés; (b)courbes symétriques; (c)courbes lissées; (d)profils lissés en trois dimensions

rotation. L'hypothèse d'une vitesse critique n'est donc pas contredite par nos mesures; mais dans la gamme étudiée, à savoir pour un débit massique variant entre 0 et 74 g/s et une vitesse de rouleaux variant entre 19 et 377 mm/s (1.5 et 30 tr/min), cette vitesse critique n'est pas atteinte et le rapport R est le paramètre opératoire à étudier.

5.6.2 Profils de pression en fonction des paramètres opératoires

Les figures 5.33 et 5.34 montrent l'évolution des profils de pression en fonction de l'effort et du coefficient de prédensification.

Comme nous pouvons le voir, les profils de pression sont de plus en plus uniformes lorsqu'on augmente l'effort spécifique et le coefficient de prédensification. N'oublions pas que l'alimentation est effectuée par une vis sans fin, de forme cylindrique et que l'entrefer est rectangulaire. Ainsi, la poudre sera véhiculée en plus grande quantité au milieu des rouleaux que sur les bords. Lorsque l'effort appliqué est faible, la poudre déposée par la vis va avoir tendance à s'accumuler au centre et à faire croître la valeur de l'entrefer. Ainsi la pression au centre sera très supérieure à celle sur les bords. Si on augmente l'effort, on diminue l'entrefer. Ainsi pour un même coefficient de prédensification mais un effort

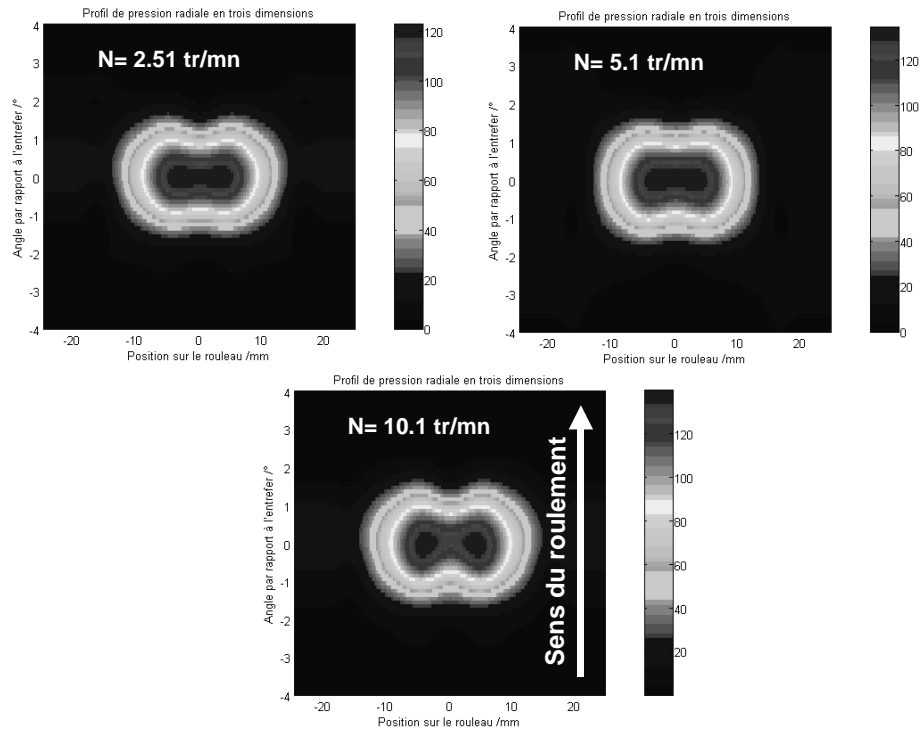


FIG. 5.30 – Courbes de pression pour trois couples vitesse de rotation/débit d'alimentation en gardant le coefficient de prédensification constant

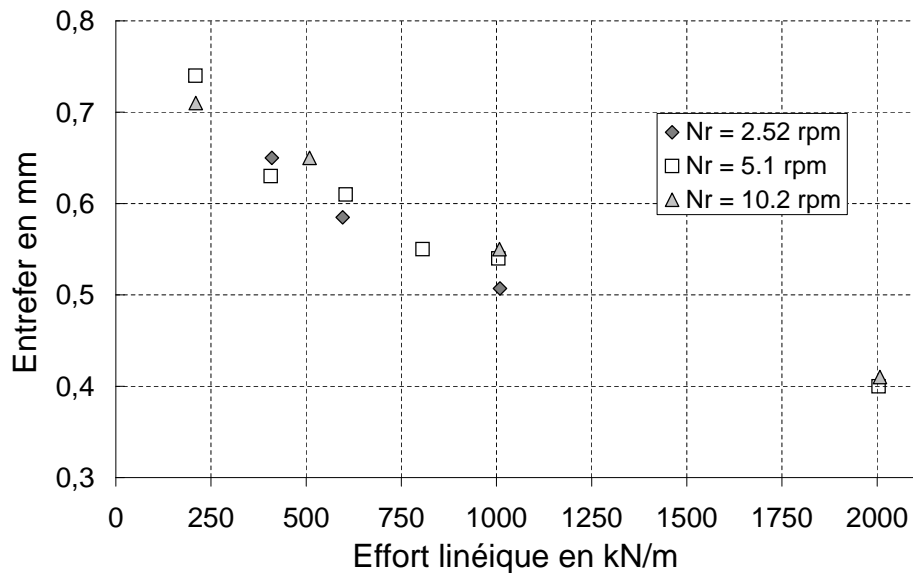


FIG. 5.31 – Evolution de l'entrefer pour trois couples vitesse de rotation/débit d'alimentation en gardant le coefficient de prédensification constant, égal à 920 g/m^2

croissant, la poudre pourra de moins en moins rester au centre et devra être redistribuée sur les bords. Ceci va dans le sens d'une homogénéisation de la densité du lit de poudre

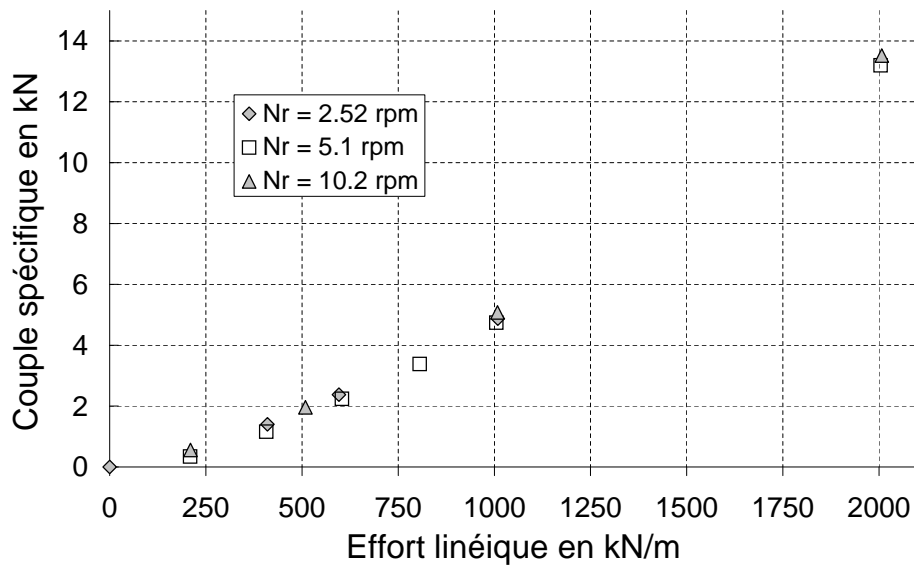


FIG. 5.32 – Evolution du couple spécifique pour trois duos vitesse de rotation/débit d'alimentation avec un coefficient de prédensification constant, égal à 920 g/m^2

et une uniformisation des profils de pression.

De la même manière, lorsque nous augmentons le débit d'alimentation en gardant une vitesse des rouleaux et un effort constants, nous accumulons plus de poudre au centre, et cette poudre est convoyée vers les bords. La figure 5.35 montre l'évolution de l'uniformité des pressions (pression maximale au centre /pression maximale au bord) en fonction de l'effort et du coefficient de prédensification.

Nous aurions donc intérêt à choisir des conditions d'effort et de coefficient de prédensification élevés, qui nous permettent d'obtenir les profils de pression les plus uniformes possibles. Mais augmenter l'effort va abaisser la valeur de l'entrefer et augmenter fortement la valeur du couple. De plus les conséquences des variations de pression pression dans l'entrefer ont peut-être des effets limités sur les plaquettes produites. Nous rechercherons dans le prochain chapitre les conséquences réelles de ces différences de pression entre le bord et le centre sur l'homogénéité de la densité et de la cohésion des compacts produits.

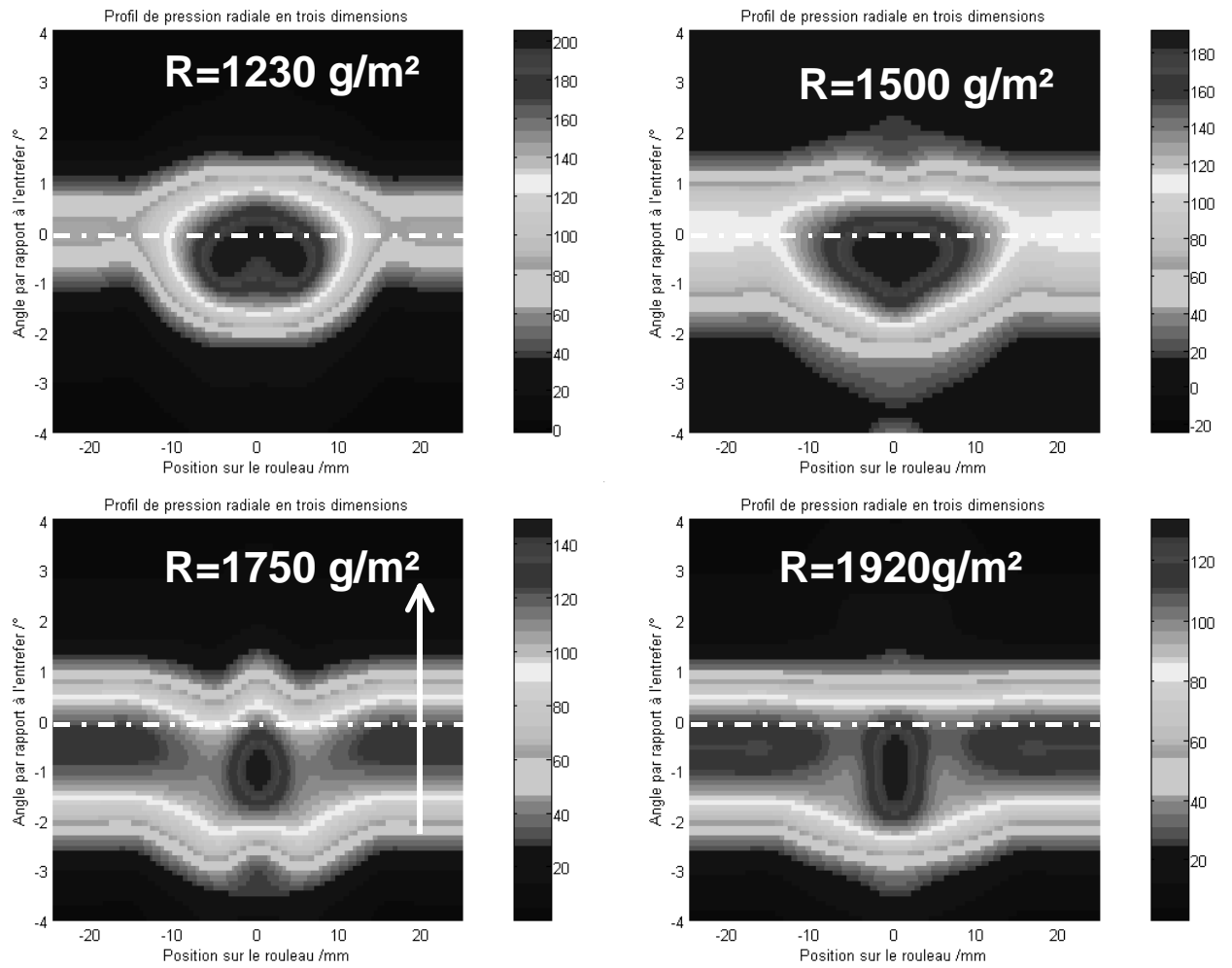


FIG. 5.33 – Evolution des profils de pression en fonction du coefficient de prédensification, $F_L=810 \text{ kN.m}^{-1}$

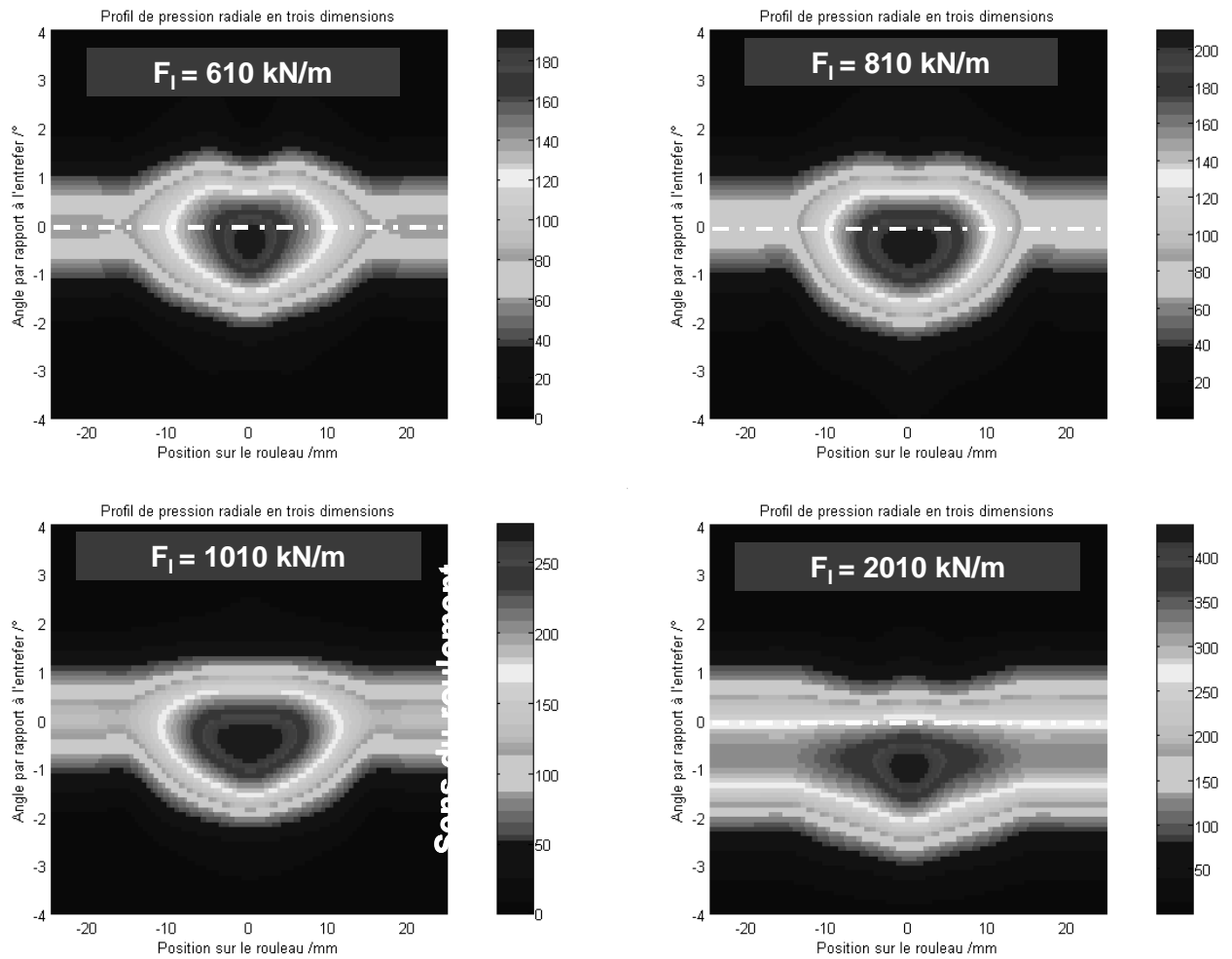


FIG. 5.34 – Evolution des profils de pression en fonction de l'effort spécifique, $R= 1250 \text{ g.m}^{-2}$

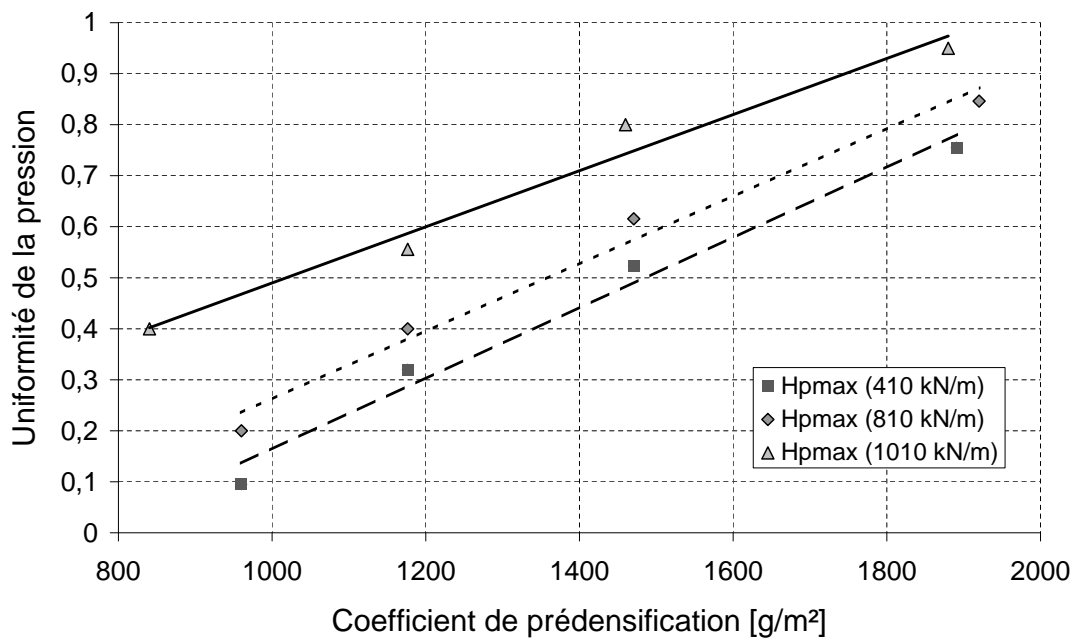


FIG. 5.35 – Evolution de l'uniformité de la pression (P_{max} au centre/ P_{max} au bord) subie sur la largeur des rouleaux

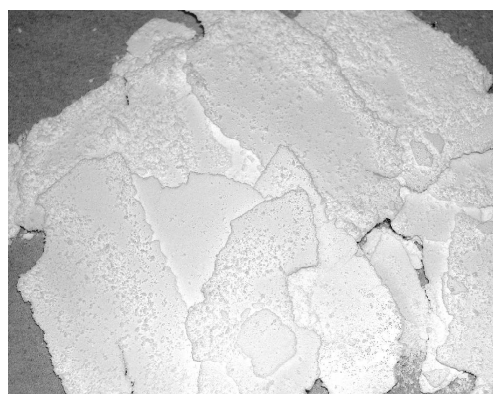
Chapitre 6

Influence des paramètres opératoires sur les compacts produits

Sommaire

6.1 Aspect des plaquettes produites	179
6.2 Épaisseur des plaquettes	179
6.3 Densité apparente des plaquettes	181
6.3.1 Glissement à la paroi	182
6.4 Etude de la cohésion des plaquettes produites : essais de poinçonnage	184
6.4.1 Présentation du montage	184
6.4.2 Résultats obtenus	185
6.4.3 Homogénéité de la résistance sur la largeur des plaquettes .	186
6.5 Porosité des plaquettes	186

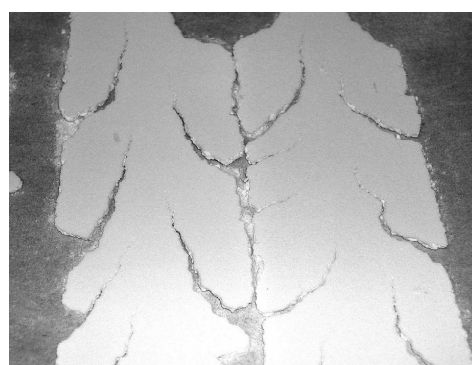
Dans ce chapitre nous commençons par visualiser la forme des plaquettes de manière qualitative. Ensuite, nous développons un moyen original d'accéder à la cohésion. Nous avons vu dans la première partie que cette caractérisation des compacts était très fastidieuse. Les moyens de caractérisation utilisés dans la littérature apparaissent trop qualitatifs (tests empruntés à la pharmacopée, étude de transmission de lumière) soit inadapté du fait de la faible cohésion des plaquettes produites (tests d'indentation, flexion trois ou quatre points). Nous avons mis au point un moyen de caractérisation locale permettant de mesurer une cohésion sur les bords ou au milieu d'une même plaquette : le poinçonnage. Ce test va aussi nous permettre d'accéder à la densité locale, en mesurant l'épaisseur des plaquettes et la masse des "confettis" produits par poinçonnage. Cette mesure sera validée et complétée par des mesures de porosimétrie par intrusion de mercure sur des échantillons prélevés sur les bords et au centre afin d'étudier les différences éventuelles au niveau de la morphologie des pores.



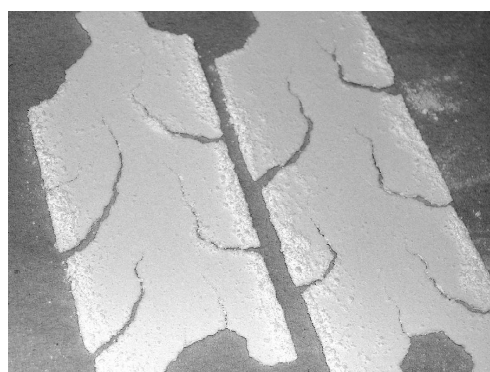
$F_1 = 210 \text{ kN/m}$, $R = 820 \text{ g/m}^2$



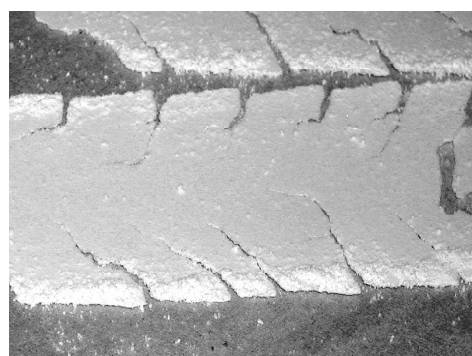
$F_1 = 410 \text{ kN/m}$, $R = 1200 \text{ g/m}^2$



$F_1 = 610 \text{ kN/m}$, $R = 1200 \text{ g/m}^2$



$F_1 = 810 \text{ kN/m}$, $R = 1200 \text{ g/m}^2$



$F_1 = 1010 \text{ kN/m}$, $R = 1200 \text{ g/m}^2$



$F_1 = 1210 \text{ kN/m}$, $R = 1200 \text{ g/m}^2$

FIG. 6.1 – Aspect des plaquettes produites pour différentes conditions opératoires. On observe des confettis pour les faibles valeurs des paramètres opératoires (en haut à gauche). Ensuite, des plaquettes cohésives sont formées, qui présentent des zébrures. Échelle : les plaquettes ont une largeur de 50 mm

6.1 Aspect des plaquettes produites

La figure 6.1 présente les photographies de plaquettes réalisées dans plusieurs conditions opératoires.

Nous pouvons observer des zébrures sur les plaquettes. Ces zébrures ne correspondent pas à une fréquence de rotation de la vis sans fin ou des rouleaux : nous voyons d'ailleurs que pour un même rapport R , la fréquence des arêtes de poisson augmente avec l'effort spécifique. De plus, plus l'effort spécifique est élevé, moins les fissures sont inclinées par rapport aux bords et moins elles sont allongées. Si on complète ces observations à l'aide des profils de pression exposés dans le chapitre précédent, nous pouvons échafauder une analyse : lorsque la prédensification ou/et l'effort spécifique sont faibles, la pression exercée au centre est beaucoup plus grande que celle exercée sur les bords. Ceci signifie qu'une plus grande quantité de poudre passe dans l'entrefer au centre que sur les bords. Or l'entrefer a la même valeur sur toute la largeur des rouleaux. Ainsi la poudre devra se relaxer davantage au centre que sur les bords, notamment dans la direction du mouvement des plaquettes. Ceci va créer une contrainte de traction dans la plaquette entre le bord et le centre, amenant à la rupture. Lorsque nous augmentons les valeurs des deux paramètres opératoires, la différence de quantité de matière passant dans l'entrefer aux bords et au centre s'atténue et la contrainte de traction est moins intense. Cependant, la relaxation du produit a lieu à la fois dans la direction du mouvement des plaquettes et dans la direction de l'épaisseur. La relaxation longitudinale (dans le sens du mouvement) va créer les zébrures, causées par la différence de relaxation entre le centre et le bord. La relaxation dans l'épaisseur va créer des craquelures transversales, car la plaquette relaxée s'appuie sur les rouleaux en aval de l'entrefer et crée de ce fait une contrainte de traction entre la plaquette formée en aval et le lit de poudre en amont de l'entrefer. Les ruptures observées sur les plaquettes sont donc le résultat de la somme de ces deux contraintes de tractions. En augmentant l'uniformité du lit de poudre en amont, le premier effet s'estompe. Par contre, la rupture transversale devient prépondérante et de plus en plus violente, jusqu'à arriver dans la zone de transition des allumettes, qui ne sont en fait qu'une succession de ruptures transversales. Enfin, la poudre en amont ne peut plus passer entièrement dans l'entrefer et un blocage a lieu.

Encore une fois, il faut noter que dans notre cas, les craquelures ou zébrures importent peu à l'utilisateur, pourvu que la densité et la cohésion des plaquettes soient uniformes et produisent des granulés de densité et de cohésion uniformes. Voyons donc l'effet de la pression subie sur la forme et la cohésion des plaquettes, ainsi que leur porosité.

6.2 Épaisseur des plaquettes

Nous avons effectué des mesures de l'épaisseur des plaquettes produites au bord et au centre à l'aide d'un micromètre. La figure 6.2 montre certains résultats obtenus.

Nous voyons sur ce graphique que d'une part l'épaisseur est sensiblement identique aux bords et au centre. Ceci conforte notre hypothèse selon laquelle les plaquettes se relaxent longitudinalement. Le fait que l'épaisseur soit constante suivant la largeur des rouleaux nous permet de supposer que la relaxation a lieu en deux phases :

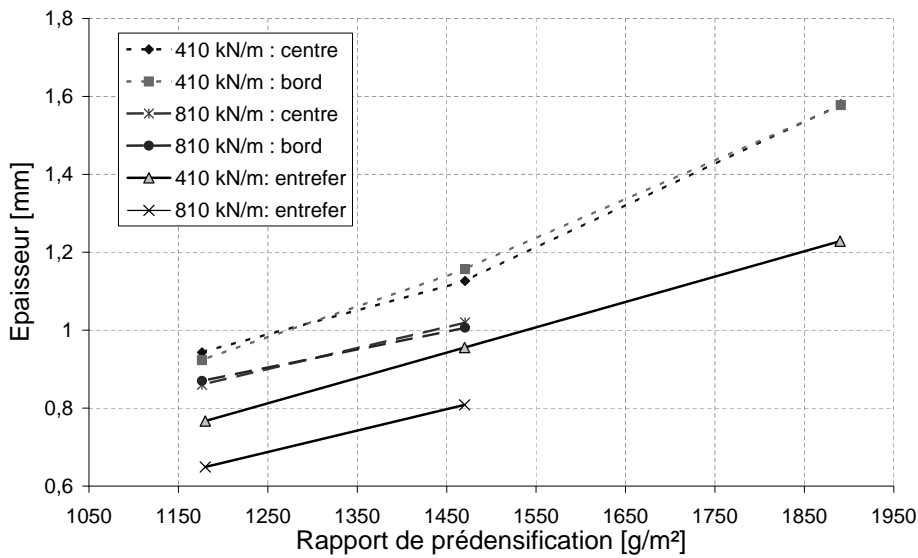


FIG. 6.2 – Épaisseur des plaquettes obtenues en fonction du coefficient de prédensification pour deux efforts spécifiques différents, confrontées à la valeur de l'entrefer

- Phase1/ La poudre se relaxe longitudinalement dans la zone séparant l'angle neutre de l'entrefer,
- Phase2/ La poudre se relaxe suivant l'épaisseur de la plaquette entre l'entrefer et l'angle de relaxation.

Ainsi à l'entrefer le débit de poudre et sa densité seraient uniformes sur la largeur des rouleaux. Nous le vérifierons plus loin. Si cette supposition est avérée, cela signifie que les plaques en sortie ont une densité uniforme, mais pas forcément un comportement homogène sur la largeur. C'est pourquoi il nous faut mesurer la résistance à la rupture en plusieurs points des plaquettes, et obtenir la courbe de distribution en taille des pores induite par ce procédé.

Ensuite, la différence entre la valeur de l'entrefer mesurée et l'épaisseur de plaquettes est assez notable. Elle représente une relaxation comprise entre 18% et 32% pour les paramètres opératoires évoqués sur le graphique ! Nous sommes loin des trois ou quatre pourcents de relaxation mesurés en matrice. A cela il peut y avoir plusieurs causes : la cinématique n'est pas la même entre l'essai en matrice et la compression en presse à rouleaux. Et même si en matrice nous extrayons les comprimés le plus vite possible, cela représente au moins une minute de temps de repos dans la matrice. Pendant ces instants, la poudre peut se relaxer différemment et surtout subir une pression radiale qui continue de la densifier, comme l'a montré Serris (2002). De plus, lors de la descente du poinçon, l'air a la possibilité et surtout le temps de s'échapper. Mais lors de la compression en presse à rouleau, même à faible vitesse, l'air est emprisonné et n'a pas le temps de s'échapper. La relaxation de la plaquette pourrait donc être due en grande partie à la détente de l'air emprisonné dans le lit de poudre.

6.3 Densité apparente des plaquettes

Lors des essais que nous exposerons plus loin, nous poinçonnons les plaquettes et obtenons de petits confettis, dont nous connaissons parfaitement le diamètre (c'est celui du poinçon) et l'épaisseur (c'est celle que nous avons mesurée précédemment). Ainsi en pesant ce petit confetti, on peut facilement déduire la densité locale apparente de la plaquette. La figure 6.3 montre l'évolution de la densité au centre de la plaquette ou sur les confettis produits lors de la compaction en fonction de l'effort pour deux vitesses de rouleaux différentes mais un même coefficient de prédensification.

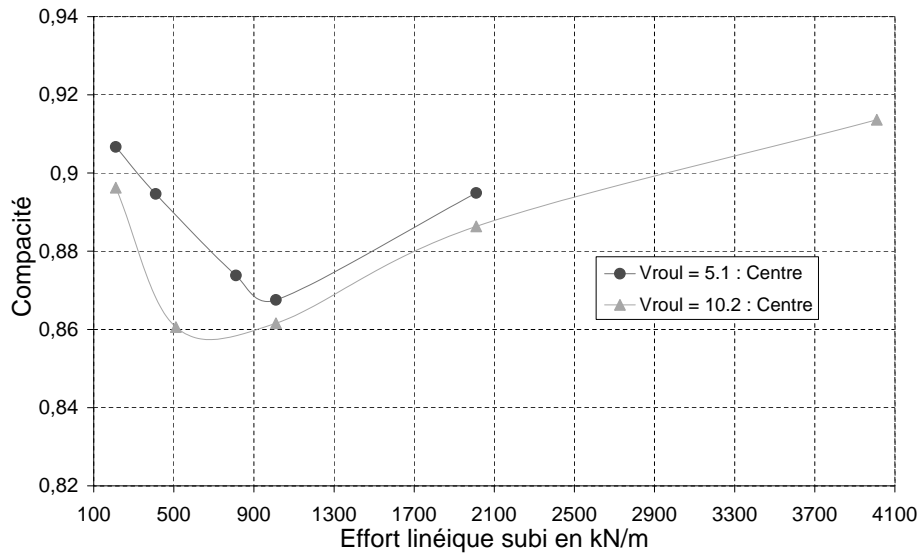


FIG. 6.3 – Mesures de compacité effectuées lors des essais de poinçonnage au centre ou sur les confettis en fonction de l'effort spécifique pour un coefficient de prédensification de 1100 g/m^2

Nous voyons qu'en doublant la valeur de la vitesse des rouleaux, la densité des plaquettes produites varie très peu, compte tenu des imprécisions de mesures. Notre postulat indiquant que le coefficient de prédensification est un paramètre opératoire à part entière reste valable.

D'autre part, nous constatons que la densité produite décroît jusqu'à une certaine valeur puis remonte. L'endroit où la courbe est au plus bas correspond à l'entrée dans la zone de bon fonctionnement. Ceci pourrait provenir du fait que lorsqu'on entre dans la zone de bon fonctionnement, la poudre en amont des rouleaux passe de l'état de petits tas aléatoires à un lit plus homogène. Ainsi avec une faible alimentation en poudre l'air peut s'échapper en cours de compression et avec un débit d'alimentation plus fort, il est bloqué par le lit de poudre contigu.

Nous l'avons déjà dit, la qualité d'un compact va être caractérisée par sa résistance à la rupture ou sa densité, mais aussi et surtout par l'uniformité de ces deux paramètres dans la plaquette produite. Ainsi, nous avons tracé les courbes d'homogénéité de la densité locale des plaquettes, correspondant au rapport Densité au centre / Densité aux bords (H_d).

Nous confrontons cette homogénéité à l'homogénéité de pression maximale subie (Figure 6.4).

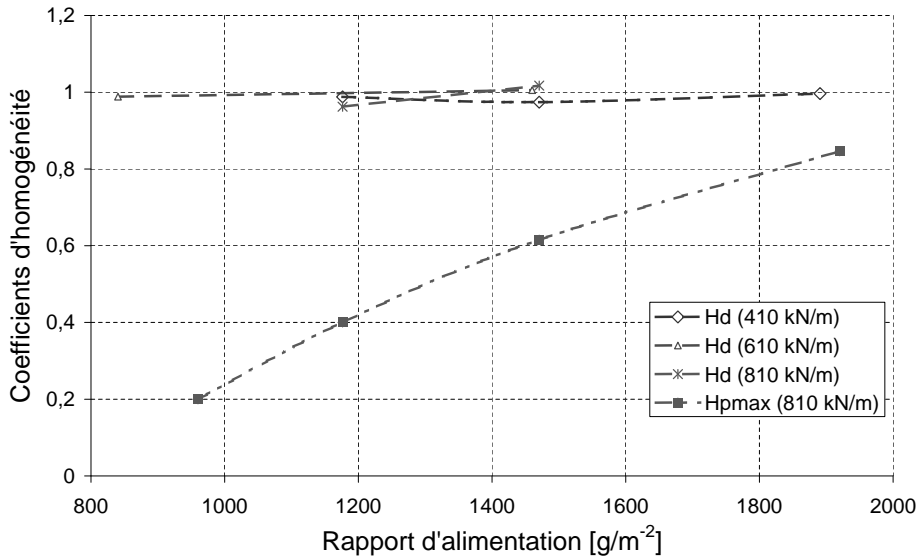


FIG. 6.4 – Homogénéité de la densité des plaquettes produites

Nous nous rendons compte que les plaquettes ont une densité uniforme sur la largeur quels que soient les paramètres opératoires dans la zone de bon fonctionnement. Ceci confirme les observations faites sur l'épaisseur.

6.3.1 Glissement à la paroi

Guigon & Simon (2003) retrouvent la valeur du glissement à la paroi au niveau de l'entrefer à partir des valeurs de la densité des plaquettes, du coefficient de prédensification et de l'entrefer,

$$h_o = \frac{R}{\rho_s(1 - \xi)} \quad (6.1)$$

où ξ est le glissement à la paroi :

$$\xi = 1 - \frac{V_{poudre}}{V_r} \quad (6.2)$$

L'équation 6.1 présuppose qu'il y a assez peu de relaxation de la plaquette entre l'entrefer et l'éjection et que nous pouvons négliger la différence de densité entre les deux. Ceci est vrai pour des poudres métalliques ou minérales, qui se relaxent peu, mais nous venons de voir que c'était faux concernant notre produit. Il faut donc remplacer une densité ρ_s par la densité ρ_o à l'entrefer. Si nous supposons que la relaxation en aval de l'entrefer ne se produit que suivant l'épaisseur, nous pouvons donc écrire :

$$\rho_o = \frac{\rho_s h_s}{h_o} \quad (6.3)$$

On aura alors la valeur du glissement à la paroi :

$$\xi = 1 - \frac{R}{h_s \rho_s} \quad (6.4)$$

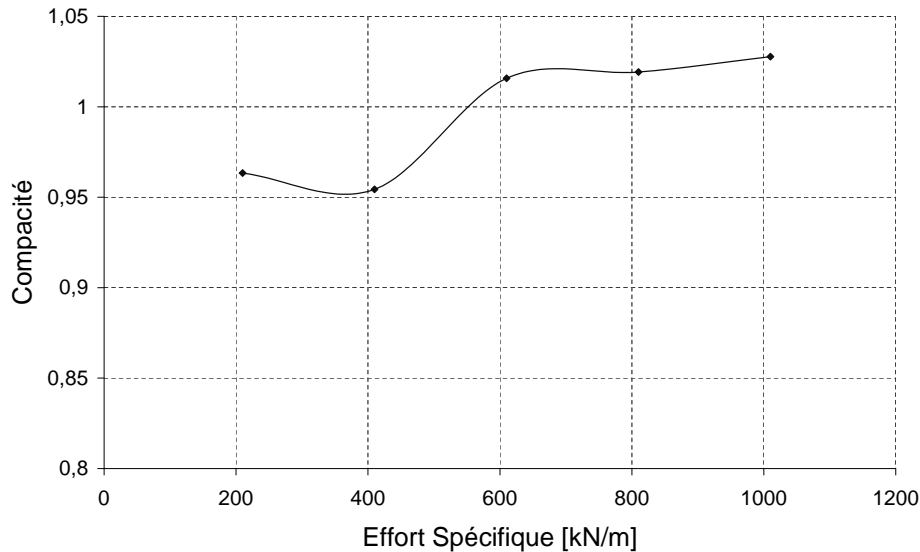


FIG. 6.5 – Compacité calculée à l’entrefer en fonction de l’effort spécifique pour un coefficient de prédensification de 1100 g/m^2

La figure 6.5 nous donne le genre de résultats obtenus par le calcul. Nous pouvons voir que la poudre est densifiée à l’entrefer pour des valeurs d’effort spécifique supérieures à 600 kN/m . Ces valeurs d’effort correspondent à des pressions relativement faibles (entre 80 et 200 MPa de pression radiale) par rapport aux pressions nécessaires à la densification du produit en compression en matrice (550 MPa de pression isostatique). Cependant la poudre subit aussi une prédensification non négligeable, qui au vu de ces résultats pourrait être prépondérante. De plus nous avons vu que la chaleur produite lors de la compaction en presse à rouleaux avait une influence à la fois sur la densification et la cohésion du produit. C’est ainsi que le matériau pourra se densifier plus facilement que lors d’un essai en matrice. De plus nous pouvons remarquer que la compacité à l’entrefer est supérieure à un. Ceci vient du fait que la poudre est densifiée et qu’elle subit en plus une déformation volumique élastique.

La figure 6.6 donne une idée du glissement de la poudre à la paroi au niveau de l’entrefer. Nous voyons sur cette figure que le glissement est loin d’être négligeable. Ceci va dans le sens de nombreuses observations de la littérature, notamment celles de Katashinskii et Shtern.

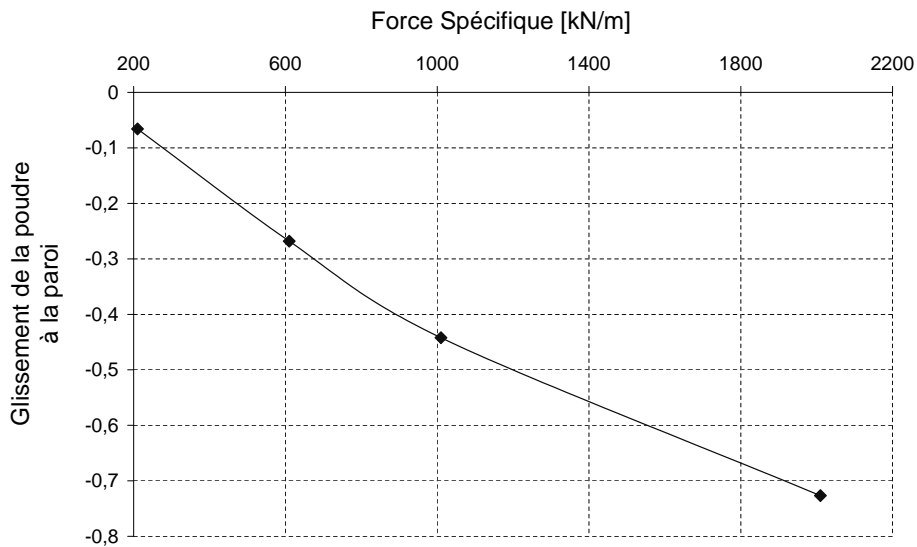


FIG. 6.6 – Glissement de la poudre à l’entrefer en fonction de l’effort spécifique, pour un coefficient de prédensification de 1320 g/m^2

6.4 Etude de la cohésion des plaquettes produites : essais de poinçonnage

6.4.1 Présentation du montage

Le montage de poinçonnage est très simple (Figure 6.7).

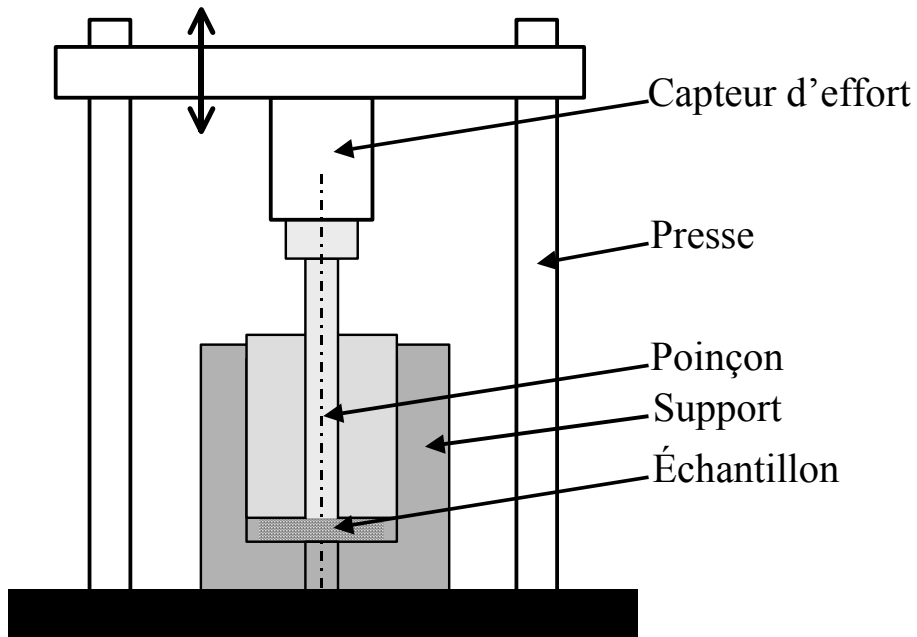


FIG. 6.7 – Montage de poinçonnage.

Un poinçon de 5mm de diamètre vient en contact avec la plaquette de poudre. Il est guidé en translation par une pièce d'acier, qui a aussi pour fonction de maintenir la plaque en position. Sous la plaquette, il y a un trou de diamètre exactement identique à celui du poinçon. L'ensemble du montage est placé sous une presse d'une capacité de 2000 daN. Cette presse est commandée en déplacement.

Ainsi, pour chaque essai, nous relevons les courbes d'effort en fonction du déplacement de la travée supérieure de la presse et relevons l'effort à rupture F_r . Ainsi, on peut en déduire la valeur de la contrainte à la rupture par cisaillement R_c en fonction du diamètre du poinçon D_p , de l'épaisseur de la plaquette que nous avons mesurée au préalable h_s et de l'effort à la rupture :

$$R_c = \frac{F_r}{\pi D_p h_s} \quad (6.5)$$

Cette contrainte à la rupture a été mesurée sur cinq échantillons systématiquement et les résultats que nous exposerons sont une moyenne de ces cinq mesures.

6.4.2 Résultats obtenus

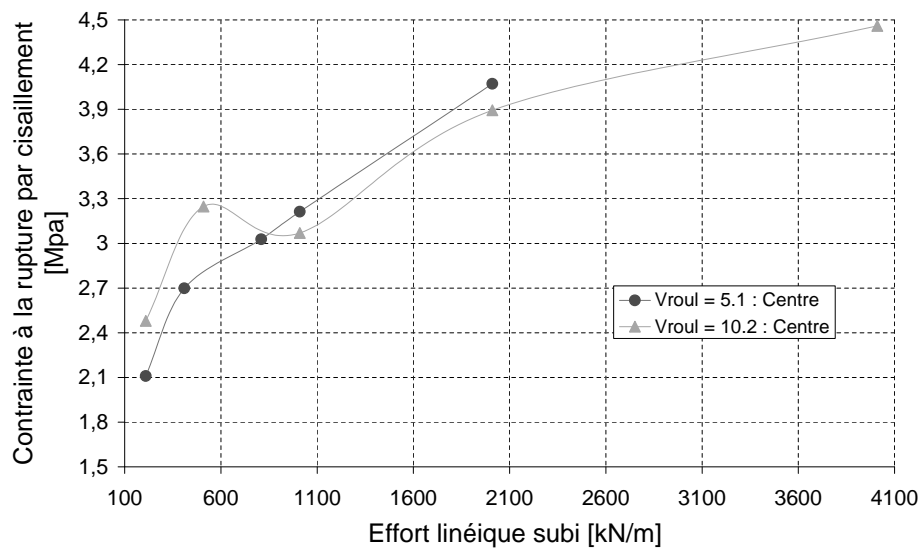


FIG. 6.8 – Evolution de la contrainte à la rupture par cisaillement en fonction de l'effort pour deux vitesses de rouleaux différentes (5.1 tr/min et 10.2 tr/min) , en gardant le coefficient de prédensification constant, égal à 1100 g/m^2 , au centre des plaquettes

La figure 6.8 nous montre les résultats obtenus sur les plaquettes pour des vitesses de rouleau différentes. Encore une fois, nous pouvons dire que la vitesse a peu d'influence lorsque l'on travaille à coefficient de prédensification constant. Nous voyons ici qu'en faisant croître l'effort, la contrainte à rupture par cisaillement augmente elle aussi.

En faisant varier le coefficient de prédensification, nous avons observé que la contrainte à la rupture restait constante au centre. Ceci paraît logique puisque la pression subie au

centre lorsqu'on augmente le rapport de prédensification varie peu. Reste à savoir si cette contrainte reste homogène sur la largeur des plaquettes, comme l'homogénéité de la densité nous le laissait présupposer.

6.4.3 Homogénéité de la résistance sur la largeur des plaquettes

La figure 6.9 nous montre les résultats des mesures en ce qui concerne l'homogénéité de la résistance à la rupture par poinçonnage (H_c =résistance à la cohésion sur le bord/résistance à la cohésion au centre).

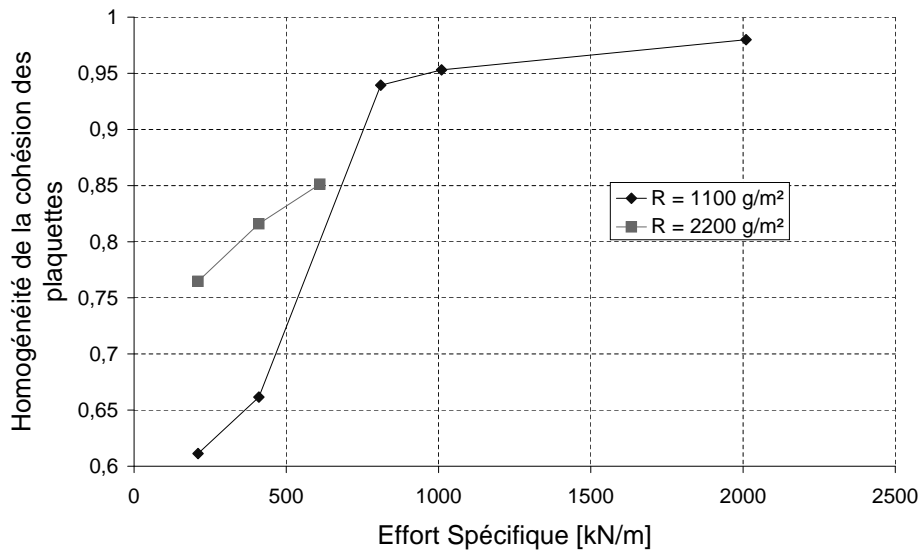


FIG. 6.9 – Evolution de l'homogénéité de la cohésion des plaquettes avec l'effort, pour deux coefficients de prédensification différents

Comme nous pouvons le constater, la cohésion est beaucoup moins homogène que la densité. Par contre les résultats montrent qu'une augmentation de l'effort comme du coefficient de prédensification rendent les propriétés des plaquettes plus homogènes. Ainsi on cherchera à s'approcher le plus possible de la zone de transition pour avoir les plaquettes les plus homogènes possible. Observons maintenant les résultats de porosimétrie, qui pourraient nous éclairer, en comparant les porosités en jeu, sur l'état des plaquettes à la fin de la compression.

6.5 Porosité des plaquettes

Nous avons prélevé des échantillons au centre et sur les bords de plaquettes réalisées dans des conditions opératoires différentes. La distribution des pores dans ces échantillons a été mesurée par porosimétrie à intrusion de mercure. Le but était d'observer si des conditions opératoires différentes menaient à des distributions de pores différentes, et si il existait des différences au centre et au bord d'une même plaquette. Nous avons aussi pu mesurer la compacité de nos plaquettes, et confronter les résultats à la compacité calculée

lors de nos essais de poinçonnage. Nous avons trouvé les mêmes valeurs, à 5 pourcents près.

Par contre, nous n'avons pas observé de différences significatives entre les différents échantillons en ce qui concerne la distribution des pores. La figure 6.10 nous montre une courbe d'intrusion cumulative en fonction de la taille des pores.

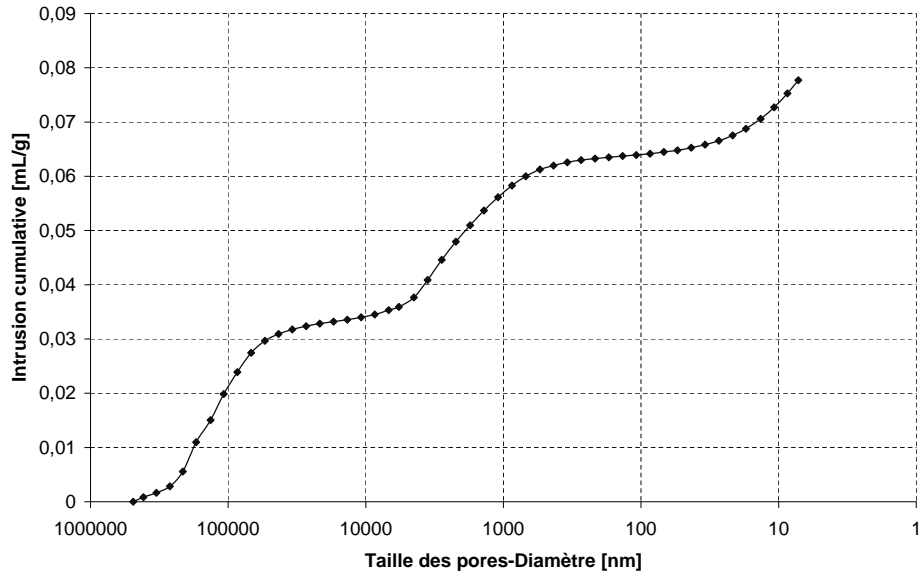


FIG. 6.10 – Exemple de résultat de mesure de distribution de pores en porosimétrie par intrusion de mercure : Intrusion cumulative en fonction de la taille des pores (diamètre).

Nous observons deux pics d'intrusion : un pic autour de $70 \mu\text{m}$, qui correspond probablement à une intrusion intergranulaire ; et un pic autour de $0.7 \mu\text{m}$ qui est plutôt une intrusion intragranulaire.

Conclusion

Dans cette partie, compte tenu des nombreux paramètres opératoires ainsi que des nombreuses caractéristiques finales du compact à contrôler, nous avons pu constater la difficulté qu'il y a à définir d'une part un critère de bon fonctionnement du procédé et d'autre part un critère de mesure de la qualité des plaquettes. Le montage instrumenté que nous avons développé est le premier à fournir de telles informations en même temps (couple spécifique, profils de pression en 3 dimensions) et a d'ailleurs fait l'objet d'un article (Lecompte et al. 2005). Il nous a permis de montrer la grande différence de pression que subit la poudre selon qu'elle se trouve au centre ou au bord des rouleaux. Au sens de la pression subie, l'opérateur gagnera en homogénéité s'il augmente l'effort et le rapport de prédensification, tout en restant dans les limites imposées par la capacité de la vis d'alimentation et de l'entraînement des rouleaux. Nous avons vu en développant un essai de poinçonnage, que l'uniformité de cohésion allait dans le même sens. Cependant, il faut bien prendre en compte le fait qu'augmenter les valeurs des paramètres d'entrée fait croître le couple de manière très significative. Au sens de l'industriel, la consommation d'énergie s'en verra fortement accrue. Il faudra donc encore une fois faire un arbitrage entre les paramètres opératoires afin d'obtenir des plaquettes cohésives et homogènes tout en ne consommant pas trop d'énergie.

Un des enjeux de cette thèse était aussi de savoir si par des tests simples (du genre compression uniaxiale en mesurant l'effort supérieur) il était possible de prédire le comportement du matériau dans la presse à rouleau et d'obtenir le choix optimal des paramètres opératoires. Les différences trouvées entre le comportement de la poudre en matrice et en presse à rouleaux nous permet d'avoir un premier élément de réponse : les hétérogénéités au niveau de la pression subie et leurs conséquences sur les compacts nous font dire qu'il est impossible de faire de telles prédictions à partir d'essais aussi simples. Il faudra probablement se tourner vers des presses de laboratoires, des méthodes comme celle développée par Zinchuk et al. (2004)⁶, ou encore adopter la démarche élaborée au cours de cette thèse (entre autres), à savoir étudier le comportement de la poudre en matrice instrumentée et effectuer la simulation numérique du procédé. Nous étudions dans la quatrième partie la faisabilité d'une telle démarche.

⁶Les auteurs utilisent une presse uniaxiale à laquelle ils imposent une cinématique correspondant à la cinématique de compression en presse à rouleaux. Ils en déduisent que les compacts produits ont les mêmes caractéristiques de porosité et de cohésion

Quatrième partie

Simulation numérique de la compression de la poudre

Introduction

Le logiciel de calcul par éléments finis que nous utilisons est un logiciel de référence dans le domaine des poudres. Ce logiciel présente de nombreux avantages. Il permet :

- d'utiliser des modèles de comportement adaptés aux poudres (Drucker-Prager, Drucker-Prager/Cap Model, Cam-Clay, Gurson...);
- de pouvoir créer ses propres sous-routines assez rapidement ;
- de bien gérer les contacts entre solides, ce qui n'est pas le cas de tous les logiciels ;
- de pouvoir utiliser la description ALE (*Abaqus Version 6.4* (2003)), qui va nous permettre de décrire la cinématique de notre procédé de manière assez fidèle ;

Par contre, le gros inconvénient de l'utilisation d'un logiciel standard est qu'il n'est pas "ouvert". C'est-à-dire qu'on n'a pas accès au cœur de la programmation. Ceci peut poser problème lorsqu'on souhaite implémenter ou améliorer un nouveau modèle de comportement.

Le but n'est pas ici de faire la publicité de notre célèbre logiciel, mais de montrer la démarche utilisée lorsqu'on utilise ce logiciel. Au cours de cette partie, nous allons donc exposer les problèmes rencontrés lors de la simulation de la compression des poudres en matrice et en presse à rouleaux. Afin de pouvoir modéliser le comportement de la poudre de la manière la plus réaliste possible, nous avons développé une sous-routine permettant de faire varier l'ensemble des paramètres du CAP-Model (Excentricité, Cohésion et Pression isostatique) en fonction de la densité locale du lit de poudre. Nous exposerons notre démarche théorique dans un premier chapitre. Ensuite, nous validerons les résultats obtenus en les confrontant aux résultats expérimentaux. Enfin nous présenterons les résultats et la démarche pour la compression en presse à rouleaux avant de conclure sur notre démarche globale de modélisation.

Chapitre 7

Modélisation des données expérimentales et démarche d'implémentation

Sommaire

7.1	Introduction	195
7.2	Mise en équation des données expérimentales	196
7.3	Création d'une subroutine	197
7.3.1	Equation caractéristiques du modèle	197
7.3.2	Intégration numérique	198

7.1 Introduction

Le logiciel que nous utilisons permet d'implémenter des paramètres du CAP-Model et des paramètres élastiques variables. Mais nous ne pouvons faire varier ces paramètres qu'en fonction du temps. Ainsi, lorsque nous réalisons des essais en matrice, nous connaissons la valeur de la densité globale du lit de poudre en fonction de la hauteur entre les poinçons. Ainsi, connaissant la cinématique des poinçons, nous pouvons retrouver l'évolution de la densité globale en fonction du temps. Cette démarche présente deux inconvénients : il ne prend pas en compte les différences locales de densité, qui sont assez grandes lorsqu'il y a des frottements à la paroi. L'autre inconvénient, majeur, est que l'on ne peut pas connaître a priori l'évolution de la densité de la poudre lorsqu'elle est compactée en presse à rouleaux. C'est pourquoi nous avons développé une subroutine permettant d'associer directement un état de densification à un état élastoplastique du matériau. Pour ce faire, il faut commencer par mettre en équation les données expérimentales exposées dans la deuxième partie. Ensuite, nous nous sommes appuyés sur les publications de Chtourou et al. (2002*a,b*), qui ont effectué cette démarche avec des poudres métalliques et qui l'ont appliquée à une compression en matrice avec une cinématique des poinçons assez complexe.

TAB. 7.1 – Equations de lissage des différents paramètres trouvés par la compression en matrice instrumentée

Paramètre	Equation de lissage	Valeurs
<u>Paramètres plastiques</u>		
Excentricité	$R = R_0 \exp[-a_1 \varepsilon_{vol}^{plast} + a_2 (\varepsilon_{vol}^{plast})^2 - a_3 (\varepsilon_{vol}^{plast})^3 + a_4 (\varepsilon_{vol}^{plast})^4 - a_5 (\varepsilon_{vol}^{plast})^5 + a_6 (\varepsilon_{vol}^{plast})^6]$	$R_0=0.2; a_1=11.798; a_2=202.17; a_3=1073.7; a_4=2734.1; a_5=3357.4; a_6=1598.2$
Cohésion	$d = d_0 + b_1 (\varepsilon_{vol}^{plast})^{b_2}$	$d_0 = 0,01\text{MPa}; b_1 = 115\text{MPa}; b_2 = 11$
Pression hydrostatique	$Pb = Pb_0 + W \exp(\varepsilon_{vol}^{plast} \mathcal{D})$	$Pb_0=0,1\text{MPa}; W=2,5.10^{10}\text{MPa}; \mathcal{D} = 40$
<u>Paramètres élastiques</u>		
Module d'Young	$E = E_0 \exp(e_1 \varepsilon_{vol}^{plast})$	$E_0=25000\text{MPa}; e_1=4.5$
Coefficient de Poisson	$\nu = \nu_0 + e_2 \varepsilon_{vol}^{plast}$	$\nu_0=0.25; e_2 = 13.9$

7.2 Mise en équation des données expérimentales

Nous avons vu dans la deuxième partie les courbes expérimentales obtenues à partir des essais de compression pour les différents paramètres du Cap-Model (Fig. 4.27, 4.28 et 4.29). Le tableau 7.1 présente les différentes équations de lissage que nous avons obtenu pour les paramètres élastiques et plastiques en fonction de la déformation volumique plastique $\varepsilon_{vol}^{plast}$.

Les figures 7.1 présentent un certain nombre de surfaces de Plasticité que nous obtenons avec ces équations. Nous pouvons constater sur ces figures qu'au début de la compression les quarts d'ellipse sont très allongés dans le sens des contraintes déviatoires et que lorsqu'on augmente la déformation volumique plastique, elles s'allongent de plus en plus dans le sens des pressions isostatiques. Ceci fait que nous ne pouvons pas nous

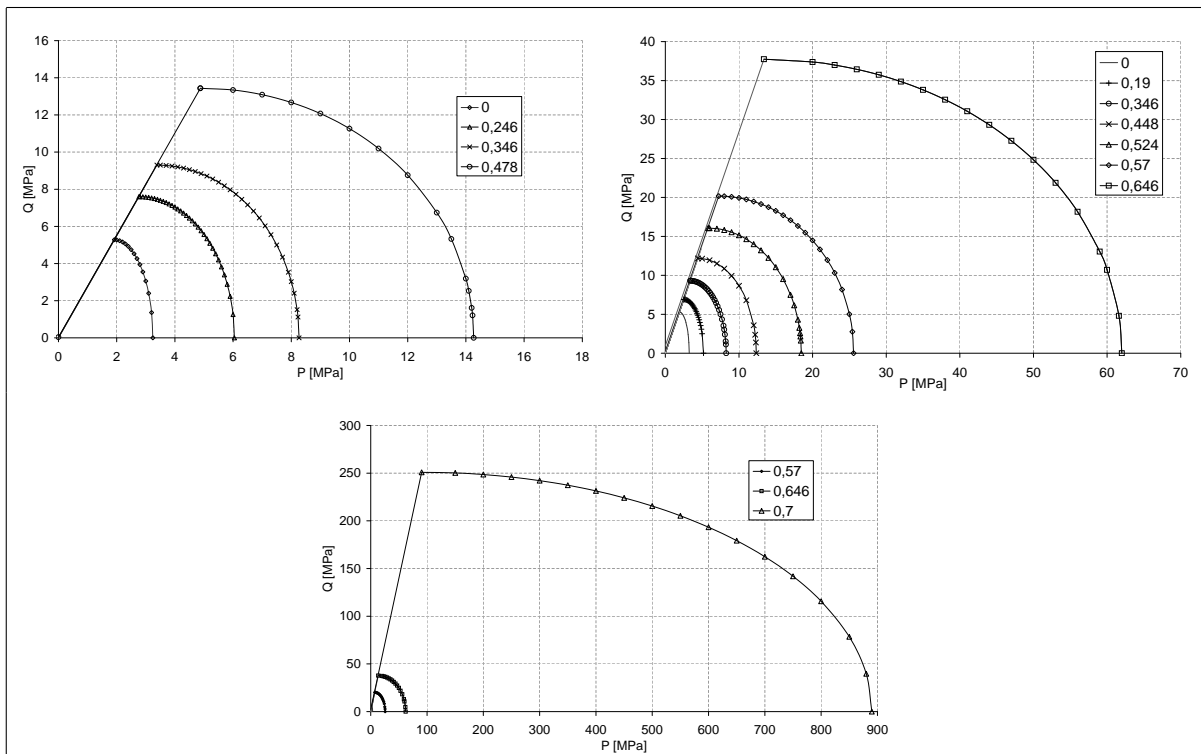


FIG. 7.1 – Quelques surfaces de CAP, les légendes des graphiques indiquent la déformation volumique correspondant à chaque courbe

permettre de faire d'approximation en considérant l'excentricité R constante lors du chargement. C'est pourquoi nous avons développé une subroutine permettant de faire varier l'excentricité R , la cohésion d , la pression hydrostatique P_b et les paramètres élastiques avec la déformation volumique plastique.

7.3 Création d'une subroutine

La subroutine que nous avons utilisée avait été en partie développée pour des poudres métalliques lors du Master recherche de Yuan Chen au laboratoire 3S (Chen 2004). Nous l'avons réadaptée à notre type de poudre, et avons donc ajouté un caractère variable à l'excentricité, la pression isostatique et la cohésion, ainsi qu'aux paramètres élastiques.

Notre logiciel permet de résoudre les problèmes numériques de manières : implicite ou explicite. Ces deux schémas de résolution sont décrits et critiqués en annexe D. La méthode Explicit est plus robuste. De plus, l'implantation d'une subroutine en mode explicite est plus simple car nous ne sommes pas obligés de calculer la matrice tangente (cf. annexe D). Aussi avons nous opté par un schéma de résolution explicite.

7.3.1 Equation caractéristiques du modèle

Les équations caractéristiques du modèle sont directement déduites des travaux de Chtourou et al. (2002*a,b*) et des équations présentées dans la deuxième partie de cette

thèse. Les tableaux 7.2, 7.3 et 7.4 présentent les équations nécessaires à la description du modèle. La variable physique que nous utiliserons comme variable interne permettant de

TAB. 7.2 – Equations caractéristiques du modèle : Comportement élastique/relation contraintes/déformations

$\sigma = \underline{\underline{C}} \varepsilon_{vol}^{elast} = \underline{\underline{C}} (\varepsilon_{vol}^{total} - \varepsilon_{vol}^{plast})$	$\underline{\underline{C}}$	Tenseur d'élasticité du quatrième ordre
$\underline{\underline{C}} = 2G(\rho)\underline{\underline{I}} + [K(\varepsilon_{vol}^{plast}) - \frac{2}{3}G(\varepsilon_{vol}^{plast})]\underline{\underline{I}} \otimes \underline{\underline{I}}$	$\underline{\underline{I}}$, $\underline{\underline{I}}$ $\underline{\underline{G}}$	tenseurs identité de second ordre et de quatrième ordre
	$\underline{\underline{G}}$	Module de cisaillement élastique, exprimé en fonction de $\varepsilon_{vol}^{plast}$: $G = \frac{E}{2(1+\nu)}$
	$\underline{\underline{K}}$	Module de compression élastique, exprimé en fonction de $\varepsilon_{vol}^{plast}$: $K = \frac{E}{3(1-2\nu)}$

mettre en oeuvre ces équation sera, au vu des données des tableaux, soit la densité ρ soit la déformation volumique plastique $\varepsilon_{vol}^{plast}$. Ces deux variables sont liées par la dernière relation du tableau 7.4. Nous avons donc choisi $\varepsilon_{vol}^{plast}$ comme variable interne.

Les surfaces de charge f_i sont des surfaces de plasticité. Ainsi, si un état de contrainte (P,Q) correspond à un point à l'intérieur des surfaces, alors le comportement est élastique et si ce point est à l'extérieur des surfaces, alors il faut faire évoluer la surface de charge en intégrant numériquement afin d'obtenir les relation $f_i(P, Q) = 0$. Ensuite, il faut aussi faire évoluer l'ensemble des caractéristiques de la surface de charge (R, d, P_b, β).

7.3.2 Intégration numérique

La figure 7.2 schématise le procédé de traitement de la subroutine par notre logiciel. Comme toujours pour la résolution de problèmes non linéaires, nous nous ramenons à un problème linéaire en prenant des incréments de temps Δt assez petits pour respecter les équations constitutives. Nous voyons sur la figure 7.2 que le logiciel envoie un incrément de déformation à la subroutine qui va exécuter les traitements à partir de cette donnée. On utilisera donc les relation contraintes déformation pour obtenir les nouvelles contraintes à partir de cet incrément de déformation, et des contraintes du pas précédant. Le logiciel va calculer une contrainte test directement déduite du comportement élastique du matériau, puisqu'on présuppose que nous nous trouvons dans le domaine élastique. Là deux cas de figure s'offrent à nous :

- soit on reste dans le domaine élastique et le calcul est terminé. Nous pouvons passer au cas suivant
- soit on sort du domaine élastique, c'est-à-dire que pour une des fonctions de charge nous avons : $f_i > 0$ (ce qui est théoriquement impossible). Dans ce cas, il faudra

TAB. 7.3 – Equations caractéristiques du modèle : Surfaces de charge en fonction des différents modes de sollicitation

Mode 1 : <u>Surface de rupture</u>		
$f_1(\sigma) = Q - F_e(\varepsilon_{vol}^{plast}) = 0$	<p>pour $P \leq L(\varepsilon_{vol}^{plast})$</p> <p>$Q$</p> <p>$P_a$</p> <p>$P$</p> <p>$F_e$</p> <p>$d$</p> <p>$\beta$</p>	<p>Contrainte déviatoire</p> <p>Intersection entre la droite de rupture et la surface de Cap</p> <p>Pression isostatique</p> <p>Expression de l'équation de la droite de rupture</p> <p>Cohésion de la poudre, exprimée en fonction de $\varepsilon_{vol}^{plast}$</p> <p>Angle de la droite de rupture. Dans notre cas, cet angle est constant, égal à 69°</p>
<p>$L = P_a$ si $P_a \geq 0$</p> <p>$L = 0$ si $P_a \leq 0$</p> <p>$F_e = d + P \tan \beta$</p>		
Mode 2 : <u>Surface de Cap</u>		
$f_2(\sigma) = F_c(P, Q, \varepsilon_{vol}^{plast}) - F_e(\varepsilon_{vol}^{plast}) = 0$	<p>pour $L(\varepsilon_{vol}^{plast}) \leq P \leq P_b(\varepsilon_{vol}^{plast})$</p> <p>$P_b$</p> <p>$F_c$</p> <p>$R$</p>	<p>Intersection entre la surface de Cap et l'axe P du diagramme (P,Q)</p> <p>Equation du quart d'ellipse en un point (P,Q) donné, pour un état de compression $\varepsilon_{vol}^{plast}$ donné</p> <p>Excentricité de l'ellipse, exprimée en fonction de $\varepsilon_{vol}^{plast}$</p>
$F_c = \sqrt{Q^2 + \frac{(P - L(\varepsilon_{vol}^{plast}))^2}{R^2}}$ $R = \frac{P_b(\varepsilon_{vol}^{plast}) - P_a(\varepsilon_{vol}^{plast})}{F_e(\varepsilon_{vol}^{plast})}$		

mettre en oeuvre un schéma d'intégration numérique permettant de calculer l'évolution des surfaces de charges afin d'obtenir de nouveau $f_i = 0$. La figure 7.3 expose les différents cas de figure que l'on peut avoir.

TAB. 7.4 – Equations caractéristiques du modèle : Equations d'évolution des surfaces de charge

<u>Loi d'écoulement</u>		
$\dot{\varepsilon}_{vol}^{plast} = \sum_{i=1,2} \dot{\lambda}_i \frac{\partial f_i(\sigma, \varepsilon_{vol}^{plast})}{\partial \sigma}$	$\varepsilon_{vol}^{plast}$ $\dot{\lambda}_i$	<p>Écoulement (vitesse de déformation)</p> <p>Multiplicateur plastique associé à la fonction de la surface de charge f_i Ces multiplicateurs seront définis plus loin dans ce chapitre.</p>
<u>Mode 2 : Loi d'écrouissage</u>		
$\bar{\varepsilon}_{vol}^{plast}(P_b) = \frac{1}{\mathcal{D}} \ln\left(\frac{P_b}{W}\right)$	$W,$ \mathcal{D} $\bar{\varepsilon}_{vol}^{plast}$	<p>Paramètres intrinsèques du matériau (cf. Tableau 7.1)</p> <p>Nouvel état de déformation volumique plastique</p>
$\begin{aligned} \bar{\varepsilon}_{vol}^{plast} &= \varepsilon_{vol}^{plast} \text{ si } \dot{\varepsilon}_{vol}^{plast} \geq 0 \text{ ou si } P_a > 0 \text{ et } P_a > P \\ \bar{\varepsilon}_{vol}^{plast} &= 0 \text{ sinon} \end{aligned}$		
<u>Mode 2 : Mise à jour de la densité</u>		
$\rho = \rho_0 \exp(-\varepsilon_{vol}^{plast})$	ρ, ρ_0	<p>Densité et densité initiale</p>

Le domaine 0 est le domaine élastique. Le domaine 1 est un domaine qui se traduit par de la dilatation du matériau. Le domaine 2 est un domaine de transition entre la droite de rupture et le cap. Le domaine 3 est un domaine de densification. Pour les domaines 1 et 3, lorsque le point de chargement P,Q sort du domaine élastique, il est ramené orthogonalement sur la nouvelle surface de chargement, à calculer. La variable interne

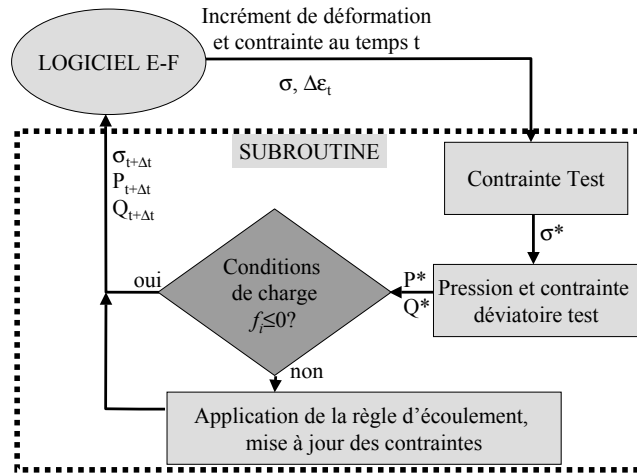


FIG. 7.2 – Principe de dialogue et de calcul du logiciel, associé à une subroutine

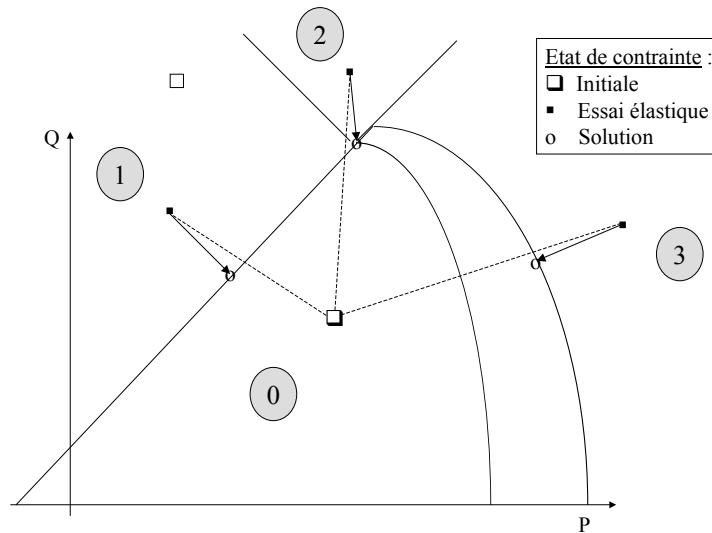


FIG. 7.3 – Différents cas de figure suivant le mécanisme activé

$\varepsilon_{vol}^{plast}$ va évoluer dans ces deux cas et faire évoluer les fonctions f_i , qui dépendent à la fois de $\varepsilon_{vol}^{plast}$ et de l'état de chargement. Pour ce faire, nous utilisons un algorithme basé sur la méthode de Newton-Raphson, qui permet d'annuler une fonction de manière itérative à partir des dérivées partielles de la fonction.

La figure 7.4 donne la philosophie de cette méthode pour une fonction à une seule variable. Cette méthode permet donc d'approcher la solution $(\sigma, \varepsilon_{vol}^{plast})$ de l'équation $f_i(\sigma, \varepsilon_{vol}^{plast}) = 0$. Nous avons utilisé la méthode d'intégration proposée par N.Aravas (1987),

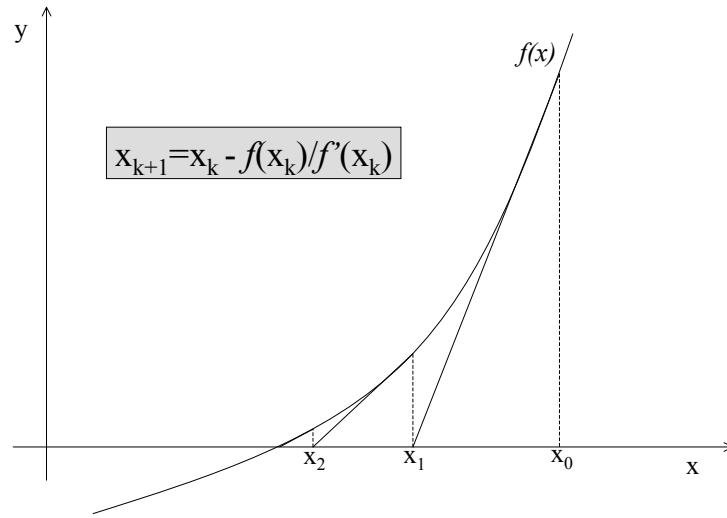


FIG. 7.4 – Schéma explicatif de la méthode de Newton-Raphson

adaptée aux lois de comportement des poudres et directement formulé dans le diagramme (P,Q).

Appelons $H^{(i)}$, $i=1,\dots,n$ l'ensemble de nos variables d'état scalaires. Écrivons la loi d'écoulement :

$$d\varepsilon_{vol}^{plast} = d\lambda \frac{\partial g}{\partial \sigma} \quad (7.1)$$

où $d\lambda$ est un scalaire positif et g est une fonction de P,Q et $H^{(i)}$. Si nous exprimons cette loi d'écoulement en fonction de P et Q en reprenant les expressions de ces contraintes à partir de σ , nous obtenons :

$$P = -\frac{\sigma}{3} : \mathbb{I} \quad (7.2)$$

$$Q = -\left(\frac{3}{2} S : S\right)^{1/2} \quad (7.3)$$

$$d\varepsilon_{vol}^{plast} = d\lambda \left(\frac{1}{3} \frac{\partial g}{\partial P} : \mathbb{I} + \frac{\partial g}{\partial Q} \vec{n} \right) \quad (7.4)$$

avec

$$\vec{n} = \frac{3S}{2Q} \quad (7.5)$$

Ce modèle plastique est complété en décrivant l'évolution des variables d'état avec la déformation plastique.

Nous avons vu que nous partions d'un incrément de déformation fourni par le logiciel éléments finis. Nous commençons, comme expliqué plus haut, par utiliser l'équation d'élasticité. Elle s'exprime comme suit :

$$\sigma_{t+\Delta t} = C^e : \varepsilon_{t+\Delta t}^e = \sigma^e - C^e : \Delta \varepsilon^p \quad (7.6)$$

t est la date de début d'incrément et $t+\Delta t$ la date de fin d'incrément ; $\sigma^e = C^e : (\varepsilon_t^e + \Delta\varepsilon)$ avec ε_t^e la déformation élastique au début de l'incrément.

Nous pouvons écrire l'incrément de déformation plastique $\Delta\varepsilon^p$ en fonction des variations des déformations volumique $\Delta\varepsilon_p$ et déviatoire $\Delta\varepsilon^q$:

$$\Delta\varepsilon^p = \frac{1}{3}\Delta\varepsilon^p\mathbb{I} + \Delta\varepsilon_q \vec{n}_{t+\Delta t} \quad (7.7)$$

Rappelons ici que le modèle est un modèle associé. Nous pouvons donc écrire :

$$\Delta\varepsilon_p \left(\frac{\partial g}{\partial Q} \right)_{t+\Delta t} + \Delta\varepsilon_q \left(\frac{\partial g}{\partial P} \right)_{t+\Delta t} = 0 \quad (7.8)$$

En utilisant les équations 7.6 et 7.7 nous pouvons exprimer la contrainte au nouveau pas de temps en fonction de la contrainte élastique et des déformations volumique et déviatoire :

$$\sigma_{t+\Delta t} = \sigma^e - K\Delta\varepsilon^p\mathbb{I} - 2G\Delta\varepsilon_q \vec{n}_{t+\Delta t} \quad (7.9)$$

Cette équation nous permet de dire que dans l'espace déviatoire, le retour à la surface de charge en partant de l'état de contrainte élastique (qui est l'état test), se fait le long du vecteur $\vec{n}_{t+\Delta t}$, qui peut donc s'écrire à partir de la contrainte élastique comme :

$$\vec{n}_{t+\Delta t} = \frac{3S^e}{2Q^e} \quad (7.10)$$

Ceci permet de grandement simplifier le calcul. Résoudre le problème d'intégration se réduit donc à résoudre le système d'équations non linéaires suivant :

$$\begin{cases} \Delta\varepsilon_p \left(\frac{\partial g}{\partial Q} \right)_{t+\Delta t} + \Delta\varepsilon_q \left(\frac{\partial g}{\partial P} \right)_{t+\Delta t} = 0 \\ P_{t+\Delta t} = P_{t+\Delta t}^e - K\Delta\varepsilon_{p_{t+\Delta t}} \\ Q_{t+\Delta t} = Q_{t+\Delta t}^e - K\Delta\varepsilon_{q_{t+\Delta t}} \\ f_i(P, Q, H^{(i)}) = 0 \\ \Delta H_{t+\Delta t}^{(i)} = h_{t+\Delta t}(\Delta\varepsilon_{p_{t+\Delta t}}, \Delta\varepsilon_{q_{t+\Delta t}}, P_{t+\Delta t}, Q_{t+\Delta t}, H_{t+\Delta t}^{(j)}) \end{cases} \quad (7.11)$$

Nous avons choisi la méthode proposée par N.Aravas (1987). Il faut donc formuler les équations particulières de la loi de comportement dans le schéma d'intégration, et donc adapter celles de la méthode présentée par Chtourou et al. (2002a,b), et exprimer les dérivées premières et secondaires de la surface de charge, ainsi que les dérivées des variables P,Q et H en fonction des déformations. Toutes ces expressions sont consignées en annexe ??.

A partir de ces équations et de la démarche donnée ci-dessus nous avons développé un programme en fortran pour définir notre Subroutine. Ce programme est présenté en annexe G Ce programme a été validé en reproduisant l'essai de compression en matrice. La présentation des résultats obtenus fait l'objet du chapitre suivant.

Chapitre 8

Compression de la poudre

Sommaire

8.1	Compression de la poudre en matrice	205
8.1.1	Remarque	205
8.1.2	géométrie et cinématique	206
8.1.3	résultats obtenus	206
8.2	Compression de la poudre en presse à rouleaux	207
8.2.1	cinématique et géométrie du lit de poudre	207
8.2.2	Conditions aux limites	208
8.2.3	Modélisation "3D en conditions 2D"	208
8.2.4	Pression variable sur la largeur	210
8.3	Conclusions sur la démarche	211

8.1 Compression de la poudre en matrice

L'objectif de cette simulation est de valider nos choix de paramètres ainsi que nos programmes de sous-routines vis à vis des résultats expérimentaux de compression en matrice instrumentée qui nous ont permis de caractériser le comportement de la poudre.

8.1.1 Remarque

Le code que nous avons utilisé permet plus facilement d'implémenter le CAP-Model en modélisation Implicite. Nous n'avons pas utilisé cette approche pour la modélisation de la compression en presse à rouleaux car les calculs ne convergeaient pas. Nous avons néanmoins testé cette approche sur la compression en matrice. Pour cela, nous avons développé une Subroutine beaucoup plus simple que celle qui est exposée ci-dessus (cf. E), et qui indique simplement que la variable d'état définissant l'état de déformation du lit de poudre est la déformation volumique plastique "locale". Les résultats obtenus sont consignés plus loin.

8.1.2 géométrie et cinématique

Le problème est défini comme un problème axisymétrique. Nous avons choisi des éléments de maillage triangulaires, qui sont conseillés sur notre code pour les problèmes avec frottements. Les poinçons et la matrice sont des surfaces analytiques, parfaitement rigides. Cette approximation des déformations des surfaces de contact du lit de poudre sur les parois est en cohérence avec les hypothèses que nous avons formulées lors du dépouillement de nos résultats expérimentaux. Nous avons appliqué un coefficient de frottement variable le long de la paroi et sur les poinçons.

Cinématique des pièces : à l'état initial le lit de poudre à une compacité de 0.5 et est en contact avec les poinçons et la matrice. Pendant la compression, seul le poinçon supérieur est en mouvement et comprime la poudre jusqu'à obtenir une compacité égale à un.

8.1.3 résultats obtenus

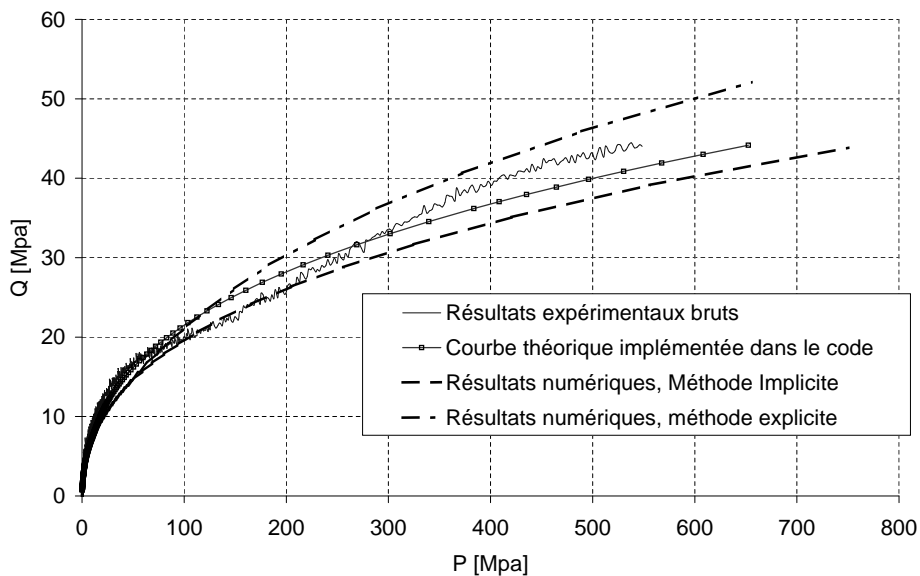


FIG. 8.1 – Confrontation des résultats numériques aux résultats expérimentaux de la compression de la poudre en matrice

La figure 8.1 présente les courbes obtenues lors de la simulation numérique par la méthode implicite et par la méthode explicite ; ces résultats sont à comparer à la courbe expérimentale et à la courbe modèle que nous avons implémentée dans le logiciel.

Nous voyons ici que les résultats obtenus sont très satisfaisants : les chemins de charge obtenus sont très proches du chemin théorique souhaité. Il faut néanmoins remarquer une certaine surestimation de la valeur de la pression en fin de compression, qui est peut-être due aux approximations que nous avons faites sur la valeur des paramètres élastiques. De plus il semblerait que la méthode implicite amène à une sous-estimation des valeurs de contraintes alors que la méthode explicite amène une surestimation de ces contraintes.

Les résultats obtenus pour la compression en matrice étant satisfaisants, nous avons poussé un peu plus loin le problème en appliquant notre méthode numérique à la compression en presse à rouleaux.

8.2 Compression de la poudre en presse à rouleaux

8.2.1 cinématique et géométrie du lit de poudre

Plusieurs contraintes de modélisation nous ont guidées dans le choix de la géométrie et de la cinématique à donner à notre lit de poudre. Tout d'abord, nous voulions nous rapprocher de la cinématique réelle de la poudre pendant le procédé de compaction : la poudre est acheminée en permanence par la vis sans fin, dont l'extrémité est fixe par rapport à l'entrefer. Nous avons donc choisi de modéliser cette frontière de la poudre de manière "eulérienne", c'est-à-dire que le maillage est figé sur cette surface et "qu'il regarde passer la poudre". A l'autre bout du lit de poudre (en aval de l'entrefer), nous avons pris le parti de considérer cette frontière comme eulérienne, afin d'éviter les effets dynamiques induits par la formulation explicite du problème.

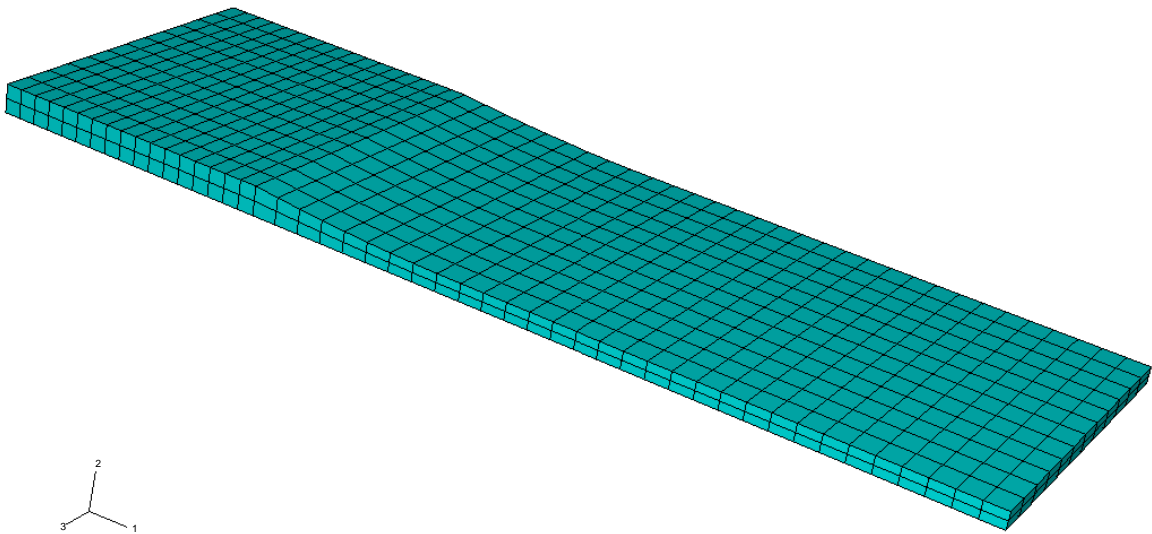


FIG. 8.2 – géométrie et maillage du lit de poudre lors de la modélisation numérique

La géométrie du lit de poudre est d'une part liée au maillage : celui-ci ne doit pas être dégénéré (éléments trop élancés, trop déformés). D'autre part, nous avons vu dans la partie expérimentale que l'angle de pincement ne dépassait pas cinq degrés. Nous avons donc choisi une géométrie se rapprochant au maximum du parallélépipède, avec une différence de hauteur de l'ordre du millimètre, correspondant à un angle de 7,5 degrés (0.13 radians)

par rapport à l'entrefer. La figure 8.2 nous montre le maillage utilisé pour le lit de poudre. Les éléments sont des hexahédres, les seuls acceptés par notre logiciel en mode ALE.

Nous voyons ici une première limite à la modélisation : si nous prenons comme différence de hauteur 1 mm, nous pourrions difficilement descendre vers des entrefers faibles (de l'ordre de 0.2 mm). Nous ne pourrions donc pas balayer toute la gamme des conditions opératoires du procédé.

La figure 8.3 montre la cinématique utilisée pour la modélisation numérique.

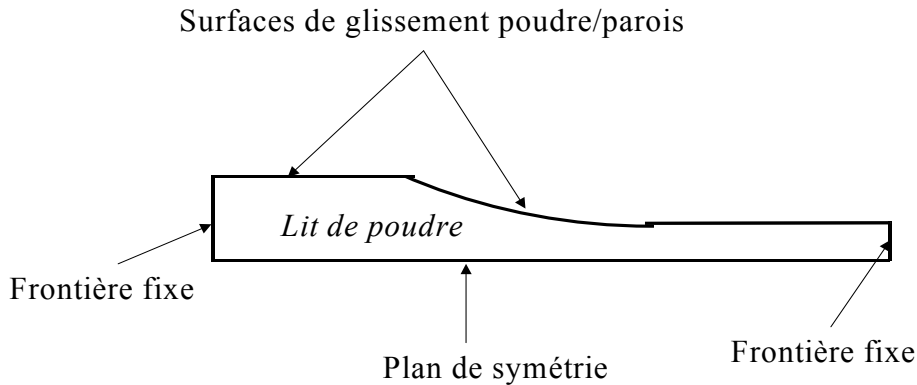


FIG. 8.3 – Cinématique utilisée pour le lit de poudre lors de la modélisation du procédé

8.2.2 Conditions aux limites

Nous considérons un lit de poudre qui est confiné par des plaques d'une part et par les rouleaux d'autre part. Tout ce qui n'est pas le lit de poudre a été modélisé sous forme de surfaces analytiques (plans et cylindre), considérés comme parfaitement rigides. Nous n'avons pris qu'un quart du lit de poudre, et avons défini des plans de symétrie. Pour entraîner la poudre entre les rouleaux, la solution que nous avons trouvée a été d'appliquer une pression. Lorsque nous voudrions montrer l'influence de la vis sans fin sur l'état de compression entre les rouleaux, il suffira alors de faire varier sur la largeur la pression exercée sur l'arrière du lit de poudre. Les rouleaux ont un entrefer constant et leur vitesse est imposée. Nous l'avons choisie assez faible (0.02 rad.s^{-1} ; 1/5 tour/min) afin de limiter les biais dus aux effets dynamiques. Les frottements de la poudre à la paroi des rouleaux sont déduits des mesures expérimentales. Le frottement de la poudre sur les plaques de confinement est considéré comme nul.

8.2.3 Modélisation "3D en conditions 2D"

Nous avons commencé par appliquer une pression uniforme sur la largeur du lit de poudre afin de vérifier que nous obtenions bien 1/un régime permanent de compression ; 2/des courbes du type de celles exposées dans la littérature.

La figure 8.4 présente l'évolution de l'effort axial et du couple exercés au niveau de l'axe du rouleau, pour une pression d'entrée de 15 MPa. Nous voyons qu'un régime permanent assez stable s'instaure après un peu plus de six secondes, c'est-à-dire un dixième de tour

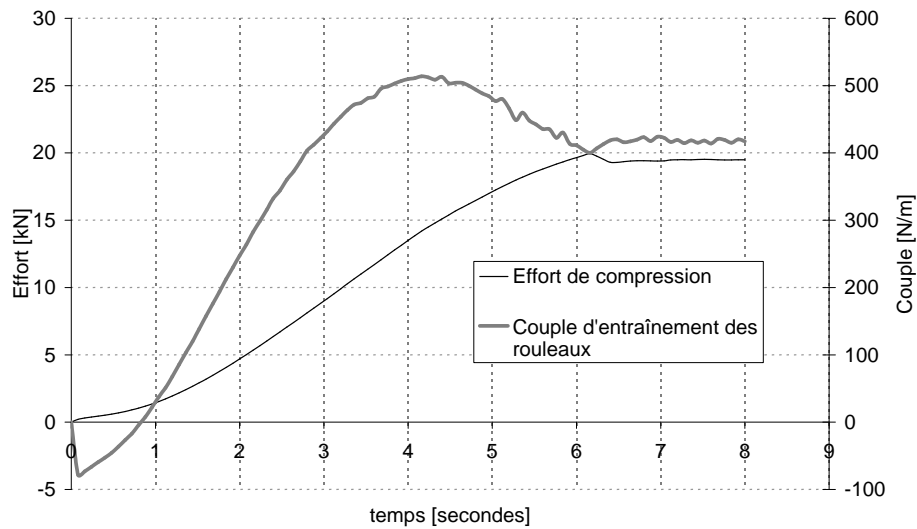


FIG. 8.4 – Stabilisation de l'effort et du couple au cours de la modélisation

de rouleau. De plus, nous pouvons observer que le couple commence par être négatif. Ceci vient du fait que nous avons défini la montée en pression à l'arrière du lit de poudre avant la mise en rotation des rouleaux au tout début du calcul (pour des raisons de convergence des calculs).

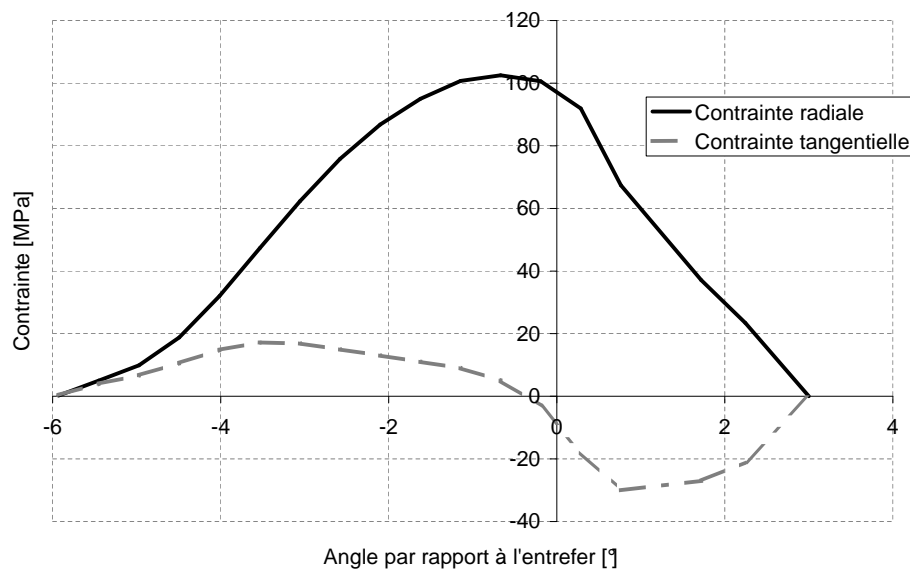


FIG. 8.5 – Evolution des contraintes radiale et tangentielle le long des rouleaux

La figure 8.5 montrent l'évolution de la pression tangentielle et de la pression radiale le long du lit de poudre au cours de la compression, pour une pression d'alimentation de 15 MPa. Ces résultats sont de la même forme que ceux de la littérature.

Nous pouvons à partir des résultats du logiciel déduire le débit massique de poudre en entrée. Pour cela il suffit de lire les valeurs des vitesses et des densités de poudre à

proximité de l'arrière du lit de poudre : nous trouvons pour le cas 15 Mpa / entrefer de 2mm / vitesse des rouleaux de 0.02 rad/s : $Q_m=531 \text{ g.s}^{-1}$, ce qui donne un rapport de prédensification de 5534 g.m^{-2} .

La modélisation numérique pourrait donc être un moyen possible de recherche du rapport de prédensification optimal amenant à une densification du matériau maîtrisée. Néanmoins les calculs restent longs et lourds à mettre en place ; et persiste le problème de la prise en compte des hétérogénéités dans le chargement. C'est ce que nous étudions dans la section suivante.

8.2.4 Pression variable sur la largeur

Pour modéliser le chargement hétérogène dû à la forme de la vis sans fin, nous avons appliqué une pression variable sur la largeur du lit de poudre. La figure 8.6 montre le genre de résultats que l'on peut obtenir par ce moyen.

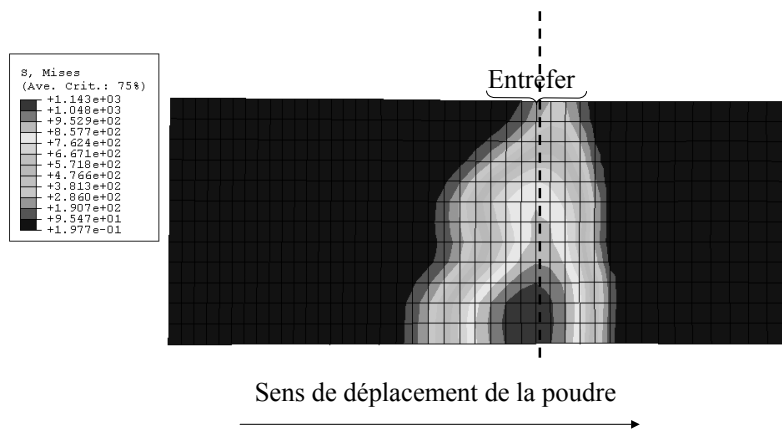


FIG. 8.6 – Pression radiale exercée par les rouleaux sur le lit de poudre

Nous voyons ici que la modélisation en trois dimensions du procédé est réalisable. Néanmoins, cette modélisation présente un certain nombre de limites :

- 1/ Nous ne sommes pas parvenu à descendre dans des valeurs basses d'entrefer
- 2/ Il est difficile de juger de manière fiable de la répartition de pression en fonction des conditions opératoires.
- 3/ Le temps de calcul fait que le balayage des conditions opératoires possibles est long et fastidieux.

Ceci étant dit, La modélisation numérique pourra être utilisée à des fins d'aide à la conception de presses à rouleaux. En effet, si nous reprenons certaines conditions opératoires étudiées expérimentalement et que nous les retrouvons par la modélisation, il suffira

alors de changer la géométrie des rouleaux pour étudier la forme optimale à leur donner en fonction des conditions opératoires et de la poudre de départ. De plus, il faut se souvenir que la poudre que nous avons étudié ici est assez particulière. Les poudres métalliques et minérales ont un comportement plastique en général plus simple (coefficient de frottement quasi constant, coefficient de transmission des contraintes autour de 0.5, chemin de chargement quasi linéaire dans le diagramme (P,Q)). Tout ceci nous amène à penser que la modélisation numérique est loin d'être un outil à laisser de côté.

8.3 Conclusions sur la démarche

Nous l'avons vu, cette démarche est assez complexe à mettre en place. Il faut à la fois effectuer des essais de mesure de comportement de la poudre et, si nous voulons avoir des résultats fiables, mettre en place une étude numérique assez lourde, qui prend du temps et nécessite un niveau d'expertise assez soutenu. Une telle démarche est donc difficilement applicable à la recherche de paramètres optimaux d'utilisation du procédé de compaction des poudres en presse à rouleaux. En effet, l'étude numérique a de grandes chances de prendre plus de temps qu'une étude paramétrique en direct sur une presse pilote ou une presse d'usine. Néanmoins, un tel outil pourra servir pour rechercher une forme optimale à donner aux rouleaux, que ce soit sur la périphérie des rouleaux ou sur la largeur des rouleaux. La modélisation numérique sera donc plus utile à la conception de l'outillage d'une presse qu'à l'étude de l'optimisation du réglage des paramètres opératoires.

Conclusion générale

Résumé et limites de cette étude

Au long de ce travail de thèse, nous avons travaillé sur trois axes : 1/la connaissance d'un produit et de son comportement à la compression ; 2/la recherche des paramètres opératoires optimaux lors d'une opération de compaction sur une poudre donnée ; 3/la caractérisation de la qualité des plaquettes produites par compression en presse à rouleaux, alimentée par une vis sans fin.

C'est ainsi que nous avons développé une presse à rouleaux instrumentée capable de mesurer la pression exercée par la poudre en plusieurs points et en déduire des profils de pression en fonction de la position sur la largeur des rouleaux et de la position angulaire par rapport à l'entrefer. Nous avons pu mettre en évidence les deux paramètres opératoires influents : le rapport d'alimentation (débit d'alimentation / vitesse périphérique des rouleaux) et l'effort exercé sur les rouleaux. Ces deux paramètres ont une influence sur la tenue et l'épaisseur des plaquettes produites, mais aussi sur l'homogénéité des profils de contrainte.

Nous avons cependant montré, par des essais sur les plaquettes, et notamment un essai original de poinçonnage, qu'une hétérogénéité de chargement en phase de compression pouvait se retrouver très atténuée sur les plaquettes relaxées : la cohésion et la densité des plaquettes produites est beaucoup plus homogène sur la largeur que ne le sont les profils de pression mesurés.

Une cartographie des plaquettes produites en fonction des deux paramètres opératoires a été réalisée : sous une certaine pression, les plaquettes produites sont très peu cohésives ; sous un certain rapport d'alimentation, nous produisons des "confettis" ; au delà de ces valeurs, nous avons défini une zone de bon fonctionnement dans laquelle les conditions opératoires permettent de produire des plaquettes cohésives et relativement homogènes. Dans cette zone, nous avons montré que plus la pression ou le rapport d'alimentation étaient élevés, plus la pression subie par le poudre était homogène. Enfin, si l'alimentation est trop rapide par rapport à la vitesse des rouleaux ou si la pression est trop forte, la poudre confinée entre les rouleaux est broyée et le système finit par se bloquer.

Ces résultats donnent des pistes pour la recherche de conditions optimales lors d'une opération de compression en presse à rouleaux. Mais pour ce faire, une presse à rouleau, au moins pilote, est nécessaire. C'est pourquoi nous avons cherché à modéliser le comportement de la poudre à la compression, puis son comportement en conditions réelles dans une presse à rouleaux. Nous avons pour cela utilisé une matrice instrumentée, qui nous a donné les informations nécessaires pour "alimenter" notre code de modélisation

par éléments finis. Le modèle choisi a été le CAP-Model.

A cette occasion nous avons développé une méthode originale de mesure des paramètres élastiques lors de la compression de la poudre en matrice.

Ensuite, nous avons rencontré un certain nombre de difficultés dues au comportement de la poudre pour l'implémentation dans le code : 1/cette poudre est très compressible : en début de compression il faut très peu d'effort pour une grande déformation de la poudre. Ceci est néfaste à la stabilité du calcul ; 2/cette poudre est très élastique et peu cohésive, ce qui la rend difficile à modéliser par éléments finis (les arêtes de poisson se traduisent par une dilatance). D'autres difficultés sont venues du code lui même : il n'a pas de module permettant de donner l'évolution du modèle en fonction de la déformation volumique plastique.

Ainsi, un essai en matrice uniaxiale et la théorie de Johanson, ou un essai en matrice uniaxiale instrumentée et la théorie de Katashinskii et Shtern peuvent être de bons outils pour avoir une idée de la faisabilité du procédé sur un produit donné. Ces théories ne peuvent toutefois ni nous dire quelles valeurs optimales donner aux paramètres opératoires, ni nous renseigner sur la qualité des plaquettes produites.

Ces différentes difficultés nous amènent à conclure que, pour ce genre de poudres en tout cas, mieux vaut avoir une approche plus concrète et expérimentale en se munissant d'une presse et en réalisant le nombre d'essais suffisant pour permettre d'optimiser le choix des paramètres opératoires que sont le débit d'alimentation et la pression appliquée aux rouleaux par la presse.

Suites possibles à donner à ce travail

- Le produit étudié ici est un produit très spécifique. Les produits minéraux ou métalliques n'ont pas le même comportement et pourraient donner un comportement plus stable à la compression en matrice. Ainsi, les dispositifs (presse à rouleaux instrumentée, poinçonnage) et les programmes (subroutines, développements sous Matlab des résultats des essais) développés pendant cette thèse pourraient être appliqués à d'autres produits et mélanges de produits.
- L'état des plaquettes produites lors de la compaction des poudres en presse à rouleaux n'est souvent pas complètement révélateur de l'état des granulés qui seront produits en aval dans le granulateur. Les fines poudres produites lors de la compression et lors du concassage subissent une recirculation. Limiter cette recirculation signifie augmenter le rendement de la production des granulés. C'est en cela que l'étude sur les plaquettes était utile : un bon réglage permet de diminuer la production de fines poudres au cours de la compression. Ce n'est cependant pas tout : il faudrait pousser plus loin l'étude du procédé en mesurant l'influence des paramètres opératoires de la compression et du concassage pour en voir l'effet produit sur les granulés. Ceci pourrait amener vers une étude intéressante de caractérisation des granulés (attrition, dissolution, densité, forme, résistance mécanique, élasticité, etc.). Dans ce but, des essais de compression en matrice, de dissolution, de granulométrie, d'attrition en cellule annulaire, de rupture par impact, et des observations au MEB pourraient être développées.

-
- La microstructure des matériaux a son importance sur leur comportement et leur compressibilité. Un travail dans ce sens pourrait être développé par une approche micro-macro.
 - Nous avons constaté les limites de l'utilisation de l'approche des milieux continus sur l'étude du comportement d'un produit pulvérulent. Pour aller plus avant, nous pourrions tenter d'insérer un réel critère de rupture (qui ne se traduise pas par une dilatance) dans une approche "éléments finis". Dans le même ordre d'idée, peut être qu'une approche par éléments discrets s'avérerait pertinente, et traduirait mieux le comportement du lit de poudre entre les rouleaux (fractures, localisations des contraintes et mouvement de la poudre suivant la largeur des rouleaux).
 - Cette thèse a néanmoins permis de montrer que la modélisation en trois dimensions de la compression de poudres en presse à rouleaux ou de procédé qui s'y apparentent (comme le laminage) est possible et , même si elle reste compliquée à mettre en oeuvre, ouvre la voie à une possible aide à la conception des outillages, en étudiant par exemple la forme optimale à donner aux rouleaux.

Annexe A

Quelques définitions

A.1 Tenseur des contraintes :

Le tenseur des contraintes $\underline{\underline{\sigma}}$ s'écrit :

$$\begin{pmatrix} \sigma_x & \tau_{xy} & \tau_{xz} \\ \tau_{yx} & \sigma_y & \tau_{yz} \\ \tau_{zx} & \tau_{zy} & \sigma_z \end{pmatrix} \quad (\text{A.1})$$

Pression hydrostatique équivalente Nous noterons p cette pression :

$$p = \frac{1}{3} \text{trace}(\underline{\underline{\sigma}}) = \frac{1}{3} \underline{\underline{\sigma}} : \underline{\underline{I}} \quad (\text{A.2})$$

Avec

$$\underline{\underline{I}} = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \quad (\text{A.3})$$

Contrainte déviatoire Nous noterons q cette valeur. Pour calculer q , nous avons besoin de la matrice $\underline{\underline{S}}$ définie comme suit :

$$\underline{\underline{S}} = \underline{\underline{\sigma}} - p \underline{\underline{I}} \quad (\text{A.4})$$

q s'écrit alors :

$$q = \sqrt{\frac{3}{2} \text{trace}(\underline{\underline{S}} : \underline{\underline{S}})} \quad (\text{A.5})$$

Annexe B

Quelques démonstrations

B.1 Relation entre le tenseur des contraintes et le tenseur des déformations

Le tenseur des déformations est supposé être une fonction potentielle de la surface de chargement :

$$\underline{\underline{\varepsilon}} = \lambda \frac{\partial f}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} = \lambda \left(\frac{\partial p^2}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} \psi + \frac{\partial q^2}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} \varphi \right) \quad (\text{B.1})$$

Si nous développons les expressions de p^2 et q^2 et que nous dérivons par rapport à $\underline{\underline{\sigma}}$, nous obtenons :

$$\frac{\partial p^2}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} = \frac{2}{9} \text{trace}(\underline{\underline{\sigma}}) \underline{\underline{I}} \quad (\text{B.2})$$

$$\frac{\partial q^2}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} = 2\underline{\underline{\sigma}} - \frac{2}{3} \text{trace}(\underline{\underline{\sigma}}) \underline{\underline{I}} \quad (\text{B.3})$$

En prenant ces expressions et en les insérant dans (B.1), nous pouvons écrire :

$$\underline{\underline{\varepsilon}} = \frac{2\lambda}{3} \left(\frac{1}{3\psi} \text{trace}(\underline{\underline{\sigma}}) \underline{\underline{I}} + \frac{3\underline{\underline{\sigma}}}{\varphi} - \frac{\text{trace}(\underline{\underline{\sigma}}) \underline{\underline{I}}}{\varphi} \right) = \frac{2\lambda}{3} \left[\text{trace}(\underline{\underline{\sigma}}) \underline{\underline{I}} \left(\frac{1}{3\psi} - \frac{1}{\varphi} \right) + \frac{3}{\varphi} \underline{\underline{\sigma}} \right] \quad (\text{B.4})$$

Ce qui nous donne d'une part :

$$\underline{\underline{\sigma}} = \left[\frac{3}{2\lambda} \underline{\underline{\varepsilon}} - \text{trace}(\underline{\underline{\sigma}}) \underline{\underline{I}} \left(\frac{1}{3\psi} - \frac{1}{\varphi} \right) \right] \frac{\varphi}{3} \quad (\text{B.5})$$

Et d'autre part :

$$\text{trace}(\underline{\underline{\sigma}}) = \left[\frac{3}{2\lambda} \text{trace}(\underline{\underline{\varepsilon}}) - 3 \text{trace}(\underline{\underline{\sigma}}) \left(\frac{1}{3\psi} - \frac{1}{\varphi} \right) \right] \frac{\varphi}{3} \Rightarrow \text{trace}(\underline{\underline{\sigma}}) = \frac{3\psi}{2\lambda} \text{trace}(\underline{\underline{\varepsilon}}) \quad (\text{B.6})$$

En remplaçant $\text{trace}(\underline{\underline{\sigma}})$ dans l'expression (B.5) nous obtenons l'expression de la contrainte en fonction de la déformation :

$$\underline{\underline{\sigma}} = \frac{3}{2\lambda} \left[(\varphi \underline{\underline{\varepsilon}}) + \left(\psi - \frac{\varphi}{3} \right) \text{trace}(\underline{\underline{\varepsilon}}) \underline{\underline{I}} \right] \quad (\text{B.7})$$

B.2 Loi associée

A partir de l'expression B.7, nous pouvons reprendre l'expression de q :

$$q = \sqrt{\frac{3}{2} \text{trace}(\underline{\underline{S}} : \underline{\underline{S}})} \quad (\text{B.8})$$

Or

$$\underline{\underline{S}} = \underline{\underline{\sigma}} - \frac{1}{3} \text{trace}(\underline{\underline{\sigma}}) \underline{\underline{I}} = \frac{\varphi}{2\lambda} [\underline{\underline{\varepsilon}} - \frac{1}{3} \text{trace}(\underline{\underline{\varepsilon}}) \underline{\underline{I}}] \quad (\text{B.9})$$

Nous pourrions dès lors écrire :

$$\underline{\underline{S}} = \frac{\varphi}{2\lambda} \underline{\underline{D}} \quad (\text{B.10})$$

Avec :

$$\underline{\underline{D}} = \underline{\underline{\varepsilon}} - \frac{1}{3} \text{trace}(\underline{\underline{\varepsilon}}) \underline{\underline{I}} \quad (\text{B.11})$$

Ainsi

$$q = \frac{\varphi}{2\lambda} \sqrt{\frac{3}{2} \text{trace}(\underline{\underline{D}} : \underline{\underline{D}})} = \frac{\varphi}{2\lambda} \varepsilon_d \quad (\text{B.12})$$

Avec ε_d la déformation déviatoire :

$$\varepsilon_d = \sqrt{\frac{2}{3} \text{trace}(\underline{\underline{D}} : \underline{\underline{D}})} \quad (\text{B.13})$$

Nous procédons de la même manière pour p :

$$p = \frac{1}{3} \text{trace}(\underline{\underline{\sigma}}) = \frac{\psi}{2\lambda} \text{trace}(\underline{\underline{\varepsilon}}) \quad (\text{B.14})$$

En utilisant l'expression de la déformation volumique :

$$\varepsilon_v = \text{trace}(\underline{\underline{\varepsilon}}) \quad (\text{B.15})$$

nous pouvons écrire :

$$p = \frac{\psi}{2\lambda} \varepsilon_v \quad (\text{B.16})$$

Grace aux expressions de q et de p que nous avons trouvées en B.8 et B.16 , nous avons :

$$\lambda = \frac{\psi}{2p} \varepsilon_v = \frac{\varphi}{2q} \varepsilon_d \quad (\text{B.17})$$

Ainsi nous obtenons l'expression de la loi associée :

$$\psi q \varepsilon_v = \varphi p \varepsilon_d \quad (\text{B.18})$$

Annexe C

Théorie de Shima & Yamada (1984)

Le but de notre étude étant de comprendre le sens exact des différentes hypothèses formulées et leurs conséquences possibles sur les résultats obtenus pour notre type de poudre, nous ne rentrerons pas dans les détails de cette théorie, mais en tracerons seulement les grandes lignes. En effet Shima et Yamada partent de leurs travaux précédents sur la plasticité des métaux (Shima & Oyane 1976, Oyane et al. 1978). Les équations constitutives qu'ils utilisent paraissent donc difficilement applicables à notre cas.

C.1 Equations constitutives du modèle

Les auteurs forment un système d'équations à partir d'un critère de compaction, de plusieurs relations contrainte / déformation et de l'expression du taux de dissipation de l'énergie.

1. Leur critère de compaction, tiré de (Shima & Oyane 1976) donne une relation entre les composantes du tenseur des contraintes et la densité du lit de poudre :

$$S\rho^n = \left(\frac{1}{2}[(\sigma_x - \sigma_y)^2 + (\sigma_y - \sigma_z)^2 + (\sigma_z - \sigma_x)^2 + 6\tau_{xy}^2] + \frac{\sigma_m^2}{f}\right)^{\frac{1}{2}} \quad (\text{C.1})$$

où :

$$- \sigma_m = \frac{\sigma_x + \sigma_y + \sigma_z}{3}$$

$$- f = \frac{1}{a(1 - \rho)^m}$$

- m,n,S et a sont des constantes du matériau

2. Leurs relations contrainte/déformation mettent en présence les contraintes, la densité du matériau et les taux de déformation :

$$\begin{cases} \dot{\varepsilon}_x = \frac{3}{2} \frac{1}{\rho^{2n-1}} \frac{\dot{\varepsilon}}{S} [\sigma_x - (1 - \frac{2}{f^2} \sigma_m)] \\ \dot{\varepsilon}_y = \frac{3}{2} \frac{1}{\rho^{2n-1}} \frac{\dot{\varepsilon}}{S} [\sigma_y - (1 - \frac{2}{f^2} \sigma_m)] \\ \dot{\gamma}_{xy} = \frac{1}{\rho^{2n-1}} \frac{\dot{\varepsilon}}{S} \tau_{xy}. \end{cases} \quad (C.2)$$

où :

$$\begin{aligned} & - \frac{\dot{\varepsilon}}{\rho^{n-1}} \left[\frac{2}{9} [(\dot{\varepsilon}_x - \dot{\varepsilon}_y)^2 + \dot{\varepsilon}_x^2 + \dot{\varepsilon}_y^2 + 3\dot{\gamma}_{xy}^2] + f \dot{\varepsilon}_v^2 \right] \frac{1}{2} \\ & - \dot{\varepsilon}_v = \dot{\varepsilon}_x + \dot{\varepsilon}_y = \frac{1}{\rho^{2n-1}} \frac{\dot{\varepsilon}}{S} \frac{1}{f^2} \sigma_m \end{aligned}$$

3. Les auteurs introduisent ensuite le taux de dissipation d'énergie par unité de volume :

$$\dot{W}_D = \sigma_x \dot{\varepsilon}_x + \sigma_y \dot{\varepsilon}_y + \tau_{xy} \dot{\gamma}_{xy} = \rho \dot{\varepsilon} S \quad (C.3)$$

C.2 Méthode énergétique

L'idée est de minimiser le taux de dissipation de l'énergie totale de compaction, qui est la somme de l'énergie de déformation et de l'énergie perdue par frottements :

$$\dot{\bar{W}} = \dot{\bar{W}}_D + \dot{\bar{W}}_F$$

Les auteurs émettent plusieurs hypothèses :

- les rouleaux sont considérés comme parfaitement rigides
- nous sommes en déformations planes
- la densité est constante sur l'épaisseur
- on connaît la densité "initiale" à l'angle de pincement α : on l'appelle ρ_i

De plus il faut poser un certain nombre d'hypothèses concernant la distribution des vitesses dans le lit de poudre. La Figure C.1 retrace les principales caractéristiques géométriques utilisées par Shima et Yamada :

Suivant y : la vitesse de la poudre en un point donné est supposée de la forme :

$$v = Ay^B + C \quad (C.4)$$

Avec A,B,C des constantes qui deviendront des inconnues du système à résoudre
Suivant x : à la surface des rouleaux, d'après la géométrie de l'ensemble, de la même façon que pour la théorie de Johanson, nous pouvons écrire pour u_s , vitesse de la poudre suivant x à la surface des rouleaux :

$$u_s = v \tan \theta = v \frac{y}{\sqrt{R^2 - y^2}} \quad (C.5)$$

Une nouvelle hypothèse avancée par les auteurs est que la vitesse de la poudre suivant x évolue de manière linéaire le long de l'épaisseur du lit de poudre. Ceci

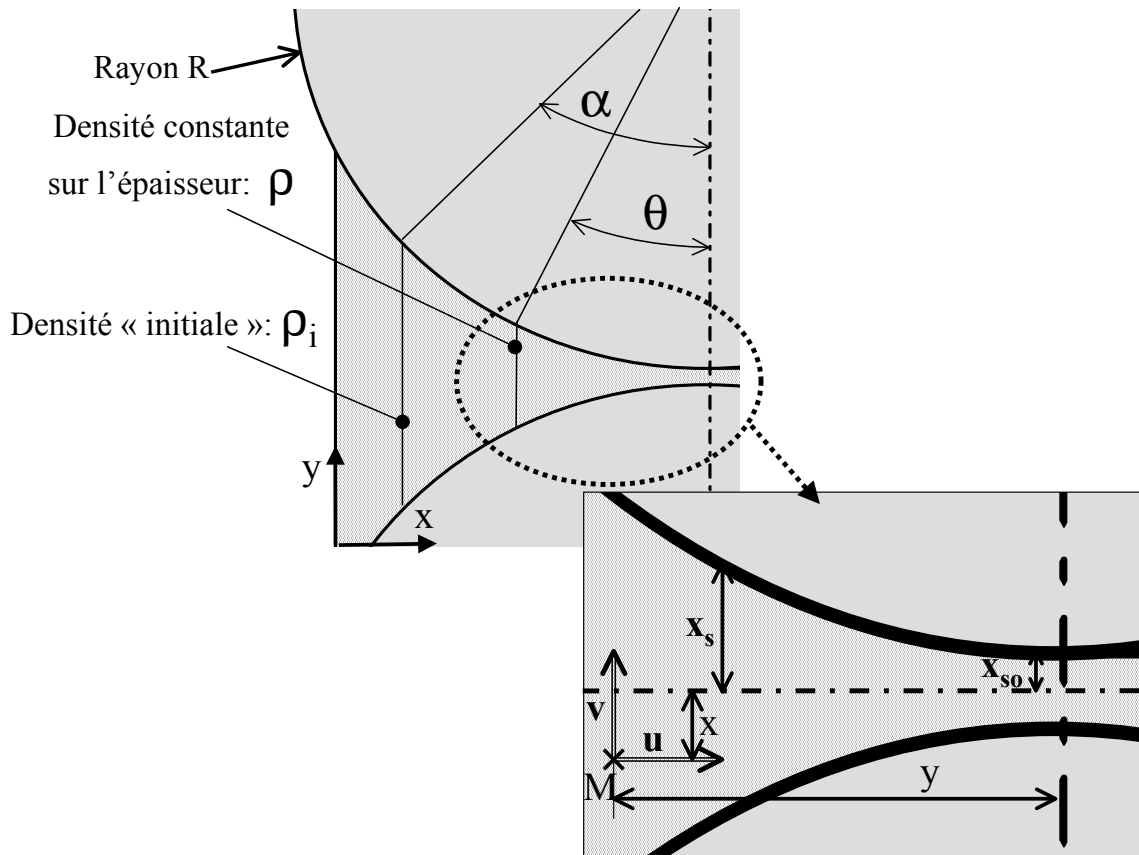


FIG. C.1 – Schéma récapitulatif

leur permet de déduire la valeur de u , vitesse suivant l'axe x , en tout point du lit de poudre :

$$u = u_s \frac{x}{x_s} = v \frac{xy}{x_s \sqrt{R^2 - y^2}} \quad (\text{C.6})$$

Partant des composantes de la vitesse trouvées précédemment (C.6 et C.4), on peut obtenir les composantes du taux de déformation :

– le problème est supposé plan donc

$$\dot{\varepsilon}_z = 0 \quad (\text{C.7})$$

–

$$\dot{\varepsilon}_x = \frac{\partial u}{\partial x} = \frac{v \cdot y}{x_s \sqrt{R^2 - y^2}} \quad (\text{C.8})$$

–

$$\dot{\varepsilon}_y = \frac{\partial v}{\partial y} = A \cdot B \cdot y^{B-1} \quad (\text{C.9})$$

–

$$\dot{\gamma}_{xy} = \frac{\partial u}{\partial y} + \frac{\partial v}{\partial x} = \frac{\partial u}{\partial y} \quad (\text{C.10})$$

car v est indépendant de x

\Rightarrow

$$\dot{\gamma}_{xy} = \frac{x}{x_s^2(R^2 - y^2)^{\frac{3}{2}}} [(A.B.y^B + v)x_s(R^2 - y^2) + vy^2(x_s - \sqrt{R^2 - y^2})] \quad (C.11)$$

C.2.1 Énergie de déformation

On peut à partir de là, lorsqu'on connaît les constantes du critère de compaction du matériau, trouver l'expression du taux de dissipation d'énergie par déformation :

$$\dot{\bar{W}}_D = S \int \rho \dot{\bar{\epsilon}} dV \quad (C.12)$$

Le terme $\dot{\bar{\epsilon}}$ contient un terme en $\dot{\gamma}_{xy}$, qui dépend de x et de y alors que tous les autres termes ne dépendent que de y . Les auteurs proposent donc de simplifier les calculs en définissant un terme de taux de cisaillement moyen sur la hauteur du lit de poudre que l'on substituera dans l'équation C.14 :

$$\dot{\gamma}_{xy}' = \frac{1}{x_s} \int_0^{x_s} \rho \dot{\gamma}_{xy} dx \quad (C.13)$$

Ainsi le taux d'énergie de déformation par unité de largeur s'écrit :

$$\dot{\bar{w}}_D = 2S \int_0^{y_i} \rho \dot{\bar{\epsilon}} x_s dy \quad (C.14)$$

C.2.2 Énergie dissipée par frottement

L'énergie dissipée par frottements est due aux frottements entre la paroi des rouleaux et le lit de poudre. On peut l'exprimer comme suit :

$$\dot{\bar{w}}_F = 2 \int_0^\alpha \tau_f |\Delta v| R d\theta = 2 \int_0^{y_i} \tau_f |\Delta v| \frac{dy}{\cos \theta} \quad (C.15)$$

Où

- τ_f est la contrainte tangentielle entre les rouleaux et la poudre,
- $|\Delta v|$ est la différence des vitesses entre la poudre et la paroi des rouleaux :

$$|\Delta v| = U - \sqrt{u_s^2 + v_s^2} \quad (C.16)$$

avec U la vitesse linéaire de la paroi des rouleaux.

En ce qui concerne la contrainte τ_f , les auteurs ont montré dans un article précédent (Oyane et al. 1978) qu'il pouvait être exprimé à partir de m , constante du matériau et de k , contrainte critique de cisaillement du matériau. k peut être trouvé facilement en posant $\sigma_x = \sigma_y = \sigma_z$ dans l'équation C.1 :

$$k = \frac{S\rho^n}{\sqrt{3}} \quad (C.17)$$

C.2.3 Résolution du système

Ainsi en partant de paramètres connus comme la vitesse des rouleaux à la paroi U , le rayon des rouleaux R , les paramètres du matériau m, n, a et S , et l'entrefer x_{so} (facile à maîtriser si la presse est commandée en déplacement, plus difficile si elle est commandée en effort); en choisissant un angle de pincement (α) qui donnera les valeurs de y_i et x_{si} ; en donnant une densité ρ_i de la poudre au niveau l'angle de pincement (difficile à mesurer et à contrôler), on peut exprimer $\overline{w_D}$ et $\overline{w_F}$ uniquement en fonction de la densité ρ , et des constantes A, B et C . En trouvant A, B et C qui minimisent le taux d'énergie totale de dissipation, on obtient une distribution de densité le long de l'axe y . Il suffit alors de reprendre les équations C.2 pour trouver les distributions des composantes du tenseur des contraintes.

C.3 Conclusion

Cette méthode énergétique qui pouvait paraître a priori très séduisante, s'avère difficile à mettre en place du fait des équations constitutives utilisées, ainsi que de la méthode de minimisation. De plus, l'hypothèse faite sur les vitesses est tout à fait arbitraire. Rien ne dit que le champ des vitesses est ainsi constitué. Enfin, ce modèle est encore une fois en deux dimensions.

Annexe D

Le schéma de résolution explicite

Le schéma de résolution explicite concerne la résolution du modèle par éléments finis. Nous ne pouvons pas avoir accès à cet algorithme dans notre logiciel standard.

ce schéma de résolution est bien adapté à la résolution de problèmes dynamiques. De plus, il est très robuste pour la convergence des solutions aux problèmes quasi-statiques comprenant beaucoup de surfaces de frottement. Par contre, les résultats obtenus sont souvent moins précis, et il faut toujours vérifier, lors des problèmes quasi-statiques, que les valeurs d'accélération ne faussent pas la solution.

le principe de ce schéma est de résoudre l'équation d'équilibre pour l'instant $t+\Delta t$ à partir des données à l'instant t . Ce schéma détermine les variables nodales $u_{t+\Delta t}$ en fonction de ces mêmes variables un incrément de temps plus tôt, ainsi que de leurs dérivées primaires et secondaires par rapport au temps :

$$u_{t+\Delta t} \simeq u_t + \Delta t \dot{u}_t + \Delta t^2 \ddot{u}_t + \Delta t^3 \dddot{u}_t \quad (\text{D.1})$$

Lorsqu'on utilise ce type méthode de résolution, l'incrément de temps choisi ne doit pas être trop élevé pour éviter la divergence des calculs. Il existe un incrément de temps critique de convergence. Le schéma explicite utilise une méthode plus directe que le schéma implicite et de ce fait effectue des calculs plus rapidement (en tout cas sur notre code éléments finis). Le code que nous utilisons met en oeuvre un schéma d'intégration par différences centrales :

$$u^{<i+1>} = u^{<i>} + \Delta t \dot{u}^{<i+1/2>} \quad (\text{D.2})$$

avec

$$\dot{u}^{<i+1/2>} = \dot{u}^{<i-1/2>} + \frac{\Delta t^{<i+1>} + \Delta t^{<i>}}{2} \ddot{u}^{<i>} \quad (\text{D.3})$$

où \dot{u} est la vitesse, \ddot{u} est l'accélération, $<i>$ est le numéro de l'incrément.

La clef de l'efficacité numérique de cette procédure explicite provient du fait que la matrice de masse utilisée pour les calculs est diagonale. Ainsi elle est facile à inverser pour déterminer notamment le terme d'accélération \ddot{u} :

$$\ddot{u} = \underline{\underline{M}}^{-1}(\underline{F}^{<i>} - \underline{I}^{<i>}) \quad (\text{D.4})$$

Où \underline{M} est la matrice de masse, \underline{F} est le vecteur des charges appliquées et \underline{I} est le vecteur des efforts internes. Ainsi, contrairement au schéma implicite, nous n'avons ici besoin ni d'itérations, ni de matrice tangente de rigidité.

La limite de stabilité que nous évoquons plus haut est donnée par :

$$\Delta t_{critique} = L^e / c_d \quad (D.5)$$

où L^e est en général la plus petite dimension des éléments finis (taille caractéristique des éléments) et c_d est la vitesse de propagation d'ondes, que l'on peut approcher par la relation suivante : $c_d = \sqrt{E/\rho}$ où E est le module d'Young et ρ la densité du matériau.

Ainsi avec un module d'Young de 100000 MPa, une densité de 1000 kg.m^{-3} et une taille caractéristique des éléments de 5mm, l'incrément maximum acceptable pour que le calcul converge est de 5.10^{-4} seconde.

Annexe E

Programme Fortran en mode IMPLICITE

Annexe E. Programme Fortran en mode IMPLICITE

```
C      Subroutine adaptée d'un exemple abaqus par Th.Lecompte
      SUBROUTINE USDFLD(FIELD,STATEV,PNEWDT,DIRECT,T,CELENT,
1     TIME,DTIME,CMNAME,ORNAME,NFIELD,NSTATV,NOEL,NPT,LAYER,
2     KSPT,KSTEP,KINC,NDI,NSHR,COORD,JMAC,JMATYP,MATLAYO,
3     LACCFLA)
      INCLUDE 'ABA_PARAM.INC'
      CHARACTER*80 CMNAME,ORNAME
      CHARACTER*3 FLGRAY(15)
      DIMENSION FIELD(NFIELD),STATEV(NSTATV),DIRECT(3,3),
1     IT(3,3),TIME(2)
      DIMENSION ARRAY(15),JARRAY(15),JMAC(*),JMATYP(*),COORD(*)
      REAL EPS, EPSMAX, JRCD
      REAL CELENT,DTIME,PNEWDT
      INTEGER NFIELD, NSTATV, NOEL, NPT, LAYER, KSPT, KSTEP,KINC,NDI,
1     NSHR
      C      parameter ( zero = 0.0)
      C      if ( cmname(1:3) .eq. 'AAD' ) then
      OPEN (unit=100, defaultfile='/tibo/Lag3D/',
1     FILE='USDFIELD_test.TXT',form='formatted', status='old')
      C      Values of current strain:
      CALL
1     GETVRM('E',ARRAY,JARRAY,FLGRAY,JRCD,JMAC,JMATYP,MATLAYO,
      LACCFLA)
      EPS =ABS (ARRAY(1) + ARRAY(2) + ARRAY(3))
      write(100,*) 'EPS', EPS
      C      Maximum value of strain up to this point in time:
      CALL GETVRM('SDV',ARRAY,JARRAY,FLGRAY,JRCD,JMAC
1     ,JMATYP,MATLAYO,LACCFLA)
      EPSMAX =ARRAY(1)
      write(100,*) 'EPSMAX', EPSMAX
      C      Use the max strain as a field variable
      FIELD(1) =MAX (EPS, EPSMAX)
      C      Store the mean strain as a solution dependent state variable
      STATEV(1) = FIELD(1)
      C
      close (unit=100, status='SAVE')
```


Annexe F

Equations particulières de la méthode
utilisée pour la subroutine

TAB. F.1 – Formules particulières de la méthode présentée par Chtourou et al. (2002a,b)

$$f(P, Q, H) = g(P, Q, H) = \sqrt{Q^2 + \left(\frac{P - P_a}{R}\right)^2} - d - P_a \tan \beta$$

$$P = P^e + K \Delta \varepsilon_p \qquad Q = Q^e - 3G \Delta \varepsilon_q$$

$$H = H^e + \Delta H \qquad \text{avec } \Delta H = \frac{-P \Delta \varepsilon_p + Q \Delta \varepsilon_q}{\sqrt{P^2 + Q^2}}$$

$$P_a = \frac{P_b - Rd}{1 + R \tan \beta}$$

Ainsi $\frac{\partial P_a}{\partial H} = \frac{1}{1 + R \tan \beta} \left[\frac{\partial P_b}{\partial H} - \left(d + \frac{P_b - Rd}{1 + R \tan \beta} \right) \frac{\partial R}{\partial H} - R \frac{\partial d}{\partial H} \right]$

TAB. F.2 – Dérivées premières de la surface de charge : formules adaptées de l'article Chtourou et al. (2002a) à la stratégie de résolution proposée par N.Aravas (1987)

$$\frac{\partial f}{\partial P} = \frac{P - P_a}{R^2 \sqrt{Q^2 + \left(\frac{P - P_a}{R}\right)^2}}$$

$$\frac{\partial f}{\partial Q} = \frac{Q}{\sqrt{Q^2 + \left(\frac{P - P_a}{R}\right)^2}}$$

$$\frac{\partial f}{\partial H} = \frac{\partial f}{\partial P_a} \frac{\partial P_a}{\partial H} + \frac{\partial f}{\partial R} \frac{\partial R}{\partial H} + \frac{\partial f}{\partial d} \frac{\partial d}{\partial H}$$

$$= - \frac{P - P_a}{R^2 \sqrt{Q^2 + \left(\frac{P - P_a}{R}\right)^2}} \frac{\partial P_a}{\partial H} - \frac{P - P_a}{R^3 \sqrt{Q^2 + \left(\frac{P - P_a}{R}\right)^2}} \frac{\partial R}{\partial H} - \frac{\partial d}{\partial H}$$

TAB. F.3 – Dérivées secondes de la surface de charge : formules adaptées de l'article de Chtourou et al. (2002a) à la stratégie de résolution proposée par N.Aravas (1987)

$$\begin{aligned} \frac{\partial^2 f}{\partial P^2} &= \frac{1}{R^2 \sqrt{Q^2 + \left(\frac{P - P_a}{R}\right)^2}} - \frac{(P - P_a)^2}{R^4 \left[Q^2 + \left(\frac{P - P_a}{R}\right)^2\right]^{3/2}} \\ \frac{\partial^2 f}{\partial Q^2} &= \frac{1}{\sqrt{Q^2 + \left(\frac{P - P_a}{R}\right)^2}} - \frac{(Q)^2}{\left[Q^2 + \left(\frac{P - P_a}{R}\right)^2\right]^{3/2}} \\ \frac{\partial^2 f}{\partial P \partial H} &= \frac{\partial}{\partial P_a} \left(\frac{\partial f}{\partial P} \right) \frac{\partial P_a}{\partial H} + \frac{\partial}{\partial R} \left(\frac{\partial f}{\partial P} \right) \frac{\partial R}{\partial H} + \frac{\partial}{\partial d} \left(\frac{\partial f}{\partial P} \right) \frac{\partial d}{\partial H} \\ &= \left\{ \frac{(P - P_a)^2}{R^4 \left[Q^2 + \left(\frac{P - P_a}{R}\right)^2\right]^{3/2}} - \frac{1}{R^2 \sqrt{Q^2 + \left(\frac{P - P_a}{R}\right)^2}} \right\} \frac{\partial P_a}{\partial H} \\ &+ \left\{ \frac{(P - P_a)^3}{R^5 \left[Q^2 + \left(\frac{P - P_a}{R}\right)^2\right]^{3/2}} - 2 \frac{P - P_a}{R^3 \sqrt{Q^2 + \left(\frac{P - P_a}{R}\right)^2}} \right\} \frac{\partial R}{\partial H} \\ \frac{\partial^2 f}{\partial Q \partial H} &= \frac{\partial}{\partial P_a} \left(\frac{\partial f}{\partial Q} \right) \frac{\partial P_a}{\partial H} + \frac{\partial}{\partial R} \left(\frac{\partial f}{\partial Q} \right) \frac{\partial R}{\partial H} + \frac{\partial}{\partial d} \left(\frac{\partial f}{\partial Q} \right) \frac{\partial d}{\partial H} \\ &= - \frac{Q(P - P_a)}{R^2 \sqrt{Q^2 + \left(\frac{P - P_a}{R}\right)^2}} \frac{\partial P_a}{\partial H} + \frac{Q(P - P_a)^2}{R^3 \left[Q^2 + \left(\frac{P - P_a}{R}\right)^2\right]^{3/2}} \frac{\partial R}{\partial H} \\ \frac{\partial^2 f}{\partial P \partial Q} &= - \frac{Q(P - P_a)}{R^2 \left[Q^2 + \left(\frac{P - P_a}{R}\right)^2\right]^{3/2}} \frac{\partial P_a}{\partial H} + \frac{Q(P - P_a)^2}{R^3 \left[Q^2 + \left(\frac{P - P_a}{R}\right)^2\right]^{3/2}} \frac{\partial R}{\partial H} \end{aligned}$$

TAB. F.4 – Expressions des critères de convergence et des corrections des déformations plastiques

Critères de convergence

$A_{11} = \frac{\partial g}{\partial Q} + \Delta\varepsilon_p \left[K \frac{\partial^2 g}{\partial Q \partial P} + \frac{\partial^2 g}{\partial Q \partial H} \frac{\partial H}{\partial \Delta\varepsilon_p} \right] + \Delta\varepsilon_q \left[K \frac{\partial^2 g}{\partial P^2} + \frac{\partial^2 g}{\partial P \partial H} \frac{\partial H}{\partial \Delta\varepsilon_p} \right]$
$A_{12} = \frac{\partial g}{\partial P} + \Delta\varepsilon_p \left[-3G \frac{\partial^2 g}{\partial Q^2} + \frac{\partial^2 g}{\partial Q \partial H} \frac{\partial H}{\partial \Delta\varepsilon_q} \right] + \Delta\varepsilon_q \left[-3G \frac{\partial^2 g}{\partial P \partial Q} + \frac{\partial^2 g}{\partial P \partial H} \frac{\partial H}{\partial \Delta\varepsilon_q} \right]$
$A_{21} = K \frac{\partial f}{\partial P} + \frac{\partial f}{\partial H} \frac{\partial H}{\partial \Delta\varepsilon_p} \qquad A_{22} = -3G \frac{\partial f}{\partial Q} + \frac{\partial f}{\partial H} \frac{\partial H}{\partial \Delta\varepsilon_q}$
$A_{11}c_p + A_{12}c_q = -\Delta\varepsilon_p \frac{\partial g}{\partial Q} - \Delta\varepsilon_q \frac{\partial g}{\partial P} \qquad A_{21}c_p + A_{22}c_q = -f$

Corrections de déformation plastique

$c_p = \frac{A_{12}f - A_{22} \left(\Delta\varepsilon_p \frac{\partial g}{\partial Q} + \varepsilon_q \frac{\partial g}{\partial P} \right)}{A_{11}A_{22} - A_{12}A_{21}}$	$c_q = \frac{A_{11}f - A_{21} \left(\Delta\varepsilon_p \frac{\partial g}{\partial Q} + \varepsilon_q \frac{\partial g}{\partial P} \right)}{A_{12}A_{21} - A_{11}A_{22}}$
---	---

Annexe G

Programme Fortran en mode EXPLICITE

```

C
C
C User subroutine VDMAT
C a partir de la subroutine du DEA de Yuan Chen, 2004 ;
C modifiée en Janvier/Fevrier 2005 par Thibaut Lecomte et Yuan Chen
C Methode resolution de Newton Raphson, inspiré de
C CHTOUROU et al.
C
C Modeling of the metal powder compaction process using the cap model. Parts
I & II
C
C Int Tour of Solids and Structures,39(2002) pp1077-1096
C
C Ici (VDMAT)estvariablefresh,for) le CAP densifie mais
C SONT CONSTANTS la cohesion, l'angle, l'excentricité
C SONT VARIABLES les modules élastiques
C
C Read only -
*      subroutine vmat (
*      nblock, ndir, nshr, nstatev, nfieldv, nprops, lanneal,
*      steptime, totaltime, dt, cmmame, coordmp, charlength,
*      props, density, straininc, relSphinc,
*      tempold, stretchold, defgradold, fieldold,
*      stressold, stateold, enerInternold, enerInelasold,
*      tempNew, stretchNew, defgradNew, fieldNew,
C Write only -
*      stressNew, stateNew, enerInternNew, enerInelasNew )
C
C Include 'vaba_param.inc'
C
C dimension props(nprops), density(nblock),
1 coordmp(nblock,*), straininc(nblock,ndir+nshr),
2 charlength(nblock), relSphinc(nblock,ndir+nshr),
3 relSphinc(nblock, nshr), tempold(*),
4 stretchold(nblock, ndir+nshr),
5 defgradold(nblock, ndir+nshr+nshr),
6 fieldold(*), stressold(nblock,ndir+nshr),
7 stateold(nblock,nstatev), enerInternold(nblock),
8 enerInelasold(nblock), tempNew(*),
9 stretchNew(nblock, ndir+nshr), fieldNew(*),
10 defgradNew(nblock, ndir+nshr+nshr),
11 enerInternNew(nblock, ndir+nshr), stateNew(nblock, nstatev),
12 enerInelasNew(nblock)
C
C variables locales
integer iiterNR
real e, xnu, r, alpha, beta, gamma, teta, xpb0, R, W, D
C
C variables physiques
real h2omu, lambda, chreek, Bulk, trishear, consl, xpi, tgrteta
C
C Real XPa, XpD
C
C Variables tensoriels
real trace, sig, xpressel, xpress, ds, xsigegcl, xj1, s, xsigeg, n
real xsig123, xsig456, depsi123, depsi456, sp123, sp156, eqs123, eqs456
integer inc, i123, i456
dimension sig(ndir+nshr), ds(ndir+nshr), n(ndir+nshr)
dimension defvelas(nblock), defvold(nblock)
dimension trOldmp(nblock), trNewmp(nblock), oldpress(nblock)
C
C variables des surfaces
real f1, f2, Fcr, Fcr, Fcl, Pcl, Fcn1, F3
C
C variables des incréments, Newton-Rapson
real depsi, depsi, dtp3, dtp3, depsiini

```

```

real corr3, XERR31, XERR32, XERRC, XTOLB
real H, dH0, dH1
real dFN, dhdP, dhdQ, d2fdq, d2fdq, d2fdp2, d2fdq2, d2fdp4, d2fdq4, d2fdp4
real A11, A12, A21, A22, cp, cq
real dinit, relax
C
C character*80 cmmame
C
C parameter ( zero = 0.0, one = 1.0, two = 2.0, three = 3.0,
1 half = 0.5, third = one / three, twoThds = two / three,
2 trihalfs = 1.5, dixieme = 0.1 )
C
C initialisation des variables locales
iiterNR = 10000
XERRC = 0.0001
XTOLB = 0.005
H=0
C
C Introduction des differents paramètres définissant
C les surfaces du CAP MODEL et leurs évolutions éventuelles dans le temps ou
C avec la densité
if ( cmmame(1:3) .eq. 'CAP' ) then
C
C Limite de traction (pour un cap model classique, cette limite est nulle)
T = props(3)
C
C définition de la ligne de rupture:
C alpha est la cohésion -le d dans DIENNER-
C beta et gamma donnent l'incrovation de la ligne de rupture -
C traditionnellement, ils sont nuls-
teta est l'angle en degrés de droite de rupture
alpha = props(4)
beta = props(5)
gamma = props(6)
teta = props(7)
C
C cap
xpb0 = props(8)
R = props(9)
W = props(10)
D = props(11)
C
C densité initiale (ABAQUS est en tonnes/mm3 cad 1e-9 fois les valeurs qu'on
a l'habitude d'utiliser en Kg/L
dinit = props(12)
C
C calculs de pl et de la tangente de teta en radians
xpi = 4.0 * ATAN(1.0)
tgrteta = tan(teta * xpi / 180.0)
C
C Debut de l'analyse et de la boucle sur chacun des blocs
do 1000 k = 1, nblock
C
C INITIALISATION DES VARIABLES D'ETAT
C
C Les variables d'état apparaissent sous les noms SDV1, SDV2,
SDV3 etc. Pour que le programme dialogue avec ABAQUS,
C il faut cocher DEVPAR dans la définition des propriétés matériau et mettre
le nombre de statev utilisées dans le programme à
C la ligne 'number of solution dependant state variables'
C
C StateNew ou Old(*,1) = H = defvolumiqueplastique deduite de la boucle
de Newton Raphson (voir plus loin)
C StateNew ou Old(*,2) = defvolelastique = defvolelastique calculé à
partir de la densité - H

```

```

C StateNew ou Old(*,3) = relax = 1 si le matériau n'est pas relaxé et
0 si le matériau termine sa relaxation
C StateNew ou Old(*,4) = Pb courant (PEPQ dans la version préintégré
de ABAQUS)
C StateNew ou Old(*,5) = Module d'Young
C StateNew ou Old(*,6) = Coef de Poisson
C
C Ces variables sont utiles pour le bon fonctionnement du prog, pour la
mémorisation et la visualisation sous abaqus et pour les
vérifications d'usage
If (steptime.eq.zero) then
H=0
else
H=stateOld(k,1)
endif
stateNew(k,2) = log(density(k)/dnlr) - H
stateNew(k,3) = stateOld(k,3)
stateNew(k,5) = stateOld(k,5)
stateNew(k,6) = stateOld(k,6)
C
C élasticité: Module Young e, coefficient poisson nu VARIABLES
e = props(1)
*exp(4.5*H)
nu = props(2)
+ 0.35*H
stateNew(k,5) = e
stateNew(k,6) = nu
C Paramètres de LAMB et autres paramètres élastiques
twomu = e / ( one + nu )
alambda = twomu * nu / ( one - two * nu )
threek = e / ( one - two * nu )
Bulk = third * threek
trishalfs = trishalfs * twomu
C
C DEFINITION DE LA DENSIFICATION DU CAP (XPb est la pression isostatique
correspondant au Pb habituellement utilisé)
XPb = W*(exp(H*D)-1.0) + XPb0 +20.0*(H**2.0*H)
XPa = (XPb-R*alpha)/(1.0+R*tgcteta)
stateNew(k,4) = XPb
C Calcul d'une contrainte qui servira de contrainte test à partir des
équations de Lamé
trace = zero
do i123=1,ndir
do i123=1,ndir
trace = trace + straininc(k,i123)
end do
do i123=1,ndir
sig(i123) = stressold(k,i123) + alambda * trace
&
do i456=1,nshr
sig(ndir+i456) = stressold(k,ndir+i456)
&
end do
end do
C Le matériau est considéré comme purement élastique au début de l'analyse
(steptime=0)
If (steptime.eq.zero) then

```

```

do inc=1,ndir*nshr
stressNew(k,inc) = sig(inc)
end do
stateNew(k,1) = stateOld(k,1)
end if
go to 100
C
C Contrainte isostatique de chargement test (P du diagramme PQ)
xpressel = zero
do i123=1,ndir
xpressel = xpressel - third * sig(i123)
end do
C
C Partie déviatorique de la contrainte test
do i123=1,ndir
ds(i123) = sig(i123) + xpressel
end do
do i456=1,nshr
ds(ndir+i456) = sig(ndir+i456)
end do
C
C Contrainte déviatorique de chargement test (Q du diagramme PQ)
xsig123 = zero
do i123=1,ndir
xsig123 = xsig123 + trishalfs * ds(i123)**2.0
end do
do
xsig456 = zero
do i456=1,nshr
xsig456 = xsig456 + threek * ds(ndir+i456)**2.0
end do
xsigqel = sqrt(xsig123 + xsig456)
if (xsigqel.eq.zero) then
do inc=1,ndir*nshr
n(inc) = zero
end do
else
do inc=1,ndir*nshr
n(inc) = trishalfs * ds(inc) / xsigqel
end do
end if
C
C Le premier invariant de contrainte J1 (correspondant à P) et la norme s du
déviateur de contrainte S (correspondant à Q)
xJ1 = xpressel
s = xsigqel
C
C Surface de limite de traction
f1 = T - xJ1
C
C Surface de rupture par cisaillement
Fe = alpha + tgcteta * xJ1 - gamma * EXP(-beta * xJ1)
f2 = s * Fe
FeH = alpha + tgcteta * T - gamma * EXP(-beta * T)
FeH = FeH + (T - xJ1) / tgcteta
C
C Surface de cap
Fel = alpha + tgcteta * XPa - gamma * EXP(-beta * XPa)
Fen1 = Fel + (XPa - xJ1) / tgcteta
Fcl = sqrt(s**2.0 + (xJ1 - XPa)**2.0/R**2.0)

```

```

C
C      F3 = Fcl - Fenl
C      Fcni = Fenl - R**2 * Fcl

C
C      CHOIX DU DOMAINE DU CAP ET TRAITEMENTS DES DONNEES ET DES CALCULS
C
C      domaine 0:elastique
C      if ( f1.lt.zero .and. f2.lt.zero .and. f3.lt.zero ) then
C      do inc=1,ndir+nshr
C      stressNew(k,inc) = sig(inc)
C      end do
C      stateNew(k,1) = stateOld(k,1)
C      go to 100
C      fin du domaine 0:elastique
C      end if

C      domaine 1: rupture traction
C      if (f1.ge.zero) then
C      if (s.le.fcr) then
C      xJ1 = T
C      s = xsigegcl
C      do i123=1,ndir
C      stressNew(k,i123) = twoThds *n(i123) * s - xJ1
C      end do
C      do i456=1,nshr
C      stressNew(k,ndir+i456) = twoThds *n(ndir+i456) * s
C      end do
C      stateNew(k,1) = stateOld(k,1)
C      go to 100
C      fin du domaine 1:traction
C      end if

C      domaine 2:singulier en traction
C      if (f1.ge.zero .and. f2.ge.zero) then
C      if (s.gt.fcr .and. s.lt.fcn) then
C      xJ1 = T
C      s = Fenl
C      do i123=1,ndir
C      stressNew(k,i123) = twoThds *n(i123) * s - xJ1
C      end do
C      do i456=1,nshr
C      stressNew(k,ndir+i456) = twoThds *n(ndir+i456) * s
C      end do
C      stateNew(k,1) = stateOld(k,1)
C      go to 100
C      fin du domaine 2:singulier de traction
C      end if

C      domaine 3: rupture par cisaillement
C      if (f2.ge.zero) then
C      if (s.ge.fcn .and. s.le.fcn1) then
C      xJ1 = (xpressel + T * tgeteta**2.0 + (Fen - Fenl) * tgeteta)
C      / (1.0 + tgeteta**2.0)
C      s = ((xpressel - T) * tgeteta + (Fen - Fenl) * tgeteta**2.0)
C      / (1.0 + tgeteta**2.0) + Fenl
C      do i123=1,ndir
C      stressNew(k,i123) = twoThds *n(i123) * s - xJ1
C      end do
C      do i456=1,nshr

```

```

C      stressNew(k,ndir+i456) = twoThds *n(ndir+i456) * s
C      end do
C      stateNew(k,1) = stateOld(k,1)
C      go to 100
C      fin du domaine 3:cisaillement
C      end if

C      domaine 4:singulier compressif
C      if (f2.ge.zero) then
C      if (s.gt.fcn1) then
C      write(10,*) 'domaine 4:singulier compressif'
C      xJ1 = xpa
C      s = Fenl
C      do i123=1,ndir
C      stressNew(k,i123) = twoThds *n(i123) * s - xJ1
C      end do
C      do i456=1,nshr
C      stressNew(k,ndir+i456) = twoThds *n(ndir+i456) * s
C      end do
C      stateNew(k,1) = stateOld(k,1)
C      go to 100
C      fin du domaine 4:singulier compressif
C      end if

C      domaine 5: CAP
C      if (f3.ge.zero .and. f2.lt.zero) then
C      Début de la boucle pour la méthode de Newton-Raphson
C      initialisation N-R
C      xpress = xpressel
C      xsigeg = xsigegcl
C      incrément de la déformation plastique équivalente
C      depsi123 = zero
C      do i123=1,ndir
C      depsi123 = depsi123 + twoThds*straininc(k,i123)**2.0
C      end do
C      depsi456 = zero
C      do i456=1,nshr
C      depsi456 = depsi456 + twoThds*two*straininc(k,ndir+i456)**2.0
C      end do
C      depsi = sqrt(depsi123 + depsi456)
C      depsi = -3.0*depsi/sqrt(13.0)
C      depsi = 2.0*depsi/sqrt(13.0)
C      dH0 = zero
C      do 55 j3=1, IterNR
C      dpaH = (W**exp(H*D) + 20.0 + 40.0*H)/(1.0+R*tgeteta)
C      CORR3 = sqrt(xsigeg**2.0/(xpress-xpa)**2.0/R**2.0)
C      &
C      dfp3 = (xpress - Xpa)/(R**2.0 *
C      & sqrt(xsigeg**2.0+(xpress-Xpa)**2.0/R**2.0))
C      dfg3 = xsigeg / sqrt(xsigeg**2.0+(xpress-Xpa)**2.0/R**2.0)
C      dfH = -(xpress-Xpa)/(R**2*sqrt(xsigeg**2.0+
C      & (xpress-Xpa)**2.0/R**2.0))-tgeteta*
C      & dpaH
C      dHdp = -sqrt(2.0)*(xpress+BulK*depsi)/Xpb
C      dHdq = sqrt(2.0)*(xsigeg-triahear*depsi)/Xpb
C      d2IdqH = xsigeg*(xpress-Xpa)/(R**2.0*sqrt(xsigeg**2.0+
C      & (xpress-Xpa)**2.0/R**2.0)**3.0)*
C      & dpaH

```


Annexe H

Nomenclature

Cette nomenclature reprend les paramètres les plus utilisés dans la thèse. Les paramètres intermédiaires utilisés uniquement pour faciliter les calculs ou résoudre les équations n'y apparaissent pas.

Lettres minuscules

d	: Paramètre du Cap Model : cohésion
g	: Gravité (9.81 m.s^{-2})
h	: Hauteur du lit de poudre en compression en matrice
h_0	: Valeur de l'entrefer
h_θ ou $h(\theta)$: Hauteur du lit de poudre dans la zone inter-rouleaux à l'angle θ
h_s	: Épaisseur des plaquettes produites
h_x	: Hauteur du lit de poudre dans la zone inter-rouleaux à l'abscisse x
m	: masse d'une tranche de poudre (théorie de Katashinskii et Shtern)
p ou P	: Pression isostatique appelée aussi pression moyenne
p_x	: Valeur algébrique de la contrainte normale appliquée au lit de poudre à l'abscisse x (théorie de Katashinskii et Shtern)
q ou Q	: Contrainte déviatoire
s	: Épaisseur d'une tranche élémentaire de poudre (théorie de Katashinskii et Shtern)
t_x	: Valeur algébrique de la contrainte tangentielle appliquée au lit de poudre à l'abscisse x (théorie de Katashinskii et Shtern)

Lettres majuscules

A	: Angle intermédiaire utilisé dans la théorie de Johanson
C	: Couple exercé par les rouleaux sur le lit de poudre/ Couple nécessaire à l'entraînement d'un rouleau
C_L	: Couple spécifique = C/L
$\underline{\underline{C}}$: Tenseur d'élasticité du quatrième ordre
$\underline{\underline{D}}$: Diamètre des rouleaux (théorie de la compression en presse à rouleaux)
D	: Diamètre de la matrice de compression uniaxiale (comportement de la poudre)
\mathcal{D}	: Paramètre intrinsèque d'écrouissage du lit de poudre (modélisation du comportement de la poudre)
E	: Module d'Young
F	: Effort exercé par la presse à rouleaux sur le lit de poudre
F_L	: Effort Spécifique = F/L
G	: Module de cisaillement élastique
\mathbb{I} ou $\underline{\underline{I}}$: Matrice identité
\mathcal{K}	: Compressibilité d'une poudre (Modèle de Johanson)
K	: Module de compression élastique
L	: Largeur des rouleaux

P ou p	: Pression isostatique appelée aussi pression moyenne
P_o	: Pression de précompaction
P_b	: Paramètre du Cap Model : Pression isostatique
P_θ ou $P(\theta, z)$: Pression radiale exercée par les rouleaux sur le lit de poudre à l'angle θ
Q ou q	: Contrainte déviatoire
Q_m	: Capacité de la presse, appelée aussi débit massique = masse de plaquettes produite par unité de temps
R	: Coefficient de pré-densification
R_c	: Résistance à la rupture par cisaillement
$\underline{\underline{S}}$: Tenseur déviatoire (partie non diagonale du tenseur des contraintes)
\underline{V}_r	: Vitesse périphérique des rouleaux
W	: Paramètre intrinsèque d'écroûissage du lit de poudre (modélisation du comportement de la poudre)

Lettres grecques

α	: Angle de pincement introduit dans la théorie de Johanson
β	: Paramètre du Cap Model : Angle de la droite de rupture
γ_n	: Angle neutre = angle délimitant les zones de compaction et d'éjection, introduit dans la théorie de Katashinskii et Shtern
δ	: Angle de frottement grains/grains pour une poudre donnée
Δl	: Longueur du contact entre une tranche élémentaire de poudre et la surface des rouleaux
$\underline{\underline{\varepsilon}}$: Tenseur des déformations
ε_r	: Déformation radiale (compression en matrice)
ε_z	: Déformation axiale (compression en matrice)
$\varepsilon_{vol}^{plast}$: Déformation volumique plastique
$\varepsilon_{vol}^{elast}$: Déformation volumique élastique
ε_{vol}^{tot} ou ε_{vol}	: Déformation volumique (totale) = $\varepsilon_{vol}^{plast} + \varepsilon_{vol}^{elast}$
θ	: Angle par rapport à l'entrefer
θ_i	: Angle d'entrée de la poudre dans la zone inter-rouleaux
θ_r ou θ_f	: Angle de relaxation
Θ	: Porosité du lit de poudre
λ	: Premier coefficient élastique de Lamé
μ_f	: Coefficient de frottement d'un lit de poudre sur un matériau donné
μ	: Second coefficient élastique de Lamé
ν	: Coefficient de Poisson
ξ	: Glissement de la poudre à la paroi des rouleaux = $1 - V_{poudre}/V_{rouleaux}$
ϖ	: Taux de transmission de contraintes (compression en matrice)
ρ_i	: Densité d'entrée du lit de poudre
ρ_p	: Densité particulaire d'un matériau pulvérulent
ρ_s	: Densité des plaquettes produites
ρ_α	: Densité du lit de poudre à l'angle de pincement α
ρ_θ ou $\rho(\theta)$: Densité du lit de poudre à l'angle θ

$\underline{\underline{\sigma}}$: Tenseur des contraintes
σ_d	: Contrainte de rupture par compression diamétrale
σ_e	: Contrainte d'écoulement d'un milieu poreux
σ_r	: Contrainte radiale (compression en matrice)
σ_s	: Contrainte de rupture par compression simple
σ_t	: Contrainte de rupture par traction simple
σ_x	: Contrainte longitudinale appliquée au lit de poudre à l'abscisse x (théorie de Katashinskii et Shtern)
σ_z	: Contrainte axiale (compression en matrice)
σ_α	: Contrainte moyenne appliquée au lit de poudre à l'angle α (théorie de Johanson)
σ_θ ou $\sigma(\theta)$: Contrainte moyenne appliquée au lit de poudre à l'angle θ (théorie de Johanson)
τ_θ ou $\tau(\theta)$: Contrainte tangentielle exercée par les rouleaux sur la poudre à l'angle θ
v_α	: Volume de la tranche élémentaire de poudre correspondant à l'angle de pincement α
v_α	: Volume de la tranche élémentaire de poudre correspondant à l'angle θ quelconque
ϕ_w	: Angle de frottement grain/paroi, fixe pour une poudre et une paroi donnés (théorie de Johanson)
φ	: Paramètre de plasticité intrinsèque au matériau pulvérulent d'après la définition de Shtern
χ	: Paramètre du Cap Model : Excentricité
ψ	: Paramètre de plasticité intrinsèque au matériau pulvérulent d'après la définition de Shtern

Bibliographie

- Abaqus Version 6.4* (2003), Abaqus Inc., USA, chapter 7.16. Adaptive Meshing, pp. 7.16.1–1 à 7.16.3–13.
- Alvain, O. (2001), Caractérisation, modélisation et simulation numérique de la mise en forme des pièces par compression et frittage de poudres dures, Mécanique : Conception, géomécanique, matériaux, Thèse, Institut national polytechnique de Grenoble.
- Bonnefoy, V. (2001), Modélisation du comportement de poudres métalliques et céramiques en compression, Mécanique : Conception, géomécanique, matériaux, Thèse, Institut national polytechnique de Grenoble.
- Chang, H.-J., Han, H., Lee, K.-H., Joo, S.-H. & Oh, K. (1999), ‘Analysis of densification behavior during roll pressing of dry powder with flat and indentation-type roller’, *Euro PM2003, Modelling* pp. 91–97.
- Chekmarek, A., Klimenko, P. & Vinogradov, G. (1963), ‘Investigation of specific pressure, specific friction and the coefficient of friction during metal powder rolling’, *Sov Powder Metall Met Ceram* pp. 112–115.
- Chen, Y. (2004), Intégration numérique d’une loi de comportement pour la compression des poudres métalliques, Mécanique : Conception, géomécanique, matériaux, Master 2^e année Recherche, Université Joseph Fourier/INPG, Laboratoire 3S, Grenoble.
- Chtourou, H., Guillot, M. & Gakwaya, A. (2002a), ‘Modeling of metal powder compaction process using the cap model. part i. expérimental material caractérisation and validation’, *International Journal of Solids and Structures* **39**, 1059–1075.
- Chtourou, H., Guillot, M. & Gakwaya, A. (2002b), ‘Modeling of metal powder compaction process using the cap model. part ii. numerical implementation and practical applications’, *International Journal of Solids and Structures* **39**, 1077–1096.
- Dec, R. (1987), ‘Tests of new constructionnal solution of device for precompacting process in roll presses’, *20th biennial conference IBA, Albi* pp. 291–298.
- Dec, R. (1995), ‘Problems with processing of fine powders in roll press’, *25th biennial conference IBA, Philadelphia* .
- Dec, R. & Komarek, R. (1992), ‘Expérimental investigations of roll press compaction’, *Powder handling and processing* .

- Dec, R. & Komarek, R. (1997), 'Testing and scaling up compaction process using small laboratory press', *25th biennial conference IBA, Albi* .
- Dec, R., Zavaliangos, A. & Cunningham, J. (2001), 'Comparison of various modeling methods for analysis of powder compaction in roller press', *International agglomeration congress, Albi* pp. 343–352.
- Dehont, F., Hervieu, P., Jérôme, E., Delacourteand, A. & Guyot, J. (1989), 'Briquetting and granulation by compaction new granulator-compactor for the pharmaceutical industrie', *Drug Development and industrial pharmacy* **15**(14-16), 2245–2263.
- Doremus, P., Toussaint, F. & Alvain, O. (2001), 'Simple tests standard procedure for the characterisation of green compacted powder', *Proc. of the Nato Advanced Research Workshop on Recent Developments in Computer Modeling of Powder Metallurgy Processes, Kiev* pp. 29–41.
- Englender, M. (1996), Dea, etude des procédés de granulation : compactage et lit fluidisé ; influence des paramètres opératoires et technologiques sur la qualité des granulés, Pharmacotechnie et biopharmacie, Paris XI.
- Es-Saheb, M. (1992), 'Uniaxial strain rate effects in pharmaceutical powders during cold compaction', *Journal of material science* **27**, 4151–4159.
- Frachon, A. (1998), Simulation numérique de la compression à froid de poudres métalliques en matrice sur les codes de calcul abaqus et castem2000, Mécanique : Conception, géomécanique, matériaux, DEA, Université Joseph Fourier, Laboratoire 3S, Grenoble.
- Frachon, A. (2002), Modélisation et simulation Numérique de la compression en matrice de poudres métalliques, Mécanique : Conception, géomécanique, matériaux, Thèse, Institut national polytechnique de Grenoble.
- Goidin-Jérôme, E., Delacourte, A., Guyot, J., Dehont, F. & Hervieu, P. (1992), 'Modifications des propriétés d'une poudre à l'aide d'un compacteur granulateur', *STP Pharma sciences* **2**(4), 320–324.
- Goubier, H. (2003), Etude de l'influence de la température sur la compressibilité et la résistance à la rupture des matériaux, Rapport de stage de fin d'études, IUT de St Etienne, Ecole des Mines de St Etienne, Centre Spin.
- Gronau, O. & Regener, D. (1997), 'Ultrasonic testing of extruded and rolled green compacts from titanium', *NDT and E International* **30**(6), 351–357.
- Guigon, P. & Simon, O. (2003), 'Correlation between powder-packing properties and roll press compact heterogeneity', *Powder Technology* **4641**, 1–8.
- Gurson, A. & Postero, R. (1992), 'Yield functions for metal powders for use in the numerical simulation of powder compaction', *TMS conference, San Diego* .

-
- Hervieu, P., Dehont, F., Jérôme, E., Delacourte, A. & Guyot, J. (1994), 'Granulation of pharmaceutical powders by compaction, an experimental study', *Drug Development and industrial pharmacy* **20-1**, 65–74.
- Hubert, M., Molnár, A. & Jaššo, I. (2000), 'Contribution to the theory of roll press design', *The third Israeli Conference for Conveying and Handling of Particulate Solids, Israël* pp. 2.29–2.34.
- Inghelberg, S. & Remon, J.-P. (1998), 'Reducing dust and improving granule and tablet quality in the roller compaction process', *International Journal of Pharmaceutics* **171**, 195–206.
- Jenike, A. & Shield, R. (1959), 'On the plastic flow of coulomb solids beyond original failure', *Journal of applied mechanics* **E(81)**, 599–602.
- Johanson, J. (1965*a*), 'Factors influencing the design of roll-type briquetting presses', *9th biennial conference IBA* pp. 17–31.
- Johanson, J. (1965*b*), 'A rolling theory for granular solids', *J. Appl. Mech. Series E* **1(32)**, 842–845.
- Jérôme, E., Delacourte, A., Leterme, P. & Guyot, J. (1991), 'The measurement of resulting force on a roll compactor', *Drug Development and industrial pharmacy* **17(12)**, 1571–1591.
- Kadau, D., Bartels, G., Brendel, L. & Wolf, D. (1971), 'Material model for granular soils', *Journal of Engineering Mechanics Division* pp. 935–950.
- Katashinskii, V. & Shtern, M. (1983*a*), 'Stress-strain state of powder being rolled in densification zone', *Sov Powder Metall Met Ceram* **22(11)**, 882–885.
- Katashinskii, V. & Shtern, M. (1983*b*), 'Stress-strain state of powder being rolled in densification zone', *Sov Powder Metall Met Ceram* **22(12)**, 972–976.
- Katashinskii, V. & Vinogradov, G. (1965), 'A method of studying specific friction forces and pressures in the rolling of metal powders', *Sov Powder Metall Met Ceram* **1**, 91–94.
- Katashinskii, V. & Vinogradov, G. (1966), 'Study of specific pressure during metal powder rolling', *Sov Powder Metall Met Ceram* pp. 189–193.
- Katrus, O. & Radchenko, A. (1983), 'Effect of the surface roughness of rolls and relative density of powder on the strip thickness and density', *Sov Powder Metall Met Ceram* pp. 976–978.
- Kuhn, A. & Downey, C. (1971), 'Deformation characteristics and plasticity theory for sintered powder materials', *International Journal of Powder Metallurgy* **7(1)**, 15–25.
- Kuleshov, I. (1985), 'Photoelastic investigation of contact stresses in metal powder rolling', *Sov Powder Metall Met Ceram* pp. 23–25.

- Lammens, R. & Pörtner, C. (2000), 'Control of product quality during dry granulation', *Proceedings of 3rd World Meeting APV/APGI, Berlin* pp. 69–70.
- Lecompte, T., Doremus, P., Thomas, G., Perier-Camby, L., LeThiesse, J.-C., Masteau, J.-C. & Debove, L. (2005), 'Dry granulation of organic powders - dependence of pressure 2d-distribution on different process parameters', *Chemical Engineering Science à paraître*.
- Martynova, I. & Shtern, M. (1978), 'Plasticity equation of porous body taking account true deformations of the base material', *Poroshkovaya Metallurgiya* **1(181)**, 23–29.
- Masaki, S., Hirohata, T. & Haga, T. (1997), 'Characteristics of electrolytic copper compaction by differential speed rolling', *JMSE International Journal* **40(3)**, 518–524.
- Michel, B. (1994), Contribution à l'étude de l'agglomération des poudres en presse à rouleaux lisses, Génie des procédés industriels, Thèse, Université Technologique de Compiègne.
- Mosbah (1995), Etude expérimentale et modélisation du comportement de poudres métalliques au cours du compactage en matrice fermée, Mécanique : Conception, géomécanique, matériaux, Thèse, Université Joseph Fourier, Laboratoire 3S, Grenoble.
- N. Aravas (1987), 'On the numerical integration of a class of pressure-dependent plasticity models', *International Journal for numerical methods in engineering* **24**, 1395–1416.
- Oyane, M., Shima, S. & Tabata, T. (1978), 'Considération of basic equations and their application in the forming of metal powders and porous metals', *Journal of mechanical working technology* **1**, 325.
- Park, S.-J., Han, H., Oh, K. & Lee, D. (1999), '???', *International Journal of Mechanical Sciences* **41**, 121–141.
- Pavier, E. (1998), Caractérisation du comportement d'une poudre de fer pour le procédé de compression en matrice, Mécanique : Conception, géomécanique, matériaux, Thèse, Institut national polytechnique de Grenoble.
- Petit-Renaud, A. (1998), Compaction des poudres en presse à rouleaux lisses alimentée par une vis horizontale, Génie des procédés industriels, Thèse, Université Technologique de Compiègne.
- Pietsch, W. (1976), *Roll Pressing*, Heyden and son, London.
- Pietsch, W. (1991), *Size Enlargement by Agglomeration*, Wiley, New York.
- Pietsch, W. (1996), 'Successfully use agglomeration for size enlargement', *chemical engineering progress* **4**, 29–45.
- R.T. Dec, R. K. (1990), 'Roll press design for powder and bulk solids', *15th powder and bulk solids* pp. 125–136.

-
- Serris, E. (2002), Influence des conditions de compression sur les propriétés physico-Chimiques des comprimés issus de poudres organiques, Génie des procédés, Thèse, Ecole Nationale Supérieure des Mines de St Etienne.
- Sheskey, P. & Hendren, J. (1999), 'The effects of roll compaction equipment variables, granulation technique, and hpmc polymer level on a controlled-release matrix model drug formulation', *Pharmaceutical technology* **20-1**, 90–104.
- Shima, S. & Oyane, M. (1976), 'Plasticity theory for porous metals', *International Journal of Mechanical Sciences* **18**, 285.
- Shima, S. & Yamada, M. (1984), 'Compaction of metal powder by rolling', *Powder Metallurgy* **27**(1), 39–44.
- Shtern, M. (1982), 'Plane deformation characteristics of compressible materials', *Poroshkovaya Metallurgiya* **3(231)**, 14–21.
- Simon, O. (2000), Etude expérimentale de l'interaction alimentation/compaction dans une presse à rouleaux lisses alimentée par une vis horizontale, Génie des procédés industriels, Thèse, Université Technologique de Compiègne.
- Simon, O. & Guigon, P. (2003), 'Roll press design - influence of force feed systems on compaction', *Powder Technology* **4609**, 1–8.
- Sinka, I., Cunningham, J. & Zavaliangos, A. (2003), 'The effect of wall friction in the compaction of pharmaceutical tablets with curved faces : a validation study of the drucker-prager cap model', *Powder Technology* **133**, 33–43.
- Skorochoodov, V. (1972), *Fondement Rhéologique de la Théorie Du Frittage*.
- Sokolovski, V. (1960), *Statics of soil media*, Butterworths Scientific publications, pp. 15–18.
- Solanen, J., Salmi, K., Hakanen, A., Laine, E. & Linsaari, K. (1997), 'Monitoring the acoustic activity of a pharmaceutical powder during roller compaction', *International Journal of Pharmaceutics* pp. 257–261.
- Spinov, V. & Vinogradov, G. (1967), 'Influence of air in the rolling of powders', *Sov Powder Metall Met Ceram* **2**, 685–688.
- Timoshenko, S. (1961), *Théorie de l'élasticité*, Librairie Polytechnique Ch.Béranger, Paris et Liège, chapter XIII, pp. 413–417.
- Toussaint, F. (2001), Etude expérimentale et simulation numérique de la mise en forme par compression et frittage de poudres, Mécanique : Conception, géomécanique, matériaux, Thèse, Institut National Polytechnique de Grenoble.
- Tundermann, J. & Singer, R. (1968), 'The flow of iron powder during roll compaction', *Powder Metallurgy* **11**(22), 261–294.

- Tundermann, J. & Singer, R. (1969), 'Deformation and densification during the rolling of metal powders', *Powder Metallurgy* **12**(23), 219–242.
- Vinogradov, G. (2002), 'Theory and practice of rolling metal powders', *Powder Metall Met Ceram* **41**(9-10), 517–525.
- Zavaliangos, A., Dec, R. & Komarek, R. (2003), 'Analysis of powder processing in the roller press using finite element modeling', *XXI international Mineral Congress* .
- Zinchuk, A., Mullarney, M. & Hancock, B. (2004), 'Simulation of roller compaction using a laboratory scale compaction simulator', *International Journal of Pharmaceutics* **269**, 403–415.