



HAL
open science

Granulation sèche des poudres : Influence des paramètres du procédé

Thibaut Lecompte, Pierre Dorémus, Gérard Thomas, Jean-Claude Le Thiesse, Laurent Périer-Camby, Jean-Claude Masteau, Laurent Debove

► **To cite this version:**

Thibaut Lecompte, Pierre Dorémus, Gérard Thomas, Jean-Claude Le Thiesse, Laurent Périer-Camby, et al.. Granulation sèche des poudres : Influence des paramètres du procédé. 9e congrès de la SFGP. "Du rayonnement scientifique à la diffusion des technologies", Sep 2003, Saint-Nazaire, France. T2-23 pp. 183-190. hal-00841200

HAL Id: hal-00841200

<https://hal.science/hal-00841200>

Submitted on 27 Sep 2013

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.

GRANULATION SECHE DES POUDRES : INFLUENCE DES PARAMETRES DU PROCEDE

Thibaut Lecompte^{1*}, Pierre Doremus¹, Gérard Thomas², Jean-Claude Le Thiesse³, Laurent Perier-Camby², Jean-Claude Masteau³ et Laurent Debove¹

1- Laboratoire 3S, INPG, 1025 rue de la piscine, 38041 St Martin d'Hères

**lecompte@hmg.inpg.fr*

*2- Laboratoire Spin, Ecole Nationale Supérieure des Mines de St Etienne, 158 Cours Fauriel
42023 St Etienne*

3- Rhodia, Centre de recherche de Lyon, 55 av. des frères Perret, 69190 St Fons

Résumé. Dans un but d'optimisation du procédé de granulation sèche de poudres, une presse à rouleaux instrumentée a été développée. Une première campagne d'essais a permis de visualiser le profil des contraintes à la surface des rouleaux en fonction de l'angle de rotation, ainsi que l'allure des différents paramètres (couple, effort, entrefer) au cours de l'essai.

INTRODUCTION

L'étude développée porte sur le compactage des poudres en presse à rouleaux. Cette technologie permet la densification de poudres ou de solides divisés par application d'une contrainte. Actuellement le traitement des pulvérulents en grains (tous procédés confondus) dans l'industrie est de l'ordre de la dizaine de milliards de tonnes par an. Bien que ce procédé soit utilisé depuis un grand nombre d'années et dans plusieurs secteurs industriels, il reste assez peu étudié. Et même s'il est simple à mettre en œuvre, il met en jeu un grand nombre de paramètres, qui ne sont pas toujours bien maîtrisés.

Le but de notre étude est donc de chercher à mieux appréhender les phénomènes intervenant dans ce procédé de compaction en vue de la production de granulés. Pour ce faire, une presse à rouleaux instrumentée a été développée, qui va permettre de visualiser le profil des contraintes à la surface des rouleaux, ainsi que la valeur de certains paramètres : le couple subi par les rouleaux, l'entrefer ou le défaut de parallélisme des rouleaux.

Nous pouvons décliner la granulation de poudre en trois étapes : 1/ l'acheminement de la poudre entre les rouleaux, 2/ le compactage de la poudre sous forme de plaquettes, 3/ Le concassage des plaquettes sous forme de granulés. L'étape d'acheminement peut se faire de deux manières différentes : par gravité ou forcée par une ou plusieurs vis sans fin [1]. Pour étudier l'influence des différents paramètres de la presse sur les caractéristiques des compacts, il était nécessaire de choisir une alimentation forcée, qui permet un débit de poudre et un gavage beaucoup plus réguliers. L'étape de compactage consiste à densifier la poudre entre deux rouleaux, eux mêmes placés sous une presse. L'étape de concassage ne sera pas traitée dans le présent article.

Johanson [2][3] et Katashinskii & Shtern [4][5] montrent dans leurs théories de la compaction en presse à rouleaux que plus le diamètre des rouleaux est grand, plus les propriétés de cohésion des compacts produits sont satisfaisantes. Ceci a aussi été récemment corroboré par les recherches de Serris [6] en compression uniaxiale sur plusieurs poudres à comportement viscoplastique : l'auteur a montré qu'une augmentation du temps de mise sous pression et du temps de maintien en pression induisait une augmentation de la cohésion des

compacts. Or il a été démontré [2][3] que la zone de compaction sur une presse à rouleaux dépendait d'un angle de pincement, indépendant du diamètre des rouleaux. Ainsi, si on augmente le diamètre des rouleaux la zone de compaction sera plus étendue et le temps de maintien en pression de la poudre sera plus long. De ce fait les compacts en sortie risquent d'être plus cohésifs. Le Tableau 1 dresse l'inventaire des différents diamètres de rouleaux choisis en expérimentation dans la littérature.

Tableau 1. Principales expériences de compactage dans la littérature

| Référence | Diamètre des rouleaux (mm) | Largeur des rouleaux (mm) | Vitesse de la surface des rouleaux (cm.s ⁻¹) |
|-------------------------|----------------------------|---------------------------|--|
| Simon, 2000 [7] | 130 | 50 | 0-10 |
| Michel, 1994 [8] | 100 | 46 | 0-10 |
| Dec, 1992 [9] | 304.8 | 50.8 | 4.8 |
| Jérôme, 1991 [10] | 250 | 40 | 4.3-35.3 |
| Shima, 1984 [11] | 80 | 20.2 | 1.6-1 |
| Tundermann, 1968 [12] | 85.2 | 50.8 | 0-66.9 |
| Katashinskii, 1965 [13] | 175 | 38-79 | 2.8 |

Dans la plupart des cas, les auteurs ont choisi des rouleaux de diamètre assez faible. Ces diamètres correspondent aux presses de laboratoire que l'on peut trouver dans le commerce. L'originalité de la présente étude réside donc dans le fait que la presse à rouleaux a été complètement développée au laboratoire, dans le souci de se rapprocher au maximum des conditions d'utilisation industrielles de ce procédé : les rouleaux développés ont été choisis de grand diamètre et d'une largeur permettant de s'affranchir des effets de bord, sous une presse pouvant exercer un effort de 50000daN. Ce montage permet d'élargir le domaine d'étude expérimentale et les résultats obtenus sont plus fiables pour une extrapolation vers les presses industrielles.

TECHNOLOGIE DE LA PRESSE

La Figure 1 donne un aperçu du montage.

1. Alimentation : Trémie et vis sans fin (Fig. 1, Rep.1)

Simon [7] a montré que le type d'alimentation utilisé pouvait avoir une influence sur la variation au cours d'un même essai de l'épaisseur des plaquettes produites ainsi que sur leur homogénéité. Selon l'auteur, l'alimentation réalisée par une vis sans fin n'est ni parfaitement stable ni homogène. Ceci dit, afin de se rapprocher des conditions industrielles classiques, il a été choisi de réaliser l'acheminement de la poudre entre les rouleaux par une vis sans fin horizontale.

1.1. Dimensions de la vis de gavage.

La vis sans fin a un diamètre intérieur de 10 mm, un diamètre extérieur de 38 mm et un pas constant de 20 mm. Le moteur de la vis sans fin a été choisi pour être capable d'atteindre 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.

1.2 Désaération

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 de la vitesse d'alimentation.

2. Compaction : Presse et rouleaux

2.1. La presse (Fig. 1, Rep.2)

La presse sous laquelle vient s'insérer le montage des rouleaux peut exercer un effort compris entre 0 et 50 000 daN. Cette presse est asservie en effort ou en déplacement.

2.2. Dimension des rouleaux (Fig. 1, Rep.3)

Au vu des remarques formulées en introduction les rouleaux utilisés font 240 mm de diamètre. Ils sont donc parmi les plus grands jamais utilisés.

Le choix de la largeur des rouleaux répond à un compromis entre la volonté de s'affranchir des effets de bord au centre des rouleaux et la volonté de limiter le couple nécessaire à leur entraînement. Leur largeur est de 50 mm. La charge linéique exercée à la surface des rouleaux pourra donc varier de 0 à 10^4 daN.cm⁻¹. Les rouleaux ont été choisis lisses afin de faciliter sa définition géométrique en vue d'une modélisation numérique du procédé.

2.3. Technologie du montage

Il existe deux types possibles de montage 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.

2.4. Entraînement des rouleaux (Fig. 1, Rep. 4)

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 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 30 tr.min⁻¹ (vitesse à la surface des rouleaux de 37.7 cm.s⁻¹), avec un couple pouvant atteindre 1000 N.m sur chaque rouleau.

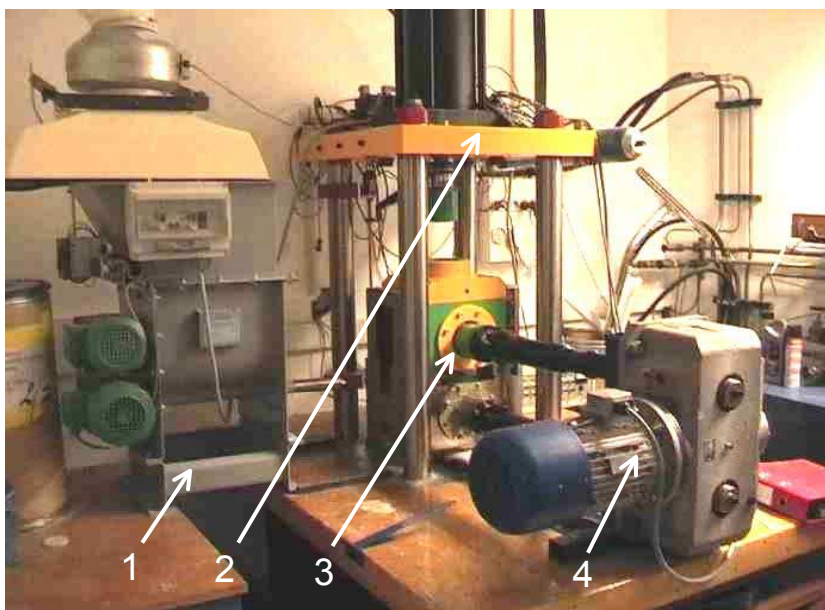


Figure 1. Vue d'ensemble du montage.

INSTRUMENTATION

Les paramètres intéressants à visualiser au cours de la compaction sont : le couple exercé par chaque rouleau sur le lit de poudre, l'effort exercé par la presse, l'entrefer et bien sûr la pression exercée par la poudre à la surface des rouleaux. Pour ce faire sont utilisés un certain nombre de capteurs classiques et simples à mettre en place. Un montage de mesure de pression original a aussi été développé, permettant la mesure de la pression en trois points du rouleau.

1. Des capteurs classiques...

Le Tableau 2 et la Figure 2 présentent la liste et l'emplacement des différents capteurs utilisés sur le montage.

Tableau 2. Les capteurs « classiques »

| Type de capteur | Technologie | Mesure réalisée | Plage de mesure | Sensibilité |
|---------------------------|-------------------------|--|-----------------|-------------|
| Couple-mètre | A jauges de déformation | Couple exercé en sortie du moto-réducteur | 0 à 1000 Nm | <1 N.m |
| 2 Capteurs de déplacement | LVDT | Entrefer et parallélisme entre les rouleaux (mesure indirecte) | -2,5 à 2,5 mm | 1µm |
| Capteur de force | A jauges de déformation | Effort exercé par la presse sur les rouleaux | 0 à 50 000 daN | 100 daN |
| Capteur de déplacement | Magnétostrictif | Déplacement du poinçon 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° |

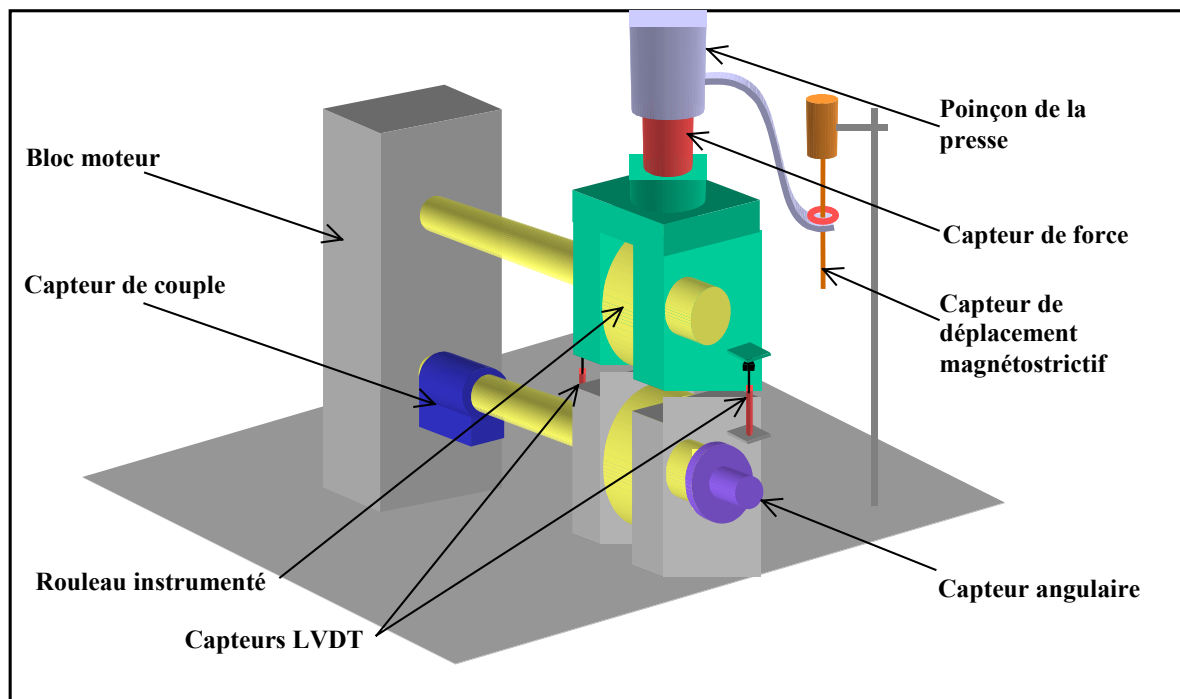


Figure 2. Emplacement des différents capteurs

2. Mesure de la contrainte à la surface des rouleaux

Trois capteurs de pression ont été installés. Ces capteurs donnent une image de la pression à divers endroits sur le rouleau. Ils ont donc été placés à 120° les uns par rapport aux autres et plus ou moins éloignés du plan de symétrie des rouleaux (Figure 3).

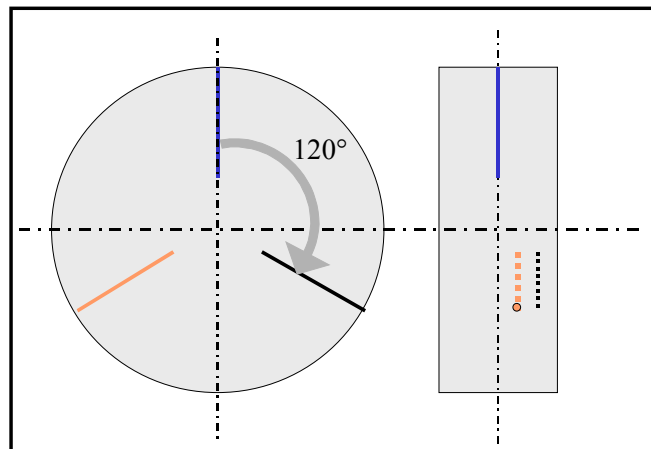


Figure 3. Disposition des tiges de mesure

À la surface des rouleaux, une tige de deux millimètres de diamètre vient en contact avec la poudre. À l'autre extrémité, la tige est en appui sur une plaque qui de ce fait se retrouve en flexion trois points et fléchit plus ou moins selon l'effort qu'elle subit. Sous cette plaque est disposée une jauge de déformation. Les fils soudés à cette jauge passent au centre de l'arbre supportant les rouleaux et sont connectés à un pont Vishay® par l'intermédiaire d'un collecteur à balais.

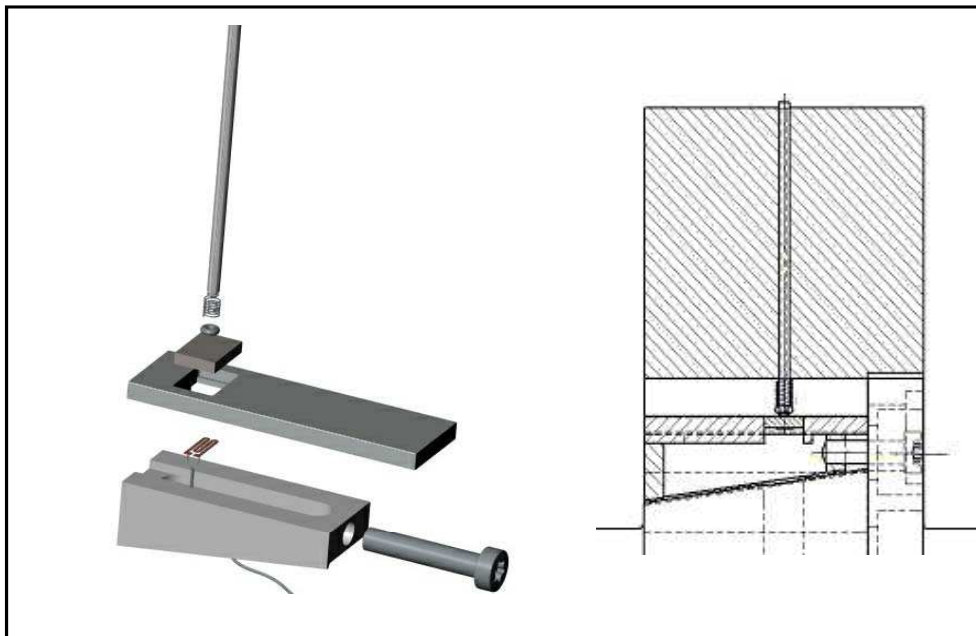


Figure 4. Dispositif de mesure de pression sur les rouleaux.

RESULTATS

Une première campagne d'essais a été réalisée sur des poudres organiques de type semblable à celles utilisées par Serris [6].

1. Contrainte radiale sur les rouleaux

La figure 5 expose les résultats expérimentaux obtenus en faisant varier l'effort exercé par la presse sur les rouleaux. L'angle nul correspond à l'entrefer:

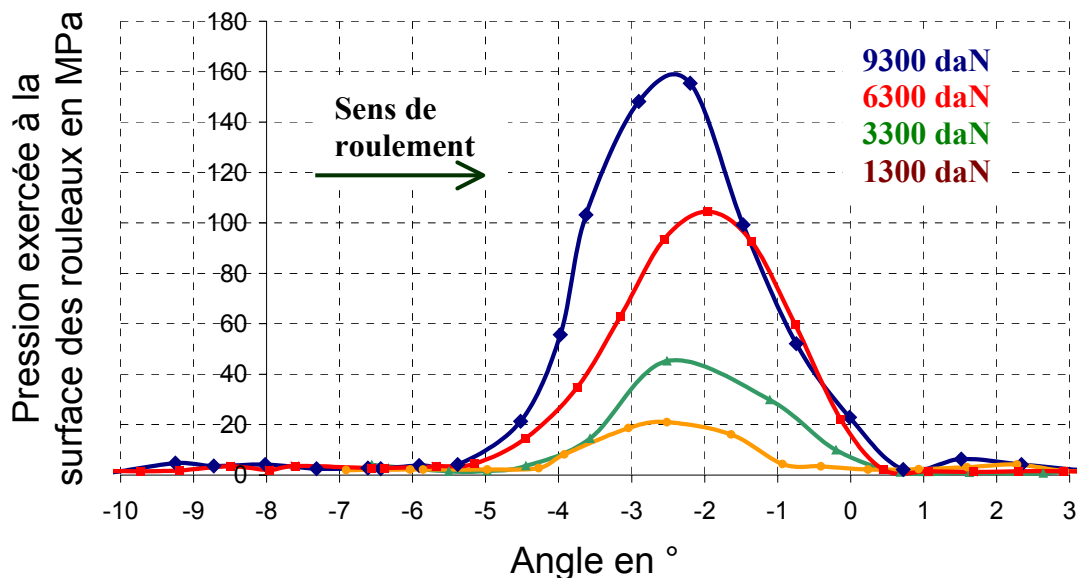


Figure 5. Profils de contrainte à la surface des rouleaux pour différents efforts de la presse, à vitesses d'alimentation et de compaction constantes.

Contrairement à ce qui est décrit dans la littérature [14], les profils de contrainte ne sont pas vraiment asymétriques. Par contre, ils ne sont pas centrés sur l'entrefer, mais présentent un maximum pour un angle situé autour de 2 degrés en amont de l'entrefer. On remarque de plus que l'angle à partir duquel la pression augmente croît effectivement avec l'effort exercé sur les rouleaux.

2. Couple et Entrefer

L'entrefer et le couple ont été mesurés en faisant varier la vitesse de rotation de la vis sans fin entre 0 et 71 tr/mn, pour trois vitesses de rotation des rouleaux différentes (2.52, 5.1 et 10.2 tours par minute) et un effort linéique variant de 210 daN/cm à 2010 daN/cm. Les résultats obtenus sont consignés sur la figure 6. La difficulté consiste à établir un régime permanent pour lequel le couple et l'entrefer varient autour d'une valeur constante. En effet, ce régime demande parfois plusieurs dizaines de rotations avant de se mettre en place.

Les valeurs de couple mesurées ont une assez forte variation (de l'ordre de 20 % pour une vitesse de la vis sans fin de 50 tr/mn). Ceci peut s'expliquer par le fait que l'alimentation est réalisée avec une monovis, qui induit des variations de pression de précompaction sur une période correspondant à un tour de vis, comme l'a décrit Simon [7]. De plus ce couple n'est pas nul lorsqu'on n'alimente pas en poudre : il y a un couple résistant du montage à vide de l'ordre de 35N.m.

L'entrefer et le couple semblent croître linéairement avec le rapport des vitesses de rotation ($N_{\text{vis}}/N_{\text{rouleaux}}$). Ce résultat paraît logique en ce qui concerne l'entrefer. En effet, si on augmente la vitesse de la vis sans fin, on augmente le débit d'alimentation. Il faudra donc

pour un même taux de compaction de la poudre augmenter le débit de poudre entraînée par les des rouleaux. Ceci se traduit par une augmentation de l'entrefer. En ce qui concerne le couple, le phénomène est un peu plus difficile à comprendre. Le couple résultant sur les rouleaux est une image des efforts tangentiels exercés par la poudre sur les rouleaux. Si on considère que les frottements poudre / paroi suivent le modèle de Coulomb, alors pour un même effort normal appliqué à la poudre, l'effort tangential ne varie pas. Cette variation du couple pourrait donc venir d'une variation du coefficient de frottement poudre/paroi avec la pression de précompaction.

Enfin il est à souligner que pour un même rapport des vitesses, une variation de la vitesse de rotation des rouleaux n'a pas d'influence sur les valeurs du couple et de l'entrefer.

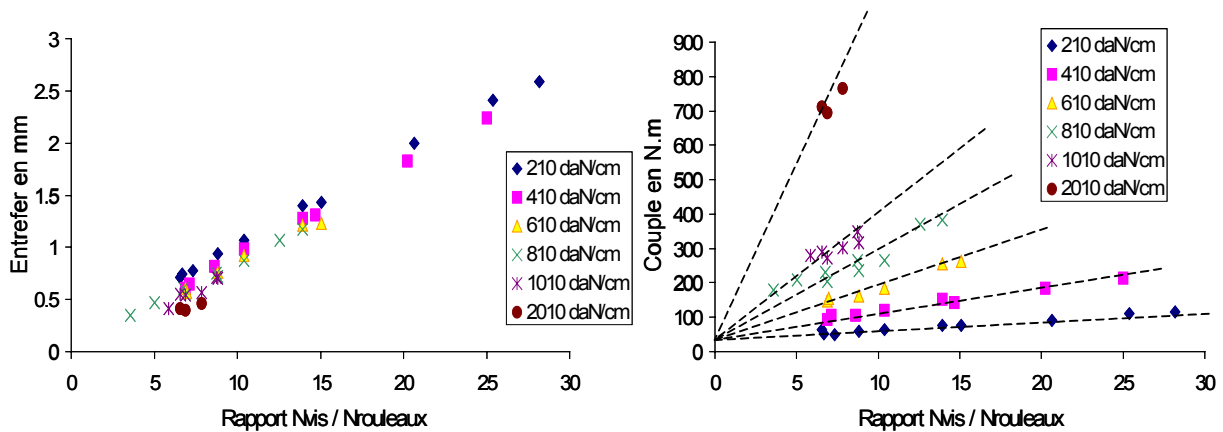


Figure 6. Evolution de l'entrefer et du couple résultant suivant le débit d'alimentation

La figure 7 montre l'évolution de l'entrefer et du couple résultant pour des valeurs d'effort linéique allant de 210 daN/cm à 2010 daN/cm et un rapport des vitesses de rotation ($N_{vis}/N_{rouleaux}$) constant, égal à 7,5. Le couple augmente linéairement, ce qui tendrait à confirmer la validité du modèle de Coulomb pour l'interface poudre / paroi. L'entrefer, quand à lui, semble diminuer linéairement. Ceci implique une augmentation linéaire de la densité des compacts produits. La mesure de cette densité lors d'essais ultérieurs devrait nous éclairer sur ce sujet.

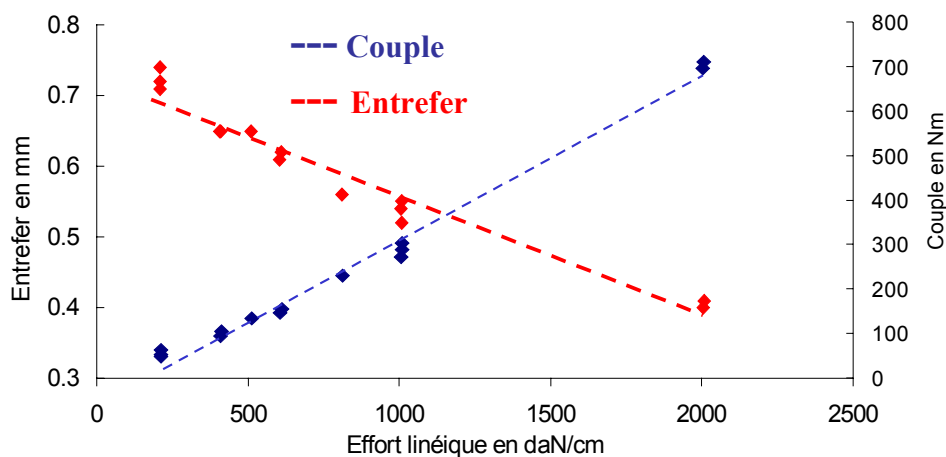


Figure 7. Evolution de l'entrefer et du couple résultant avec l'effort exercé par la presse

CONCLUSION

Une presse à rouleaux instrumentée a été développée. Elle permet notamment de visualiser le profil de pression à la surface des rouleaux. L'entrefer et le couple, ainsi que la contrainte à la surface des rouleaux ont été mesurés pour différentes valeurs de vitesse d'alimentation et d'effort de compression. Le profil des contraintes à la surface des rouleaux est conforme à ceux de la littérature : l'angle de pincement est de l'ordre de quelques degrés et la contrainte maximale ne s'exerce pas à l'entrefer, mais à 2° en amont. Ceci conforte l'hypothèse de l'existence d'un angle neutre avant lequel la poudre avancerait plus vite que les rouleaux [4]. Par contre, le profil des contraintes est beaucoup moins asymétrique que ceux décrits dans la littérature. Ceci peut être dû au fait que les rouleaux utilisés sont de plus grand diamètre. En effet, pour une même section d'alimentation en poudre, le secteur angulaire sur lequel la poudre est en contact avec les rouleaux sera d'autant plus grand que les rouleaux seront petits.

De plus le matériau utilisé est un pulvérulent organique, dont le comportement peut être très différent de celui des poudres métalliques couramment utilisées dans la littérature. Enfin, le montage de capteur de pression a été réalisé pour minimiser les erreurs de mesure autour de 100Mpa. Ces erreurs peuvent être plus conséquentes dans les basses pressions. Cette presse a été développée dans un souci de travailler dans des conditions proches des conditions industrielles, afin que les résultats obtenus puissent être extrapolés sur des presses de production. Elle permet d'élargir le domaine d'étude expérimental et d'avoir une idée plus précise de l'influence du diamètre des rouleaux et de la nature physique et microstructurale de la poudre sur la valeur de l'angle de pincement, la contrainte maximale subie dans la zone inter-rouleaux, la cohésion des compacts réalisés, l'allure du profil des contraintes.

Par une série d'essais à venir, ce montage amènera donc à mieux appréhender le lien entre les différents paramètres internes au procédé, les caractéristiques intrinsèques à la poudre et celles des compacts obtenus ; la finalité de cette étude étant l'optimisation et la modélisation de la compaction de poudres organiques en presse à rouleaux.

REFERENCES

- [1] Pietsch, W., Size enlargement by agglomeration, *Wiley publishers*, (1991)
- [2] Johanson, J.R., A rolling theory for granular solids, *ASME*, 30 (1965), 842-848
- [3] Johanson, J.R., Factors influencing the design of roll-type briquetting presses, *9th Biennial Conference of the international briquetting association*, (1965), 842-848
- [4] Katashinskii, V.P., Shtern, M.B., Stress-strain state of powder being rolled in the densification zone. Part 1, *Sov. powder metall. Met. Ceram.*, 22_11(1983), 882-885
- [5] Katashinskii, V.P., Shtern, M.B., Stress-strain state of powder being rolled in the densification zone. Part 2, *Sov. powder metall. Met. Ceram.*, 22_12(1983), 972-976
- [6] Serris, E., Influence des conditions de compression sur les propriétés physico-chimiques des comprimés issus de poudres organiques, *Ecole nationale supérieure des Mines de St Etienne -Thèse de doctorat*, (2002)
- [7] Simon, O., Etude expérimentale de l'interaction Alimentation-compaction dans une presse à rouleaux lisses alimentée par une vis horizontale, *Université de technologie de Compiègne - Thèse de doctorat*, (2000)
- [8] Michel, B., Contribution à l'étude de l'agglomération des poudres en presse à rouleaux lisses, *Université de technologie de Compiègne -Thèse de doctorat*, (1994)
- [9] Dec, R.T., Komarek, R.K., Experimental investigations of roll press compaction, *Powder handling and processing*, 4 (1992), 35-38
- [10] Jérôme, E., Delacourte, A., Leterme, P., Guyot, J.C., The measurement of resulting force on a roller compactor, *Drug Development and industrial pharmacy*, 17_12 (1991), 1571-1591
- [11] Shima, S., Yamada, M., Compaction of metal powder by rolling, *Powder Metallurgy*, 27_1 (1984), 39-44
- [12] Tundermann, J.H., Singer, R.E., The flow of iron powder during roll compaction, *Powder Metallurgy*, 12_23 (1969), 219-242
- [13] Katashinskii, V.P., Vinogradov, G.A., The rolling of a metal powder in a mill with a single driving roll, *Sov. powder metall. Met. Ceram.*, 2(1965), 435-437
- [14] Chekmarev, A.P., Klimenko, P.A., Vinogradov, G.A., Investigation on specific pressure, specific friction, and the coefficient of friction during metal powder rolling, *Sov. powder metall. Met. Ceram.*, (1963), 112-115