



**HAL**  
open science

## Cinétique de compaction d'une poudre d'UO<sub>2</sub> soumise à des vibrations horizontales

Jean-Eric Mathonnet, Philippe Sornay, Blanche Dalloz-Dubrujeaud, Maxime Nicolas

► **To cite this version:**

Jean-Eric Mathonnet, Philippe Sornay, Blanche Dalloz-Dubrujeaud, Maxime Nicolas. Cinétique de compaction d'une poudre d'UO<sub>2</sub> soumise à des vibrations horizontales. science et technologie des poudres & poudres, et matériaux frittés, Apr 2015, Nancy, France. hal-01441966

**HAL Id: hal-01441966**

**<https://hal.science/hal-01441966>**

Submitted on 20 Jan 2017

**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.

## Cinétique de compaction d'une poudre d'UO<sub>2</sub> soumise à des vibrations horizontales

MATHONNET Jean-Eric<sup>a,b</sup>, SORNAY Philippe<sup>a</sup>, DALLOZ-DUBRUJEAUD Blanche<sup>b</sup>, NICOLAS Maxime<sup>b</sup>

<sup>a</sup>CEA, DEN, DEC, SFER, LCU  
13108 Saint-Paul-Lez-Durance Cedex

<sup>b</sup>Aix-Marseille Université - Laboratoire IUSTI UMR CNRS 7343  
Technopôle de Château-Gombert, 5 rue Enrico Fermi, 13453 Marseille cedex 13

### Résumé

Nous nous intéressons ici à l'influence de vibrations horizontales sur l'évolution de la fraction volumique d'un lit de poudre d'UO<sub>2</sub>. Pour une large gamme de conditions de vibrations, la cinétique de densification comporte trois étapes : la compacité commence par augmenter rapidement puis tend vers une valeur plateau comme le prévoient les modèles mentionnés dans la littérature. Il existe un bon accord entre ces modèles et ce que nous obtenons expérimentalement. Toutefois, si la poudre continue à être vibrée durant un temps très long, une seconde densification apparaît, après 10<sup>5</sup> cycles de vibrations. Des études supplémentaires sont encore nécessaires pour établir un modèle physique de cette seconde densification.

**Mots-clés : vibrations horizontales, compaction, poudre, cinétique, UO<sub>2</sub>**

### 1. Introduction

Selon les conditions (matériau, empilement initial, dimension du conteneur, paramètres de vibrations, ...), le comportement d'un milieu granulaire soumis à des vibrations peut être très différent. Les vibrations sont mises en œuvre pour transporter ou densifier les milieux granulaires, pour réduire les interactions entre les particules et la paroi mais elles peuvent aussi générer des comportements non souhaités comme la ségrégation. Leur effet fait l'objet de nombreuses études, en particulier en ce qui concerne la densification.

Par des expériences de vibration verticale d'un lit de particules rigides (des billes de verre monodisperses et des matériaux granulaires anisotropes) Knight et al., 1995, Nowak et al., 1998, Villarruel et al., 2000 ont montré que la compacité  $\Phi$  croît avec le nombre de cycle de vibrations, puis atteint lentement un état final stationnaire autour duquel la compacité fluctue légèrement. Knight et al (1995) proposent notamment une loi empirique de la forme :

$$\Phi(N) = \Phi_{\infty} - \frac{\Phi_{\infty} - \Phi_0}{1 + B \ln(1 + \frac{N}{\tau})} \quad (1)$$

où  $\Phi_0$  représente la compacité à l'état initial et  $\Phi_{\infty}$ ,  $\tau$  et  $B$  dépendent des paramètres de vibrations et représentent respectivement la compacité à l'état final, un temps caractéristique et un paramètre d'ajustement.  $N$  est le nombre de cycle de vibrations.

Cette dynamique de compaction d'un milieu granulaire soumis à des vibrations verticales a également été étudiée à l'Institut de Physique de Rennes sur des billes de verres et des matériaux anisotropes (Philippe et Bideau, 2002, Ribière et al., 2005, Richard et al., 2005). À la différence des travaux de Chicago, les auteurs proposent une fonction de Kohlrausch-Williams-Watts (KWW) pour décrire la cinétique de compaction (Philippe et Bideau, 2002) :

$$\Phi(N) = \Phi_{\infty} - (\Phi_{\infty} - \Phi_0) \exp(-(N/\tau)^{\beta}) \quad (2)$$

Bien que cette loi représente moins bien la compacité mesurée expérimentalement que la loi de l'équation (1), elle fournit des paramètres  $\Phi_{\infty}$ ,  $\beta$  et  $\tau$  interprétables physiquement.

Pour les vibrations horizontales, aucune étude ne s'est vraiment intéressée à la cinétique de compaction. Mais, les travaux de Raihane et al. (2011) sur des particules de sable montrent la même phénoménologie

que ce qui est observé à Chicago et à Rennes. En raison de la longue durée des expériences les études ne dépassent généralement pas les  $10^5$  cycles de vibrations. Dans cette étude, nous nous intéressons à l'influence des vibrations horizontales sur l'évolution de la compacité d'un lit de poudre d' $UO_2$  et ce pour des nombres de cycle allant jusqu'à  $10^7$ .

## 2. Matériau

La poudre d' $UO_2$  mise en œuvre présente un système granulaire complexe constitué de trois types de particules : des cristallites indéformables et submicroniques, des agrégats microniques (Figure 1b) qui sont un assemblage de quelques cristallites pré-frittées entre elles et des agglomérats de forme quasi-sphérique d'environ  $30 \mu m$ , qui sont des amas d'agrégats liés entre eux par des forces faibles (Figure 1a). L'étalement granulométrique de la poudre mesuré à l'aide d'un granulomètre laser en voie aqueuse est compris entre  $0.2$  et  $70 \mu m$  (Figure 2). Deux modes sont présents, l'un centré sur  $0.6 \mu m$  et l'autre sur  $30 \mu m$ . L'application d'ultra-sons conduit à une légère augmentation des fines particules et à l'apparition d'un troisième mode centré sur  $6 \mu m$ . La coulabilité de la poudre a été mesurée, elle a un indice de Hausner de 1.2.

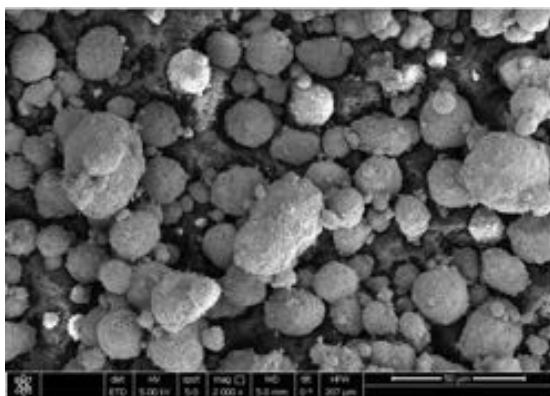


Figure 1-a.

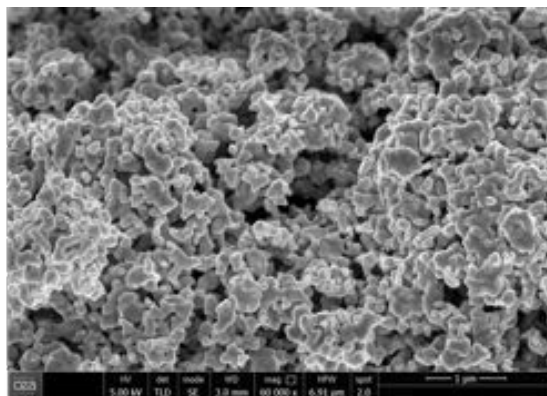


Figure 1-b.

Figure 1. Photo MEB de la poudre d' $UO_2$  1-b Granulométrie laser en voie humide. Les différentes courbes représentent la durée d'application d'ultrasons (US) pendant la mesure.

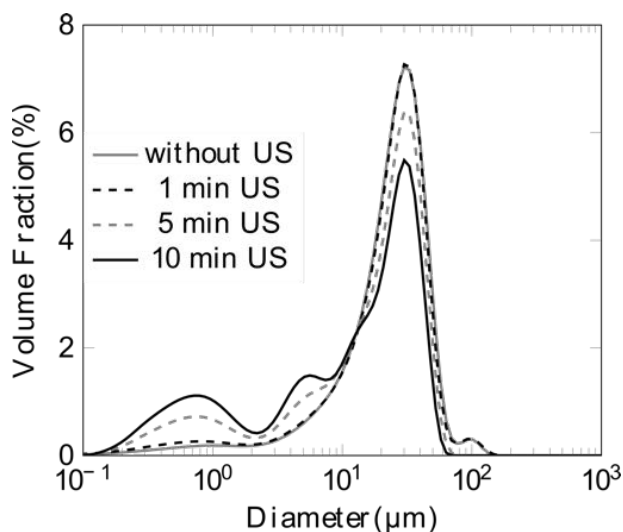


Figure 2. Granulométrie laser en voie humide. Les différentes courbes représentent la durée d'application d'ultrasons (US) pendant la mesure.

Afin de pouvoir comparer nos résultats avec ceux de la littérature, nous disposons également de billes de verre monodisperses de diamètre moyen  $130 \mu m$ .

### 3. Dispositif expérimental et méthodologie

Le conteneur vibré horizontalement à l'aide d'un pot vibrant électromagnétique contenant la poudre d' $\text{UO}_2$  est une conduite droite de section carrée de  $15 \times 15 \text{ mm}^2$  et de 250 mm de hauteur. Le domaine de fréquence étudié s'étend de 30 à 100 Hz et l'accélération peut atteindre une valeur de  $7g$ . La consigne en vibration est atteinte en suivant une rampe en accélération après environ 2s. Des accéléromètres, placés dans les trois directions de l'espace et à différentes hauteurs, permettent de connaître l'accélération réellement subie par la poudre. Le matériau mis en œuvre étant radioactif, l'expérience se déroule en boîte à gants (Benedetti, 2012) (Figure 3). Pour assurer la reproductibilité des expériences, le remplissage de la colonne se fait au travers d'un tamis de  $630 \mu\text{m}$ .

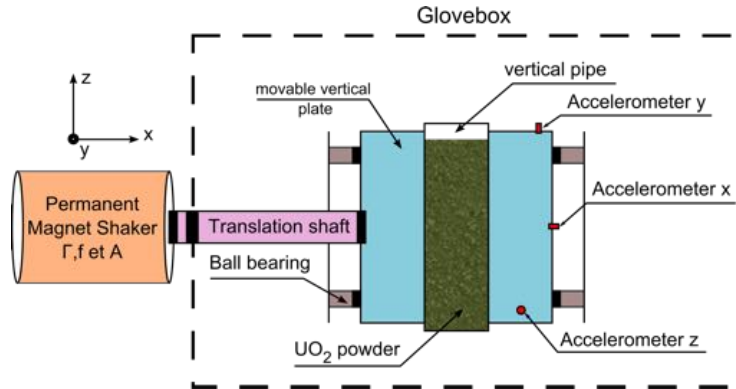


Figure 3. Schéma du dispositif expérimental

Dans notre expérience, la compacité  $\Phi$  est définie par :

$$\Phi = \frac{m/hL^2}{\rho_{\text{UO}_2}} \quad (3)$$

où  $\rho_{\text{UO}_2} = 10.96 \text{ g/cm}^3$  représente la masse volumique théorique de l' $\text{UO}_2$  et  $m$ ,  $h$  et  $L$  représentent respectivement la masse de poudre versée dans la conduite mesurée avec une balance à 0.01 g près, la hauteur du lit de poudre et la largeur de la conduite. Cette compacité est donc déterminée macroscopiquement par la hauteur du lit de poudre  $h$  grâce à une caméra sur les premiers cycles de vibrations, et une règle graduée sur les cycles suivants. On considère une précision de 1 mm sur la hauteur de poudre  $h$  et de 0.1 mm sur la largeur  $L$ . On a donc une incertitude relative sur la mesure de la compacité égale à :

$$\frac{\Delta\Phi}{\Phi} = \frac{0.01}{m(g)} + \frac{0.1}{h(\text{cm})} + 2 \times \frac{0.01}{L(\text{cm})} \quad (4)$$

### 4. Résultats et discussions

Les résultats obtenus (Figure 4) montrent que sous vibrations horizontales, la compacité d'un lit de poudre d' $\text{UO}_2$  augmente puis tend vers une valeur plateau comme observé dans la littérature. Il y a notamment un bon accord entre ce que nous obtenons expérimentalement et les modèles de Chicago (équation 1) et de l'IPR (équation 2) jusqu'à  $10^5$  cycles. Mais au-delà de  $10^5$  cycles, nous observons une nouvelle augmentation de la compacité. Après  $10^7$  cycles l'état stationnaire ne semble toujours pas atteint.

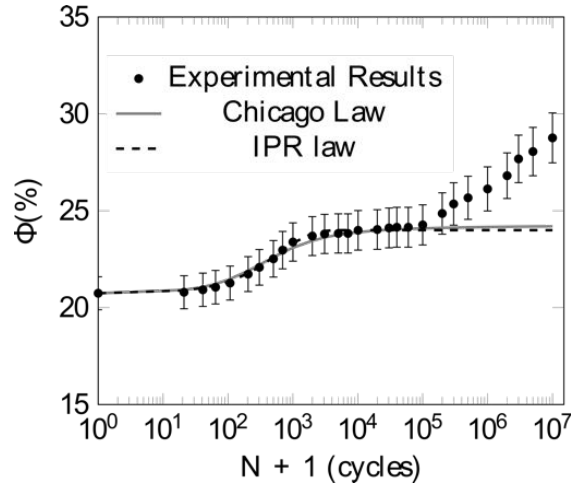


Figure 4. Evolution de la compacité d'un lit de poudre d' $UO_2$  à 7g/100Hz et comparaison avec les lois théoriques des équations (1) et (2).

Les valeurs de compacité obtenues sont très inférieures aux grandeurs que l'on trouve dans la littérature. Par exemple, la compacité des empilements de sphères dures monodisperses est comprise entre 55.5% (Onoda et Liniger, 1990) et 64% (Berryman, 1983). Ces différences proviennent de la compacité de la poudre d' $UO_2$  qui est la somme de la compacité de l'empilement et de celle des agglomérats qui sont poreux. Pour connaître la compacité de l'empilement, nous avons mesuré celle des agglomérats par porosimétrie mercure. La mesure de la porosité des agglomérats avant et après vibrations (Figure 5) montre qu'il n'y a aucune variation significative dans le volume spécifique intra-agglomérat. Une légère différence est observée pour la porosité inter-agglomérats qui est attribuée à l'empilement initial formé lors du remplissage de la cellule de mesure du porosimètre. L'augmentation de compacité sous vibration n'est pas une conséquence d'un changement de compacité des agglomérats.

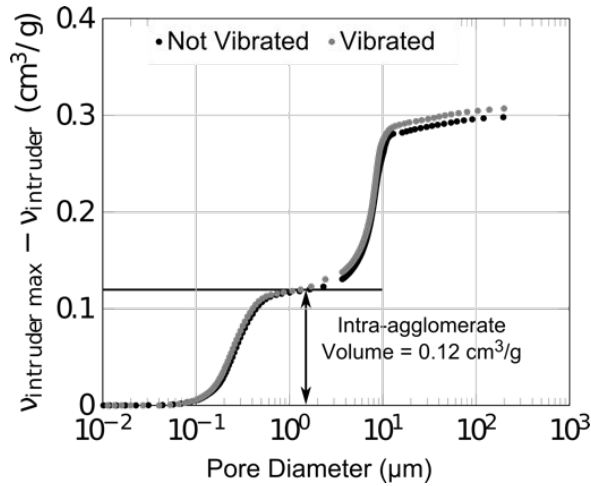


Figure 5 : Mesure par porosimétrie mercure de la porosité des agglomérats de la poudre avant et après  $10^7$  cycles de vibrations.

En exprimant le volume intrus en cm<sup>3</sup>/g, la masse volumique de l'agglomérat peut être calculée par

$$\rho_{aggl} = \frac{1}{\frac{1}{\rho_{UO_2}} + v_{intra-agglomérat}} = 4.73 \text{ g/cm}^3, \quad (5)$$

Nous pouvons alors calculer la compacité réelle de l'empilement en remplaçant  $\rho_{UO_2}$  par la valeur déduite des analyses de porosité mercure dans le calcul de la compacité et comparer nos résultats à ceux obtenus dans les mêmes conditions pour des billes de verre (Figure 6).

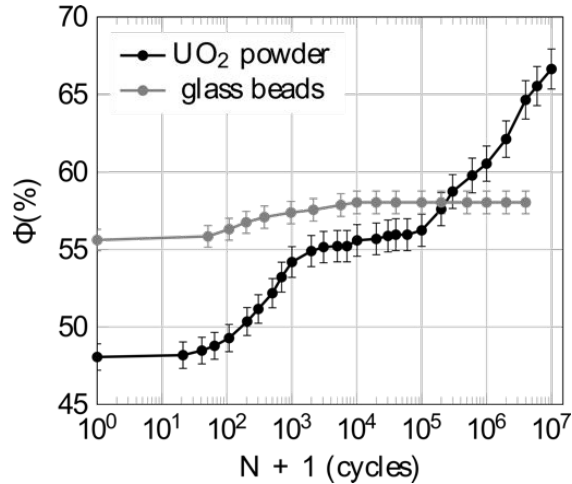


Figure 6. Comparaison de l'évolution de la compacité entre une poudre d' $UO_2$  et des billes de verres vibrées horizontalement à 7g et 100Hz.

En accord avec les modèles des équations (1) et (2), il n'y a pas d'augmentation significative de la compacité pour les billes de verres au delà de  $10^5$  cycles. La densification supplémentaire de l' $UO_2$  est donc un effet du matériau uniquement.

L'observation MEB de la poudre avant et après l'application des vibrations ne montre aucune variation notable dans la forme des agglomérats (Figure 7).

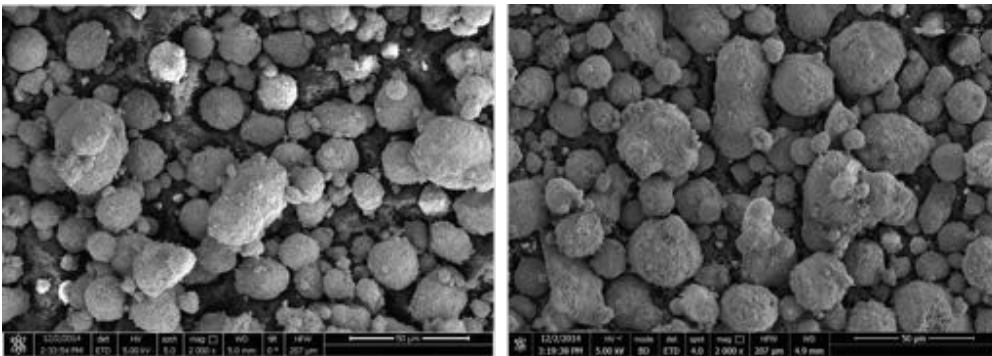


Figure 7-a.

Figure 7-b.

Figure 7. Photo MEB de la poudre a) avant et b) après vibrations

L'analyse par granulométrie laser montre que la poudre ayant subi des vibrations présente très légèrement moins de fines particules que la poudre initiale (Figure 8). Après 10 minutes d'application des ultrasons, ces petites différences existent encore.

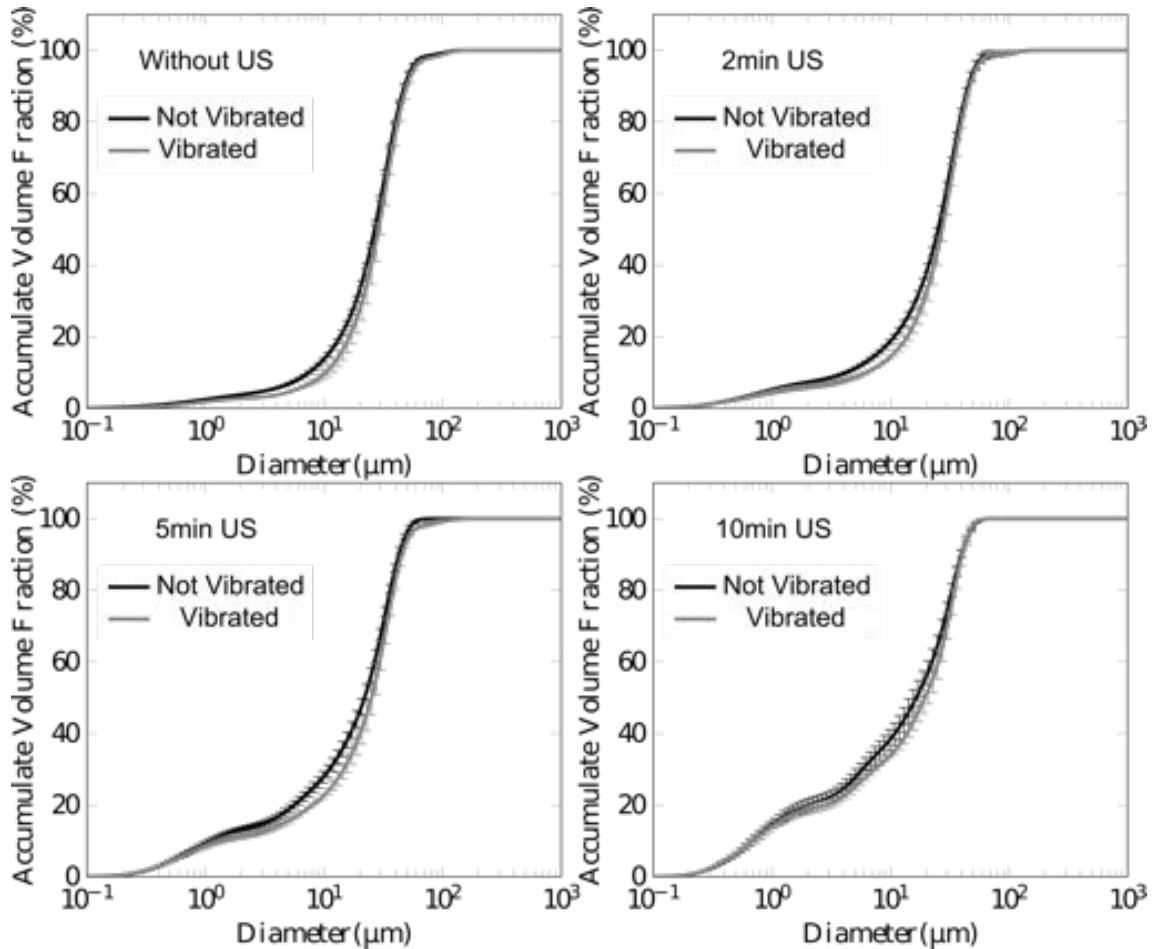


Figure 8. Granulométrie laser en Volume de la poudre avant et après compaction sous vibration. Les courbes correspondent à la moyenne de 3 prises d'essais et les barres d'erreurs correspondent aux valeurs maximale et minimale mesurées

La Figure 9 montre une répétabilité de la cinétique de tassement. Les tests 1 et 2 ont été réalisés sur deux prises d'échantillons différents de poudre, le test 3 a été réalisé avec la poudre qui a servi au test n° 2. Dans la première phase de compaction, les compacités présentent la même évolution et tendent vers la même valeur plateau. Dans la seconde phase, la ré-augmentation de la compacité est confirmée pour tous les essais, après un nombre de cycles légèrement différent et avec un caractère plus aléatoire. D'autres tests ont également été réalisés à 30Hz/7g, à 100Hz/3g, en mettant en œuvre une conduite de section plus grande de 25x25mm<sup>2</sup> à 100Hz/7g, et avec une autre poudre d'UO<sub>2</sub>. Pour tous ces tests, la compacité des poudres d'UO<sub>2</sub> soumises à des vibrations horizontales évolue également en trois étapes, ce qui confirme l'existence du phénomène de compaction secondaire. Cette compaction très lente est néanmoins très efficace puisque le gain en compacité est au moins aussi important que lors de la phase de compaction primaire. On atteint en effet une compacité de l'ordre de 65%.

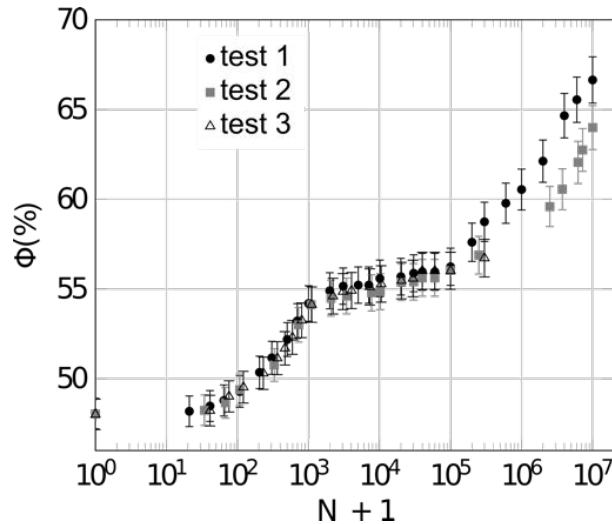


Figure 9. Evolution de la compacité d'un lit de poudre d'UO<sub>2</sub> à 7g/100Hz. Les tests 1 et 2 ont été réalisés sur 2 prises d'échantillons différents de poudre. Le test 3 a été réalisé en réutilisant la poudre vibrée lors du test 2.

#### 4. Conclusion et perspectives

Les poudres d'UO<sub>2</sub> formées d'agglomérats poreux présentent une compaction secondaire importante lorsqu'elles sont soumises à des vibrations horizontales pendant de longues durées (10<sup>7</sup> cycles). L'explication de ce phénomène, qui ne se produit pas pour une poudre de sable ou un milieu granulaire constitué de billes de verre, nécessite des études complémentaires en cours, avec en particulier l'analyse de l'abrasion des particules et l'effet de leur polydispersité. Un travail est en cours pour caractériser la réponse élastique de l'empilement sous vibration.

#### Références

- Benedetti, A., 2012, Ecoulement des Milieux Granulaires Cohésifs soumis à des Vibrations, Phd Thesis, Aix-Marseille
- Berryman, J.G, 1983, Random close packing of hard spheres and disks, Physical Review A 27, 1053
- Knight, J.B, C.G. Fandrich, C.N. Lau, H.M. Jaeger and S.R. Nagel, 1995, Density Relaxation in a Vibrated Granular Material, Physical Review E 51, 3957
- Nowak, E.R., J.B. Knight, E. Ben-Naim, H.M Jaeger and S.R. Nagel, 1998, Density Fluctuations in Vibrated Granular Materials, Physical Review E 57, 1971
- Onoda, G.Y and E.G. Liniger, 1990, Random Loose Packings of Uniform Spheres and the Dilatancy Onset, Physical Review Letters 64, 2727
- Philippe, P., and D. Bideau, 2002, Compaction Dynamics of a Granular Medium under Vertical Tapping, Europhysics Letters 60, 677
- Raihane, A., O. Bonnefoy, J.-M. Chaix, J.-L. Gelet, G. Thomas, 2011, Analysis of the Densification of a Vibrated Sand Packing, Powder Technology 208, 289
- Ribière, P., P. Richard, D. Bideau and R. Delannay, 2005, Experimental Compaction of anisotropic granular media, Euro. Phys. J.E 16, 415
- Richard, P., M. Nicodemi, R. Delannay, P. Ribière and D. Bideau, 2005, Slow Relaxation and Compaction of Granular Systems, Nature Materials 4, 121
- Villarruel, F.X., B.E. Lauderdale, D.M. Mueth and H.M. Jaeger, 2000, Compaction of Rods: Relaxation and Ordering in Vibrated, Anisotropic Granular Material, Physical Review E 61, 6914



## **Compaction kinetics of a UO<sub>2</sub> powder under horizontal vibrations**

MATHONNET Jean-Eric<sup>a,b</sup>, SORNAY Philippe<sup>a</sup>, DALLOZ-DUBRUJEAUD Blanche<sup>b</sup>, NICOLAS Maxime<sup>b</sup>

<sup>a</sup>CEA CADARACHE DEN/DEC/SFER/LCU  
13108 Saint-Paul-Lez-Durance Cedex France

<sup>b</sup>Aix-Marseille Université - Laboratoire IUSTI UMR CNRS 7343  
Technopôle de Château-Gombert, 5 rue Enrico Fermi, 13453 Marseille cedex 13 France

### **Abstract**

*We report the influence of horizontal vibrations on the evolution of the volume fraction of a UO<sub>2</sub> powder. For a wide range of vibration conditions, the kinetics of densification has three stages: the volume fraction first increases rapidly and then tends to a plateau value as provided by the models mentioned in the literature. There is a good agreement between these models and our experiments. However, if the vibration is applied for a very long time, a secondary densification occurs after 10<sup>5</sup> cycles. Further studies are needed to build a physical model of this secondary densification.*

**Keywords : horizontal vibration, compaction, powder, kinetics, UO<sub>2</sub>**

---