



HAL
open science

Procédé de compactage à rouleaux

Harona Diarra

► **To cite this version:**

Harona Diarra. Procédé de compactage à rouleaux : Etude expérimentale et modélisation tridimensionnelle par éléments finis. Génie des procédés. Institut National Polytechnique Toulouse, 2008. Français. NNT : 2008INPT029G . tel-04467923

HAL Id: tel-04467923

<https://hal.science/tel-04467923>

Submitted on 20 Feb 2024

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.



THÈSE

En vue de l'obtention du

DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

Délivré par Ecole doctorale : *l'Université de Toulouse*

Discipline ou spécialité : *Génie des procédés*

Présentée et soutenue par *M. Harona DIARRA*

Le *12 Décembre 2008*

Titre : *PROCEDE DE COMPACTAGE A ROULEAUX : ETUDE EXPERIMENTALE ET MODELISATION TRIDIMENSIONNELLE PAR ELEMENTS FINIS*

JURY

<i>M. Bernard VIGUIER</i>	<i>Professeur des universités, INPT, Toulouse,</i>	<i>Président</i>
<i>M. Pierre DOREMUS</i>	<i>Professeur des universités, INPG, Grenoble,</i>	<i>Rapporteur</i>
<i>M. Pierre GUIGON</i>	<i>Professeur des universités, UTC, Compiègne,</i>	<i>Rapporteur</i>
<i>M. Patrick LABORDE</i>	<i>Professeur des universités, UPS, Toulouse,</i>	<i>Examineur</i>
<i>M. Gérard THOMAS</i>	<i>Professeur ENSMSE, Saint-Etienne,</i>	<i>Examineur</i>
<i>M. John A. DODDS</i>	<i>Professeur ENSTIMAC, Albi,</i>	<i>Examineur</i>
<i>M. Abderrahim MICHRAFY</i>	<i>IR CNRS, ENSTIMAC, Albi,</i>	<i>Examineur</i>

Ecole doctorale : *Mécanique, Energétique, Génie civil et Procédés*

Unité de recherche : *RAPSODEE (centre de Recherches d'Albi en génie des Procédés, des Solides Divisés, de l'Energie et de l'Environnement), UMR EMAC-CNRS 2392, Ecole des Mines d'Albi*

Directeur(s) de Thèse : *John A. DODDS et Abderrahim MICHRAFY*

**A ma mère,
A Mory DIARRA**

AVANT-PROPOS

Le travail présenté ici a été réalisé au centre RAPSODEE (centre de Recherches d'Albi en génie des Procédés, des Solides Divisés, l'Énergie et de l'Environnement) à l'école des Mines d'Albi-Carmaux.

Je remercie Messieurs John A. DODDS et Abderrahim MICHRAFY de m'avoir confié ce travail, de m'avoir encadrer et pour leur soutien sans relâche tout au long de ces trois ans. J'ai beaucoup appris en travaillant avec vous, aussi bien sur le plan technique que sur le plan humain. Merci pour tous ces précieux conseils qui m'ont beaucoup aidé à progresser.

Je tiens à remercier Monsieur Pierre DOREMUS professeur à l'Institut National Polytechnique de Grenoble et Monsieur Pierre GUIGON Professeur à l'Université de Technologie de Compiègne, pour avoir accepté d'être les rapporteurs de ma thèse. Mes remerciements vont aussi à Monsieur Patrick LABORDE Professeur à l'université Paul SABATIER, à Monsieur Gérard THOMAS Professeur à l'école des Mines de Saint-Étienne et à Monsieur Bernard VIGUIER Professeur à l'ENSIACET pour l'intérêt qu'ils ont manifesté pour ce travail.

Je tiens à exprimer ma reconnaissance au directeur du centre RAPSODEE Monsieur Jacques FAGES de m'avoir accepté dans son laboratoire mais aussi à tout le personnel du centre. Un grand merci au personnel pour leur disponibilité, leur savoir-faire et leur efficacité, en particulier Sylvie DELCONFETTO, Denis MARTY, Philippe, ACCART, Olivier EZEQUEL, Laurent DEVRIENDT et Séverine PARTY. Un merci à Elisabeth RODIER (Enseignante chercheur) et à Vincent VELAY (Enseignant chercheur au CROMEP) pour leur conseil constant. J'associe à mes remerciements Mesdames Sabine LE ROUX (Technicienne au CROMEP) et Christine ROLLAND (Ingénieur CNRS au CROMEP). Un grand merci Anne-Marie FONTES secrétaire efficace qui m'a toujours aidé dans les procédures administratives. Merci à tous ceux qui ont participé de près ou de loin, par leur compétence ou par leur amical soutien à la réalisation de ce travail.

Je remercie les doctorants, anciens doctorants et postdorants de l'école pour leur amitié et leur soutien. Un merci particulier à mes anciennes collègues de bureau Clémence et Ana et aussi à mes actuels collègues de bureau Hassen, Karl. Merci à Jeff, Thomas et Brahim pour les coups de main en latex.

Je n'oublie pas Tchadja, Amadou DABO, Souleymane, Abdoulaye et Falone pour leur aide, leur soutien, leur encouragement et leur bonne humeur pendant cette thèse.

Enfin merci à ma chère mère, mes frères et soeurs et mes oncles qui ont toujours répondu présent dans les moments difficiles. Sans vous je ne serai pas ici.

Table des matières

I	Étude bibliographique	4
I.1	Le compactage à rouleaux	6
I.1.1	Le procédé de compactage à rouleaux	6
I.1.2	Usage du procédé	9
I.1.3	Fonctionnement du procédé	9
I.2	Instrumentation des presses à rouleaux	11
I.3	Quelques poudres étudiées dans la littérature	11
I.4	Étapes de compression entre les rouleaux	12
I.5	Influence des paramètres du procédé dans le compactage à rouleaux	14
I.5.1	Influence des paramètres opératoires	15
I.5.2	Effet du débit d'alimentation sur la qualité des compacts	21
I.5.3	Influence de la pression d'alimentation	22
I.5.4	Étude de l'homogénéité du compact	24
I.5.5	Conclusion	25
I.6	Influence des propriétés des poudres sur la conduite du procédé	26
I.7	Comportement de poudres à faible densité relative	28
I.7.1	Lieux cinématiques de rupture	30
I.7.2	Fonction d'écoulement	31
I.8	Comportement de poudre en compression	31
I.8.1	Modèle de Cam-Clay	31
I.8.2	Modèle de Drucker-Prager/Cap	33
I.9	Modélisation du procédé de compactage	33
I.9.1	Méthodes de modélisation	34
I.9.2	Modélisation de l'alimentation	34
I.9.3	Modèle de Johanson	37
I.9.4	Méthode des éléments finis (MEF)	39

II	Matériels et Méthodes	43
II.1	Dispositif expérimental et grandeurs mesurables	45
II.1.1	Description de la presse à rouleaux	45
II.1.2	Paramètres du procédé	47
II.1.3	Instrumentation de la presse et du rouleau	47
II.2	Caractérisation mécanique de la poudre et du compact	54
II.2.1	Caractérisation à l'état poudre ou faiblement dense	54
II.2.2	Caractérisation de propriétés mécaniques de compacts	56
II.2.3	Méthodes employées pour la caractérisation de l'hétérogénéité	59
II.3	Interaction alimentation / compaction	66
II.3.1	Procédure de conduite des essais de compaction	66
II.3.2	Influence du rapport de vitesse vis-rouleau sur la formation des compacts	68
II.3.3	Force de compactage et effet des vitesses	70
III	Alimentation et homogénéité de la plaquette	74
III.1	Transport de poudres par vis	76
III.1.1	Forme de la vis et rendement	76
III.1.2	Modèles de transport de poudres par vis	79
III.2	Débit de la vis	81
III.3	Pression d'alimentation	83
III.3.1	Pression axiale délivrée par la vis	83
III.3.2	Mesure de la contre pression des rouleaux	84
III.4	Étude de l'homogénéité des plaquettes	92
III.4.1	Étude de la distribution par transmission de la lumière	92
III.4.2	Analyse topographique de la surface de la plaquette	93
III.4.3	Analyse par micro-indentation	94
III.4.4	Mesure par porosimétrie à mercure	96
IV	Modélisation EF 3D	101
IV.1	Modèle de comportement	103
IV.1.1	Modèle de Drucker-Prager/Cap et paramètres	103
IV.1.2	Procédure d'identification des propriétés élastiques et des paramètres du modèle Drucker Prager / Cap	107
IV.2	Simulation du régime quasi-statique par ALE	111
IV.2.1	Équilibre quasi-statique	111
IV.2.2	Intégration temporelle	122

IV.2.3	Choix du "Mass scalling"	124
V	Les résultats	132
V.1	Prédictions des grandeurs physiques de compactage	134
V.1.1	Distribution des contraintes normale et de cisaillement	134
V.1.2	Vitesse horizontale de la poudre et vitesse linéaire du rouleau	136
V.1.3	Estimation de l'angle de pincement α (nip angle)	138
V.1.4	Influence de quelques paramètres et propriétés	139
V.2	Propriétés de la plaquette dans le sens de la largeur	145
V.2.1	Résultats avec la condition aux limites "pression imposée "	145
V.2.2	Résultats avec la condition aux limites "vitesse imposée "	146
V.2.3	Origine de l'hétérogénéité	149
V.3	Investigation : effet de P_0 non constante	150
	Conclusion générale et perspectives	156
	Annexes :	I
A	Vue de l'Avicel PH102 compacté : Images obtenues par photo Meb et par microtomographie	I
B	Intrumentation de la presse à rouleaux	III
B.1	Schéma du montage de l'instrumentation	III
B.2	Courbes d'étalonnage en charge et en décharge	IV
C	Graphes de l'étude par analyse topographique de surface	VIII
D	Modèle sur la vis d'alimentation détaillé dans les travaux de YU et al	XIII
E	Représentation de la contrainte équivalente en fonction de la pression hydrostatique	XVII

Introduction générale

Le compactage à rouleaux est un procédé de mise en forme des matériaux granulaires sous forme d'agglomérats ou de compacts. Le terme milieu granulaire désigne une grande famille de matériaux allant des particules fines aux grains de grandes tailles. Les matériaux granulaires appelés aussi solides divisés font partie des matériaux les plus utilisés par l'homme (deuxième après l'eau). On trouve par exemple des poudres nanométriques, des poudres microniques, des grains, des graviers, etc. Ils sont utilisés dans l'industrie pharmaceutique (poudres pharmaceutiques pour la production de comprimés), dans l'industrie agro-alimentaire (café, sucre, lait, couscous, etc), dans l'industrie chimique (la production d'engrais), dans l'industrie cosmétique, dans le génie civil (le béton, le ballast), etc. L'utilisation des solides divisés avec des particules de petites tailles pose des problèmes de manipulation, de transport, de stockage à cause de leur volume apparent, de la poussière et des charges électrostatiques. C'est pour limiter ces problèmes que le compactage à rouleaux a été introduit.

Le compactage à rouleaux est un procédé de granulation sèche (sans l'ajout de liants liquide) de poudres cohésives. Ce procédé continu et économique est introduit depuis le dix-neuvième siècle pour traiter les poudres fines de charbon. Largement utilisé dans la production industrielle il permet d'améliorer les propriétés d'usage des solides divisés, de réduire les poussières pendant le transport, le stockage et la manipulation. Cette technique permet aussi d'obtenir des poudres composites (enrobage, mélange) avec une granulométrie souhaitée par le broyage des compacts obtenus. Il permet ainsi d'améliorer les propriétés des poudres comme la coulabilité (fluidité de la poudre), de stabiliser (en évitant la ségrégation) et d'améliorer les mélanges de poudres (des mélanges pouvant être obtenus à l'échelle de la particule).

Cependant, malgré les nombreux avantages cités de ce procédé, son utilisation et son optimisation pour des fonctions finales souhaitées du produit sont rendus compliqués par la complexité du comportement des milieux granulaires. Plusieurs essais sont nécessaires pour ajuster les paramètres du procédé pour réussir la formation de compact d'une poudre donnée avec des propriétés souhaitées. Par ailleurs, ce procédé souffre d'un manque de

changement facile d'échelle permettant de transposer les résultats d'essais du laboratoire vers l'unité de production. Le recours à la simulation numérique du procédé et l'utilisation de modèles prenant en compte le comportement de poudres permettrait de réduire le nombre d'essais et aider aux changements d'échelles liés aux dimensions des presses, aux propriétés des matériaux ou des conditions aux limites telles que la pression maximale de compression, le débit ou la pression d'alimentation. C'est dans ce contexte que ce travail de thèse s'inscrit.

Le premier chapitre de ce travail est consacré à une étude bibliographique sur le compactage à rouleaux. Ce chapitre permettra de présenter le procédé avec les différents paramètres qui influent sur la qualité des compacts.

L'étude des matériaux utilisés et l'instrumentation de la presse à rouleaux feront l'objet du deuxième chapitre.

Dans le troisième chapitre, on parlera de la pression d'alimentation qui est un paramètre difficile à quantifier. La pression d'alimentation est une donnée dans les modèles numériques, cependant très peu de mesures existent sur ce paramètre. Elle représente en général une condition aux limites qui détermine l'ordre de grandeur de la solution. Il est donc important de se faire une idée de la valeur de ce paramètre pour réaliser des simulations numériques.

Un des problèmes du compactage à rouleaux est la recherche des conditions optimales pour la fabrication des compacts. Plusieurs essais préliminaires sont en général nécessaires pour déterminer les relations de fonctionnement entre la poudre, les paramètres de la presse et les paramètres opératoires. Ces essais préliminaires augmentent le coût de production (pertes de matière et consommation d'énergie). La simulation numérique du procédé constitue une solution alternative qui permettrait de s'approcher du fonctionnement optimal et par conséquent minimiser les essais préliminaires. Le quatrième chapitre de cette thèse sera consacré à cette étude numérique. Il faut ajouter aussi que la simulation numérique est un outil qui permet également de résoudre le problème de transposabilité des études faites sur les presses pilotes (presses de laboratoire).

Chapitre I

Étude bibliographique

Sommaire

I.1	Le compactage à rouleaux	6
I.1.1	Le procédé de compactage à rouleaux	6
I.1.2	Usage du procédé	9
I.1.3	Fonctionnement du procédé	9
I.2	Instrumentation des presses à rouleaux	11
I.3	Quelques poudres étudiées dans la littérature	11
I.4	Étapes de compression entre les rouleaux	12
I.5	Influence des paramètres du procédé dans le compactage à rouleaux	14
I.5.1	Influence des paramètres opératoires	15
I.5.2	Effet du débit d'alimentation sur la qualité des compacts	21
I.5.3	Influence de la pression d'alimentation	22
I.5.4	Étude de l'homogénéité du compact	24
I.5.5	Conclusion	25
I.6	Influence des propriétés des poudres sur la conduite du procédé	26
I.7	Comportement de poudres à faible densité relative	28
I.7.1	Lieux cinématiques de rupture	30
I.7.2	Fonction d'écoulement	31
I.8	Comportement de poudre en compression	31
I.8.1	Modèle de Cam-Clay	31
I.8.2	Modèle de Drucker-Prager/Cap	33
I.9	Modélisation du procédé de compactage	33
I.9.1	Méthodes de modélisation	34

I.9.2	Modélisation de l'alimentation	34
I.9.3	Modèle de Johanson	37
I.9.4	Méthode des éléments finis (MEF)	39

Le procédé de granulation est une technique de mise en forme de poudres par agglomération. La granulation peut être effectuée par voie humide en ajoutant un liquide, un solvant organique ou par réaction chimique pour former des ponts entre les fines particules et agglomérats. Elle peut être effectuée aussi par voie sèche (sans liant liquide) par application de fortes pressions sur la poudre. Ici nous nous intéressons à la granulation par voie sèche à l'aide d'une presse à rouleaux. Ce procédé, appelé procédé de compactage à rouleaux, est un procédé continu et économique.

I.1 Le compactage à rouleaux

I.1.1 Le procédé de compactage à rouleaux

I.1.1.1 La presse à rouleaux

Dans le procédé de compactage à rouleaux, la mise en forme de la poudre est réalisée par une presse à rouleaux. La poudre arrive aux rouleaux par un système d'alimentation. Il existe trois types de systèmes d'alimentation : vertical, horizontal ou hors axes.

- le système d'alimentation gravitaire ou vertical où la trémie est placée au-dessus des rouleaux et la poudre arrive aux rouleaux sous l'effet de son poids [43].
- le système d'alimentation horizontal où le transport de la poudre est assuré par une vis sans fin placée horizontalement sous la trémie [37, 51].
- le système d'alimentation hors axes est aussi souvent muni d'une vis sans fin pour faciliter le transport de la poudre.

Certains systèmes d'alimentation verticaux possèdent une vis sans fin disposée verticalement dans la trémie. Dans cette étude, nous avons utilisé une presse à alimentation horizontale et la figure I.1 est un schéma descriptif de cette presse. Le dispositif comprend une trémie dans laquelle la poudre est coulée. La trémie est placée au-dessus d'une vis sans fin disposée horizontalement pour transporter la poudre jusqu'à la zone d'alimentation. Cette zone est située entre la dernière spire de la vis et les deux rouleaux. Ces derniers sont montés sur deux axes parallèles dont l'un est fixe et l'autre mobile. La mobilité de l'un des axes permet de régler l'espace entre les deux rouleaux dont le minimum est appelé l'entrefer. L'axe mobile est maintenu par des vérins hydrauliques qui permettent de maintenir l'entrefer fixe mais aussi d'ajuster l'entrefer si besoin. Les centres des deux rouleaux sont reliés par une droite communément appelée dans la littérature la ligne des centres [43]. La position angulaire θ à la surface des rouleaux est déterminée par rapport à cette ligne. L'angle $\theta = 0$, appelée angle neutre, coïncide avec la ligne des centres.

De l'entrée des rouleaux jusqu'à la sortie, la poudre traverse différentes zones avant d'être relâchée sous forme de compact. Nous ferons une description de ces différentes zones au

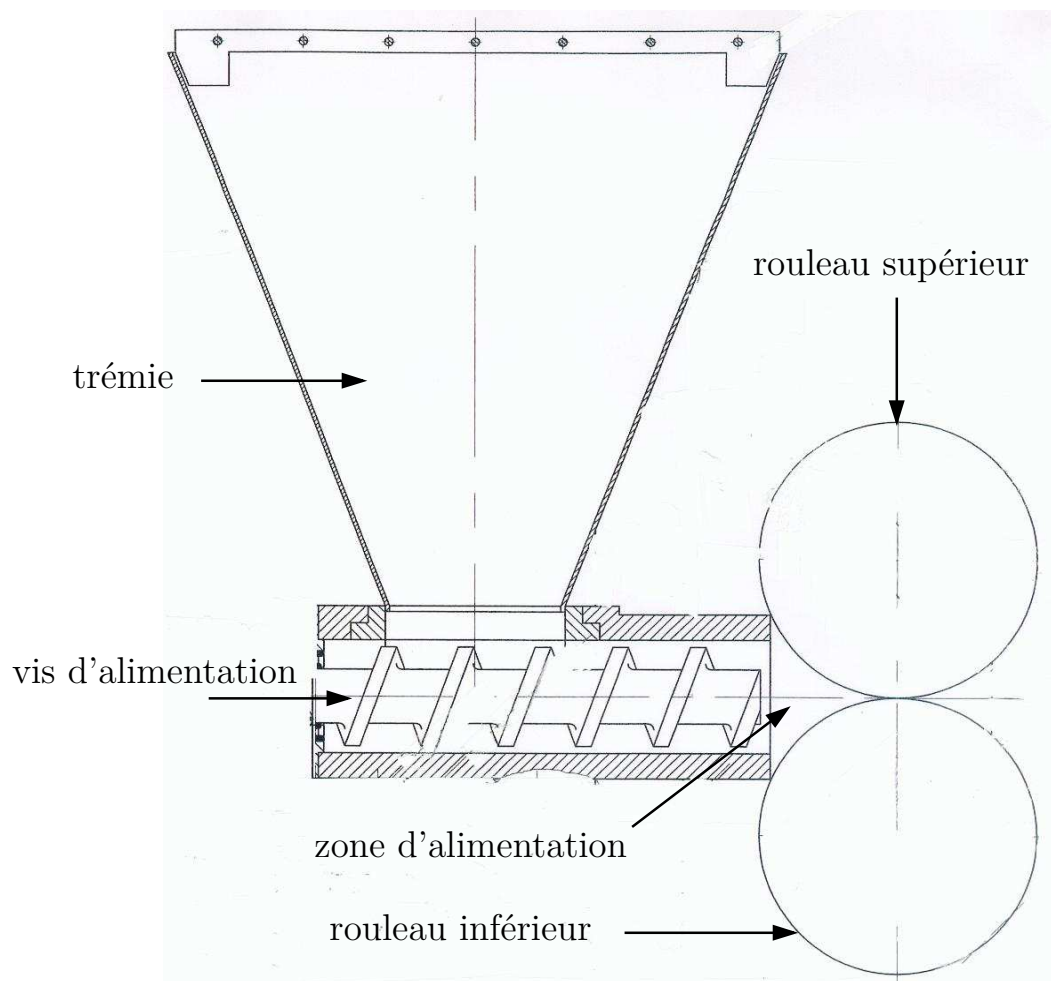


FIG. I.1: Schéma du compacteur à rouleaux utilisé

paragraphe I.4.

I.1.1.2 Le procédé

Le procédé de compactage à rouleaux peut être décomposé en deux phases : la phase d'alimentation et la phase de compaction.

La phase d'alimentation consiste à transporter la poudre jusqu'aux rouleaux par alimentation forcée à l'aide d'une vis sans fin.

La phase de compaction commence à l'entrée des rouleaux. Sous l'effet des frottements interparticulaire et poudre-paroi, la poudre est transportée entre les rouleaux. La poudre est compactée par application d'une pression. Le produit final obtenu à la sortie des rouleaux est appelé compact ou plaquette.

I.1.1.3 Les plaquettes

La forme des produits à la sortie des rouleaux dépend de la forme de la surface des rouleaux. La surface des rouleaux peut être lisse, profilée ou présenter des poches (alvéoles). Les rouleaux à surface lisse permettent de produire des plaquettes alors que les rouleaux à surface profilée permettent d'obtenir des bâtonnets. Les comprimés sont produits à partir des rouleaux dont les surfaces comportent des alvéoles. La figure I.2 montre trois exemples de produits selon la surface des rouleaux. Les rouleaux à surface non lisse permettent un meilleur accrochage de la poudre. Nous utilisons ici des rouleaux à surface lisse pour la

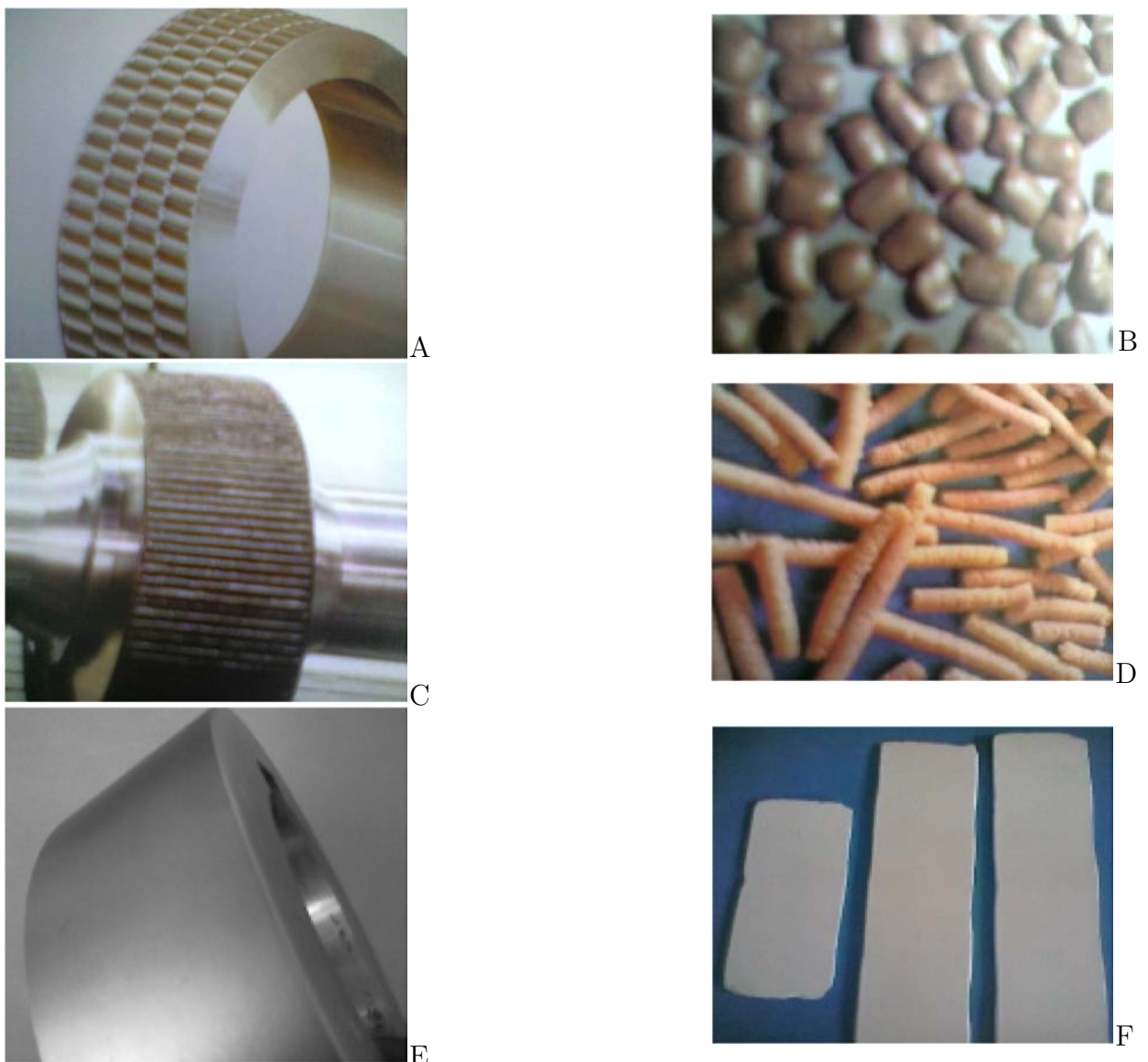


FIG. I.2: surface des rouleaux et compacts correspondants. Figures A et B : surface avec poches et comprimés. Figures C et D : surface profilée et bâtonnets. Figure E et F : surface lisse et plaquettes

production de plaquettes. Mais quelle que soit la forme des produits, l'objectif premier est de produire des compacts de qualité acceptable vis-à-vis d'une propriété souhaitée comme la cohésion ou la résistance mécanique par exemple. Des essais mécaniques permettent d'évaluer la qualité des compacts. La cohésion et la friabilité dépendent du temps de compaction et de la pression appliquée sur la poudre. Plus le temps de compaction et la pression appliquée sont élevés, plus les compacts sont cohésifs et moins ils sont friables. Les plaquettes vérifiant ces deux propriétés ont en générale une densité relative assez élevée.

I.1.2 Usage du procédé

Le compactage à rouleaux est utilisé dans l'industrie pharmaceutique, l'agro-alimentaire, l'industrie cosmétique, l'industrie chimique, le génie civil, la métallurgie des poudres, etc. La transformation de poudre en compacts par le compactage permet de réduire le volume de poudre. La réduction du volume facilite le transport et le stockage dans certaines conditions particulières comme le contrôle de la température, de l'humidité, etc. La manipulation de poudres fines génère des émissions de poussières. Ces émissions de poussières posent des problèmes liés à l'inhalation. Par le biais du compactage, on peut réduire la proportion de poussière pour faciliter l'usage. Par ce même procédé, on peut réduire les risques d'explosion. En effet certaines poudres acquièrent des charges électrostatiques à cause des frottements interparticulaires et particules-parois métalliques. Enfin les applications courantes en compactage à rouleaux sont l'optimisation des mélanges de poudres (poudres composites) et l'amélioration de la coulabilité par la réduction de la porosité intragranulaire. Les mélanges de poudres peuvent se dégrader en termes de proportion au cours du temps (phénomène de ségrégation). Le phénomène est plus probable s'il existe des différences de granulométrie entre les poudres mélangées. Le compactage d'un mélange homogène de poudres permet de stabiliser le mélange sous forme de plaquettes. Le broyage de ces plaquettes génère une poudre composite dont les granules sont constitués des produits constituant le mélange (mélange à l'échelle microscopique). On peut passer ainsi d'un mélange à l'échelle macroscopique à un mélange à l'échelle microscopique (échelle de la particule).

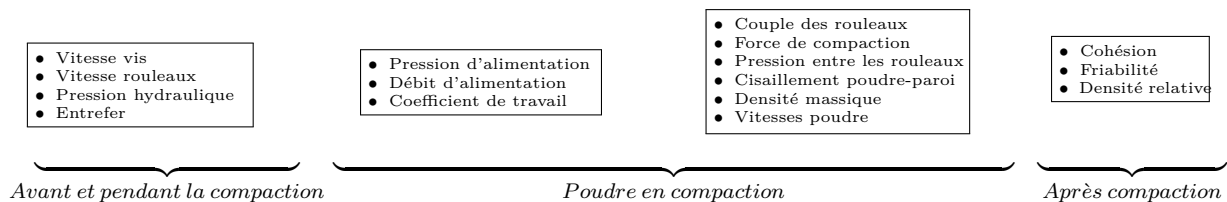
I.1.3 Fonctionnement du procédé

Le fonctionnement de la presse est basé sur le réglage des paramètres opératoires qui sont la vitesse de la vis, celle des rouleaux, la pression (ou force) hydraulique et l'entrefer. D'autres paramètres que nous appelons les variables caractéristiques de l'alimentation sont aussi importants dans le compactage. Ces variables sont la pression d'alimentation,

le débit d'alimentation et le coefficient de travail. Le coefficient de travail est le rapport de la vitesse des rouleaux par celle de la vis. La pression et le débit d'alimentation sont utilisés comme conditions aux limites dans les modèles du procédé de compactage (semi-analytique et analytique) afin de tenir compte de l'alimentation des rouleaux [20, 32]. Après la mise au point des paramètres opératoires et le choix des variables caractéristiques, on obtient au cours du procédé les variables de sortie suivantes :

- le couple des rouleaux,
- la force de compaction,
- la pression entre les rouleaux,

Avec des instrumentations spécifiques, on peut obtenir aussi d'autres variables de sortie comme le cisaillement poudre-paroi [50], la densité massique [43] et la vitesse de la poudre [51]. Ces variables de sorties constituent des indicateurs quant aux propriétés des compacts : cohésion, friabilité et densité relative. D'après Johanson [32] la pression maximale détermine le degré de compaction de la poudre et par conséquent la qualité du compact formé. Tous ces paramètres, variables et propriétés sont liés par une relation de cause à effet et peuvent être présentés dans le diagramme ci-dessus divisé en quatre parties.



Pour accéder à ces grandeurs, la mise en place de capteurs adaptés et de système d'acquisition est nécessaire. Le montage d'une presse de laboratoire et son instrumentation sont souvent fastidieux et coûteux en temps et en coût matériel. Par ailleurs, des presses commercialisées possèdent une instrumentation minimum relativement intéressante pour aborder la mise au point du procédé. En effet, la presse qu'on a utilisée (une presse KOMAREK B050H) est équipée d'un ensemble de capteurs pour les indicateurs des variables essentielles que les laboratoires de l'industrie pharmaceutique exploitent. Ces capteurs (couple de la vis, couple des rouleaux, pression hydraulique, entrefer et vitesses de la vis et des rouleaux) affichent les valeurs instantanées sur un tableau de bord mais ne permettent pas une acquisition en continu des données pour le contrôle et l'exploitation ultérieure. Un tel système d'acquisition a été mis en place pour le suivi temporel des différentes grandeurs contrôlées par des capteurs spécifiques.

Cependant, pour une meilleure compréhension du procédé, les pressions transmises à la poudre par les rouleaux (pressions de contact) sont vitales pour l'étude et l'optimisation du procédé. Une revue des différentes techniques utilisées dans la littérature s'impose pour

faire un choix de l'instrumentation d'un rouleau pour mesurer les pressions maximales de contact.

I.2 Instrumentation des presses à rouleaux

La vis sans fin qui achemine la poudre entre les rouleaux est souvent instrumentée par un couplemètre (jauge de contrainte) pour pousser la poudre. Elle est instrumentée aussi pour mesurer la vitesse de rotation qui est un paramètre important dans le procédé. Dans les travaux de Petit-Renaud [48], la vitesse est mesurée par un détecteur de proximité qui génère une impulsion à chaque tour. Les impulsions sont traitées par un tachymètre à microprocesseur avec une sortie analogique. L'instrumentation des rouleaux est basée essentiellement sur la mesure de la pression ou de la force entre les rouleaux, de l'entrefer, du couple et de la pression hydraulique. La mesure de la pression hydraulique peut être effectuée en équipant la presse d'un capteur de pression à jauges de contrainte comme dans les travaux de Petit-Renaud et Simon [48, 51].

Pour la mesure de la pression dans l'entrefer (gap), les rouleaux sont souvent équipés de capteurs reliés à une tige qui débouche à la surface des rouleaux [7, 18, 35, 43, 48, 51]. Ces capteurs sont en général de deux types : les capteurs de force ou de pression piézoélectriques [7, 43, 48, 51] et les capteurs à jauge de déformations [18, 35]. Les capteurs piézoélectriques ont l'avantage d'avoir un temps de réponse court. Le fait que la tige débouche sur la surface du rouleau rend facile le repérage de la position angulaire du capteur [35]. Il est ensuite possible de déterminer, par rapport à l'angle neutre, la position angulaire où les capteurs mesurent la pression maximale (θ_{max}).

Cependant, les travaux de Michel [43] montrent que la taille des capteurs à la surface des rouleaux ont une influence sur les valeurs de la pression. En plus quand la surface des capteurs est en contact avec la poudre dans l'entrefer, des particules de poudre viennent encrasser les petites cavités autour du capteur. Cette situation est fréquente si la poudre utilisée est de faible granulométrie (poudres fines). Souvent, on a recours à une protection à l'aide de silicone ou élastomère. Cependant, le calibrage du capteur devient plus difficile. Pour éviter ces problèmes nous avons adopté une autre façon de placer les capteurs. Nous présenterons cette instrumentation au prochain chapitre.

I.3 Quelques poudres étudiées dans la littérature

Les poudres utilisées dans la littérature sont en général des poudres pharmaceutiques et métalliques. Le procédé est connu dans la métallurgie des poudres depuis la fin du

Tab. I.1: Quelques poudres souvent utilisées dans la littérature

Poudres		Références
Poudres métalliques	fer, cuivre, nickel, acier, etc	[34, 16, 56, 14, 8]
Poudres pharmaceutiques	celluloses, lactose, alumines, calcite, quartz, etc	[28, 51, 7, 46] [50, 49, 31, 12, 24]
Poudres alimentaires	maïs, sel, etc	[64, 51]
Autres poudres	lignite, bentonite, etc	[19]

dix-neuvième siècle. Il est largement utilisé dans la production des poudres pharmaceutiques depuis plus de cinquante ans. Le tableau I.1 montre quelques exemples de poudres rencontrées dans les travaux précédents. Dans cette thèse, il sera question de poudres pharmaceutiques plus particulièrement de la cellulose microcristalline. Les poudres utilisées dans l'industrie pharmaceutique sont des excipients qui interviennent dans les mélanges avec les principes actifs. Ces excipients sont utilisés pour donner des propriétés physiques, rhéologiques et mécaniques appropriées. La cellulose microcristalline est l'un des excipients les plus utilisés dans la littérature [20, 24, 46]. Elle possède une meilleure capacité à produire des comprimés résistants. Elle se déforme essentiellement de manière plastique en compression.

I.4 Étapes de compression entre les rouleaux

Lors du passage de la poudre entre les rouleaux, celle-ci passe par un processus de déformation complexe où l'on passe de l'état poudre faiblement tassée à un état dense (compact). Pour décrire les étapes de densification de la poudre, quelques positions relatives à l'angle de rotation du rouleau sont présentées dans la figure I.3. À la sortie de la vis, la poudre entre en contact avec les cylindres à une position θ_0 appelée angle d'attaque. Cet angle est associé à la zone d'alimentation et indique le début de la compaction. Le transport de la poudre est assuré par les rouleaux grâce aux frottements interparticulaire et poudre-paroi jusqu'à un angle α appelé angle de grippage (de pincement ou de prise). Cet angle marque la fin de la zone d'alimentation et le début de la zone de compaction (zone de grippage). Il coïncide avec la position où la poudre est transportée à la vitesse des rouleaux [32]. Le processus de compaction se termine enfin dans la zone d'éjection qui marque la phase finale de la compaction de la poudre à l'angle de relâche. L'angle de relâche ne commence pas à la ligne des centres (position de l'angle neutre $\theta = 0$) mais plutôt à la position angulaire où la pression maximale est relevée (θ_{max}) c'est-à-dire quelques degrés avant l'angle neutre.

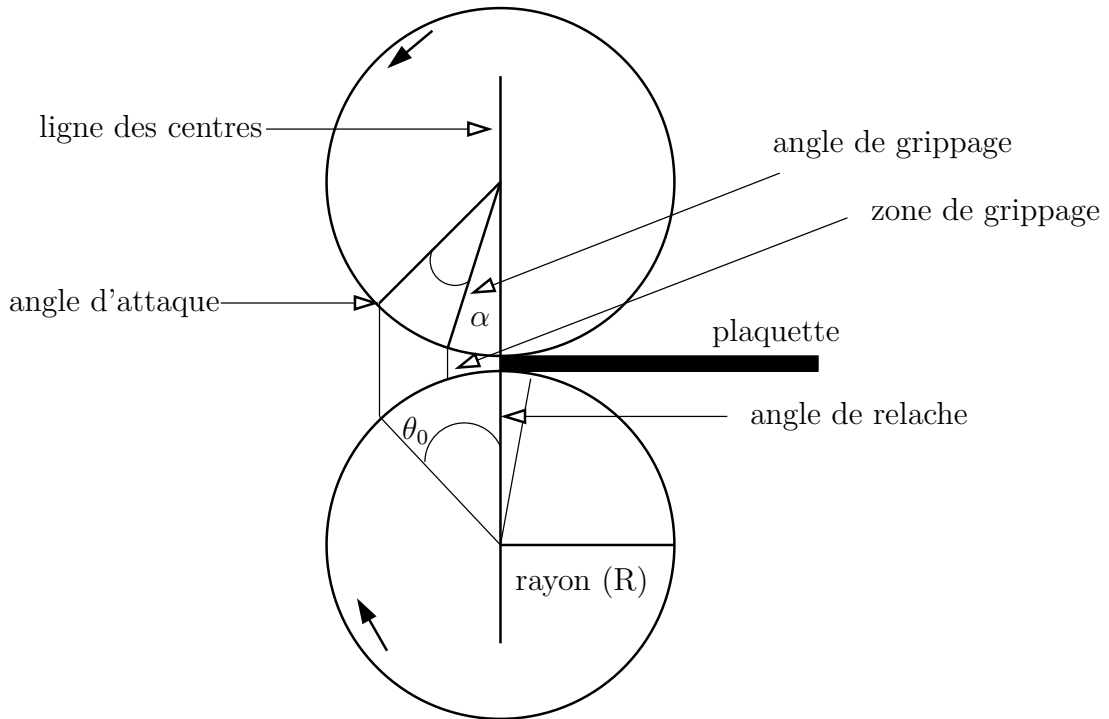


FIG. I.3: zones de compaction

En suivant le transport de la poudre depuis l'angle d'attaque θ_0 jusqu'à l'angle de relâche, on peut décrire le changement de comportement de la poudre. Tout d'abord, dans la zone d'entraînement de la poudre par les rouleaux ($\alpha \leq \theta \leq \theta_0$), les particules glissent sur les parois des rouleaux. Sous l'effet des frottements interparticulaires et particules-paroi, le matériau est transporté par les rouleaux mais à une vitesse inférieure à celle des rouleaux. Dans cette zone, il y a réarrangement des particules entraînant une pré-densification du matériau. Ensuite la matière arrive dans la zone de grippage où elle subit une forte contrainte due à la pression des cylindres. La poudre colle sur les parois des rouleaux et avance à la vitesse de ces derniers. Dans cette phase, on assiste à la déformation plastique et à la fragmentation des particules. Le matériau est compacté et prend une forme finale définie par la surface des rouleaux. Après la zone de grippage, le produit final appelé compact ou plaquette est relâché progressivement et ne subit aucune pression de la part des rouleaux à l'angle de relâche. Un relâchement élastique des compacts est alors mis en jeu.

Au cours du compactage de la poudre entre les rouleaux, la contrainte normale dans le lit de poudre augmente progressivement jusqu'à atteindre une valeur maximale avant de chuter. La valeur maximale de cette contrainte et la position à laquelle elle se réalise dépendent de la poudre utilisée mais aussi des paramètres de la presse. Il est montré dans la littérature [20] que le maximum de la pression est obtenu avant la ligne des centres qui est

identifiée par la droite reliant les centres des deux rouleaux ou par l'angle neutre ($\theta = 0$). La phase de chute de la contrainte est plus courte que sa montée. La figure ?? montre les profils typiques de pression et de cisaillement poudre-rouleau. Le cas présenté en figure ?? correspond à la poudre de quartz [50]. Grâce aux intérêts multiples du compactage et la

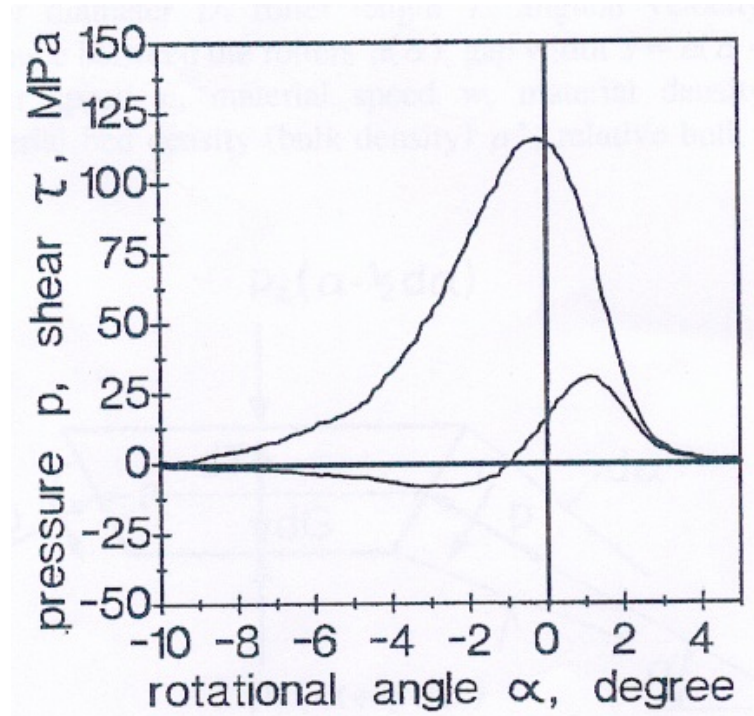


FIG. I.4: Les profils de contraintes normale et de cisaillement entre les rouleaux [50]

variété de ses domaines d'application, plusieurs études ont été menées pour comprendre le procédé. Les expériences décrites dans la littérature [25, 35, 40, 43, 48, 52] montrent que la qualité des produits issus du compactage est fortement liée aux paramètres du procédé. Nous présentons donc dans la section suivante une revue des paramètres afin d'identifier les plus déterminants pour mener l'étude expérimentale et la simulation numérique du procédé.

I.5 Influence des paramètres du procédé dans le compactage à rouleaux

Dans le compactage à rouleaux, les paramètres opératoires de la presse les plus influents sont la vitesse de la vis, la vitesse des rouleaux et l'entrefer. Les grandeurs qui en résultent comme la pression d'alimentation et le débit sont étroitement liées aux grandeurs des paramètres opératoires. Ces paramètres ont une grande influence sur les propriétés

des compacts formés. Cette dépendance des propriétés aux paramètres opératoires rend complexe la mise en œuvre du procédé et augmente la durée de mise au point du procédé. En effet, plusieurs essais sont nécessaires pour obtenir un choix optimal des paramètres. Nous nous proposons d'analyser dans cette section les travaux réalisés sur l'influence des paramètres opératoires.

I.5.1 Influence des paramètres opératoires

Il est maintenant acquis que les principaux problèmes de compactage sont liés à des défauts d'alimentation par la vis ou à un temps d'application de la pression trop court. Les défauts d'alimentation sont souvent générés par un mauvais écoulement de la poudre dû à la présence de l'air. C'est le cas par exemple des poudres fines qui sont peu perméables pour se désaérer. Par ailleurs, la synchronisation des vitesses de la vis et du rouleau pour réussir un bon compactage est une condition fondamentale pour la conduite du procédé. Le choix des paramètres tels que la vitesse des rouleaux, celle de la vis et l'entrefer est essentiel pour obtenir des compacts de bonnes tenues mécaniques. Un mauvais réglage entraîne la formation de plaquettes de qualité médiocre et dans certains cas la poudre n'est pas du tout compactée. La figure I.5 montre des cas de configuration pouvant se produire lors de la compaction : (Dec [19] et Lecompte [37]).

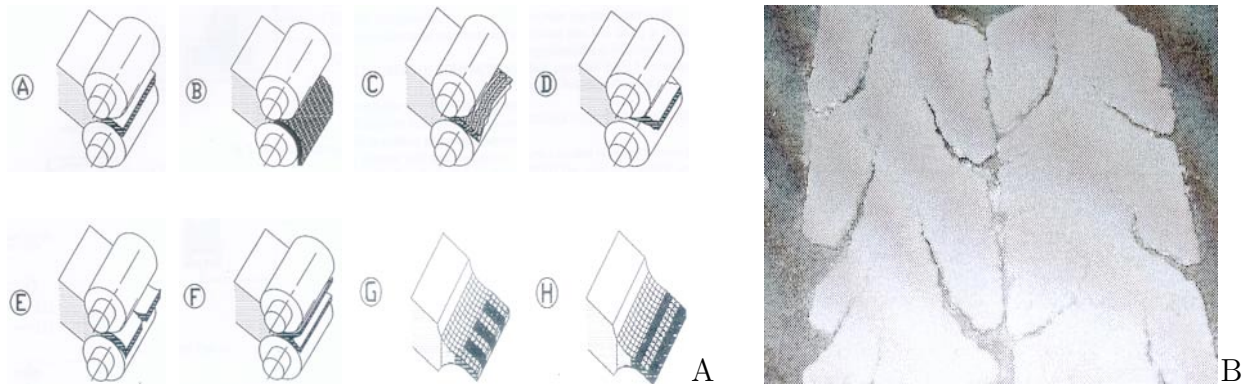


FIG. I.5: Différentes situations pouvant se produire lors de la compaction par rouleaux lisses. A : (A) compact dense et de bonne qualité, (B) la poudre sort des rouleaux sous forme de poudre, (C) cassures régulières et transversales du compact, (D) seul le milieu de la plaquette est compacté, (E) le compact se divise latéralement en deux, (F) le compact est séparé dans l'épaisseur en deux parties, (G) masse volumique non uniforme en largeur, (H) masse volumique non uniforme en longueur. B : poudre bien compactée avec des fissures dues à la contrainte de traction entre le bord et le centre.

Ces défauts sont en grande partie dus à une mauvaise corrélation entre les quatre paramètres à savoir l'entrefer, la pression hydraulique, la vitesse des rouleaux et la vitesse

de la vis.

I.5.1.1 L'entrefer

L'entrefer est un paramètre qui détermine non seulement l'épaisseur des plaquettes et la capacité de la presse (aspect quantitatif) mais aussi influe sur la qualité des produits en termes de densité et de cohésion. En effet, la masse volumique des compacts diminue lorsque l'entrefer augmente avec une vitesse des rouleaux constante (cf figure I.6). Cette diminution s'explique par le fait que la transmission des contraintes au sein de la poudre en compaction devient de plus en plus mauvaise quand l'entrefer augmente [56]. En plus de la baisse de la masse volumique, l'augmentation de l'entrefer entraîne la diminution de la pression maximale entre les rouleaux et l'élargissement de l'angle de compaction θ (figure I.7). Par ailleurs la variation de l'entrefer (les autres paramètres fixés) ne modifie

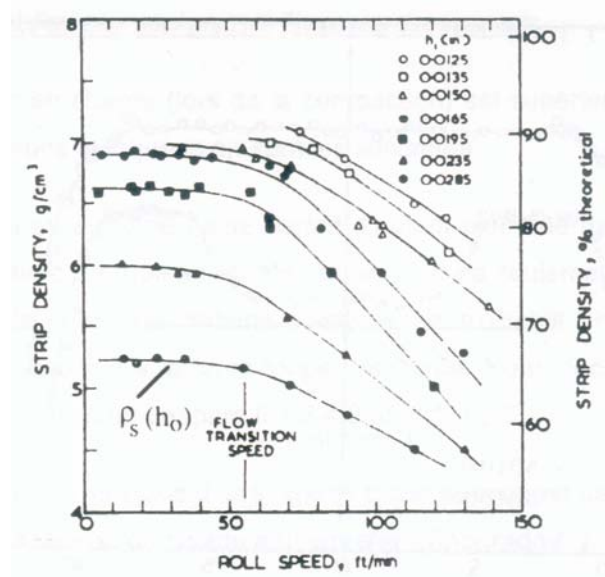


FIG. I.6: Masse volumique des compacts en fonction de la vitesse des rouleaux avec des entrefers différents (poudre de fer) [56]

pas le temps de séjour de la poudre dans la zone de compaction. L'augmentation du temps de compaction contribue à la cohésion des plaquettes en consolidant les liens entre particules. Ces analyses montrent que l'entrefer joue un rôle capital aussi bien quantitatif que qualitatif dans la production des compacts. Il faut au cours du procédé maintenir fixe l'entrefer pour obtenir les mêmes résultats. Pour cela on applique une pression hydraulique sur le rouleau mobile pour compenser la pression de la poudre.

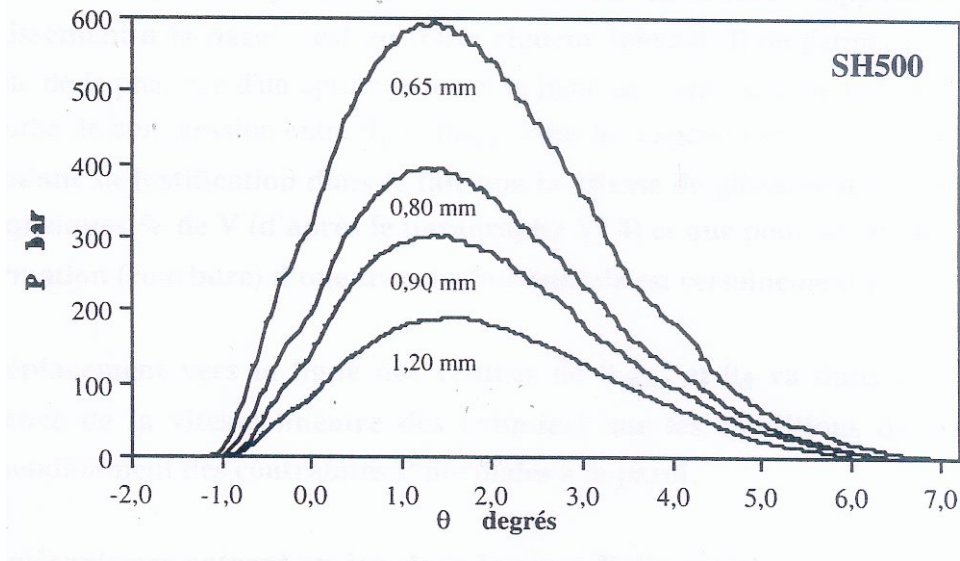


FIG. I.7: Profils de pression de la poudre d'alumine SH500 à vitesse constante pour différentes valeurs de l'entrefer [43]

I.5.1.2 La pression hydraulique

La pression hydraulique affecte essentiellement la qualité des compacts de façon indirecte à travers l'entrefer. Si la pression hydraulique n'est pas assez élevée, l'arrivée de la poudre dans la zone de compaction provoque un écartement des rouleaux donc une augmentation de l'entrefer. La hausse de la pression hydraulique permet d'atténuer cette variation de l'entrefer [35]. Freitag et al [25] ont montré qu'à basse pression hydraulique, la dureté des compacts est faible comparée aux résultats obtenus à haute pression hydraulique. Il apparaît donc judicieux de travailler avec une pression hydraulique élevée pour éviter toute fluctuation de l'entrefer.

I.5.1.3 La vitesse des rouleaux

La vitesse des cylindres doit être adaptée pour assurer la formation de bons compacts et éviter l'accumulation d'importante quantité de poudre à l'entrée des cylindres. L'augmentation du régime des rouleaux (les autres paramètres constants) a pour effet l'accroissement de la quantité de poudres transportées. La zone d'alimentation devient pauvre en poudre, la pré densification diminue et la pression maximale dans l'entrefer baisse [7]. En guise d'exemple, les études expérimentales de Petit-Renaud [48] montrent que l'augmentation de la vitesse des rouleaux entraîne une diminution de la pression maximale entre les rouleaux (figure I.8). À faibles vitesses de rouleaux, la qualité des plaquettes est meilleure. En effet, une vitesse de rouleaux élevée diminue le temps de contact et de compaction. Cela se traduit par une baisse de cohésion dans le compact. Les propriétés

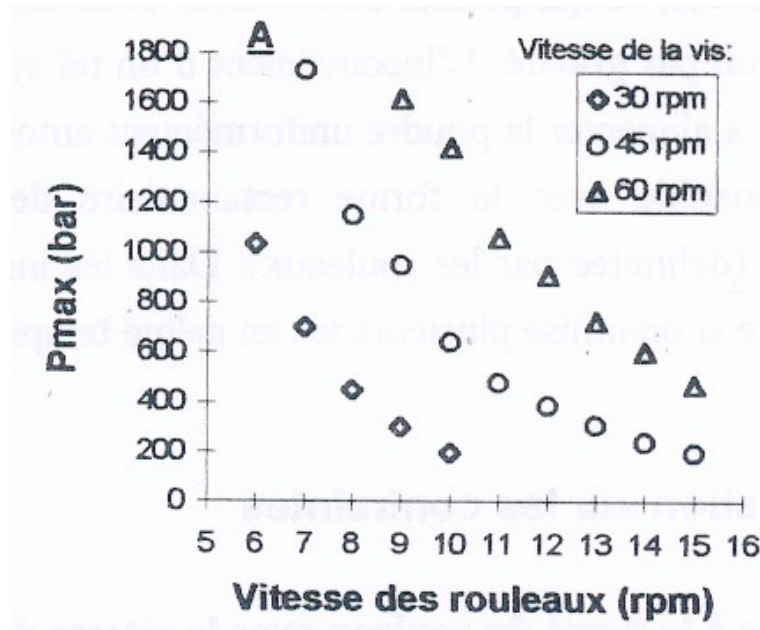


FIG. I.8: Profils de contrainte normale selon la vitesse des rouleaux et de la vis sur la poudre d'alumine SH500 [48]

de cohésion sont plus satisfaisantes si le temps de compaction est élevé [36]. Des études réalisées par Tundermann et al [56] évaluant la masse volumique des compacts à entrefer constant confirment ces conclusions. Les résultats (voir figure I.6) montrent que la masse volumique diminue quand la vitesse des rouleaux augmente.

I.5.1.4 La vitesse de la vis

L'alimentation de la presse est assurée par la vis sans fin. Il représente ainsi le système d'alimentation du compacteur. On peut augmenter ou diminuer le volume de l'alimentation par simple variation de la vitesse de la vis. La diminution de la vitesse de la vis entraîne une baisse de la masse volumique dans la zone d'alimentation. Cela fait retarder le début de la compaction et diminue ainsi le temps de compaction. Inversement certains auteurs [32, 51, 48] ont montré qu'en augmentant la vitesse de la vis (les autres paramètres étant fixés) la contrainte appliquée sur la poudre augmente et la largeur du profil de contrainte s'élargit (figure I.9). Ces changements proviennent de l'augmentation de la pression au début de la zone d'alimentation. L'augmentation de la pression maximale et l'élargissement de la largeur du profil traduisent une amélioration de la cohésion des compacts. L'influence de la vitesse de la vis sur le procédé est liée à celle des rouleaux. Les paramètres déterminants ne sont pas seulement les vitesses prises indépendamment mais plutôt leur rapport [51, 43, 48]. On retrouve cette idée qui consiste à mettre en jeu les paramètres de façon groupée dans les travaux de Lecompte [36]. On en parlera dans

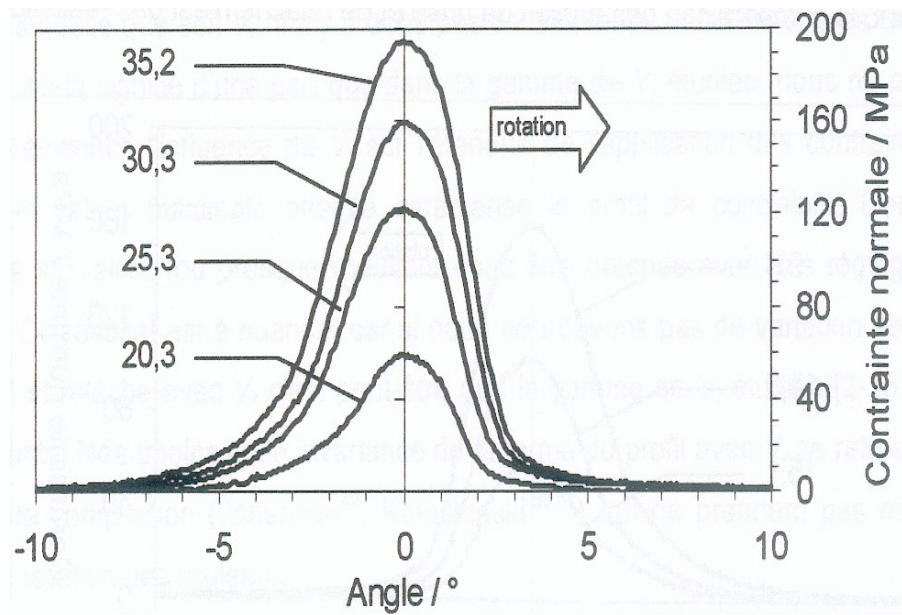


FIG. I.9: profils de contraintes normales : vitesse rouleaux constante [51]

la section ci-dessous.

I.5.1.5 Corrélation des paramètres de la vis et des rouleaux

Nous avons évoqué l'effet de la diminution de la vitesse de la vis dans le procédé. Inversement l'augmentation de la vitesse de la vis seulement (les autres paramètres étant fixés) crée une forte accumulation de la poudre dans la zone d'alimentation et bloque par la suite les rouleaux. C'est pourquoi il faut une bonne corrélation des vitesses de la vis et des rouleaux pour assurer le bon déroulement de la compaction. L'intérêt de cette corrélation est que, en faisant varier les deux vitesses tout en gardant constant leur rapport, les variables de sortie (par exemple le couple, la pression, etc) ne varient pas [36]. Ce rapport de vitesses est appelé coefficient de travail. La corrélation des vitesses permet de définir une zone appelée zone de bon fonctionnement dans laquelle des plaquettes acceptables peuvent être produites. Des essais ont été menés par certains auteurs pour caractériser cette zone. C'est ainsi que Simon [51] a défini trois régimes (ou zones) de fonctionnement du compacteur en représentant la vitesse de la vis en fonction de celle des rouleaux. Le régime de sous alimentation pour lequel la quantité de poudres fournies aux rouleaux par la vis est insuffisante. Dans ce cas, il n'y a pas de formation de plaquettes ou les plaquettes ne sont pas de bonne qualité. La zone de bon fonctionnement où les plaquettes présentent un bon aspect physiologique. Le dernier régime pour lequel la quantité de poudres délivrées par la vis est plus importante comparée à celle pouvant être transportée par les rouleaux. Les rouleaux se bloquent et entraînent le blocage de la vis. C'est le

I.5. Influence des paramètres du procédé dans le compactage à rouleaux

régime de sur alimentation. Les différents régimes de fonctionnement sont présentés sur la figure I.10. Cependant la zone de bon fonctionnement dépend de la presse utilisée et

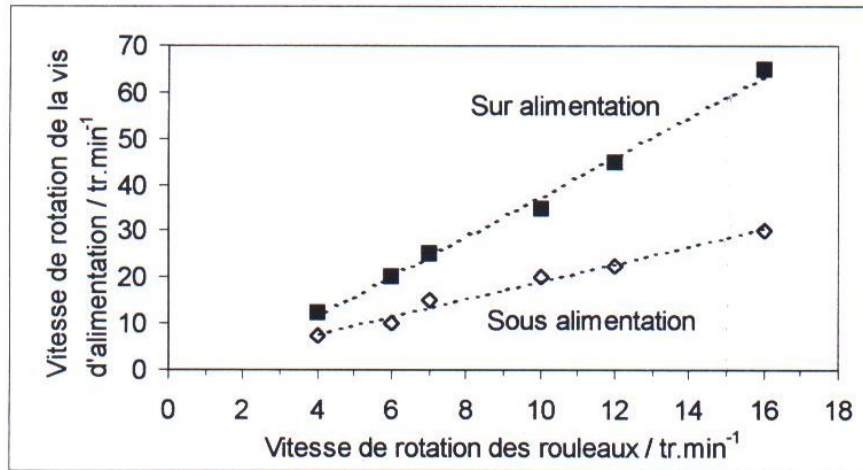


FIG. I.10: Zone de bon fonctionnement de la presse sur la poudre d'alumine SH100[51]

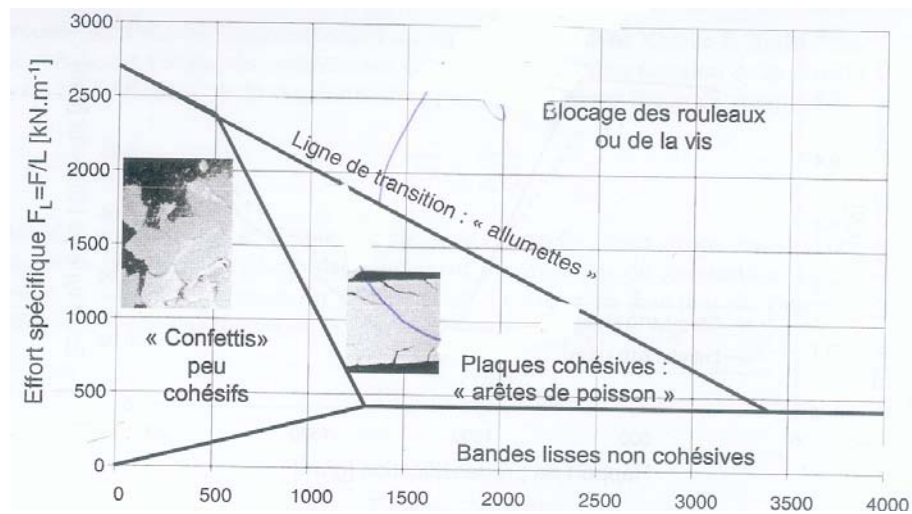


FIG. I.11: Zone de bon fonctionnement de la presse caractérisée par Lecompte [35]

de la poudre. Dans ses travaux, Lecompte [37] a défini la zone de bon fonctionnement en utilisant le débit massique de la vis, la vitesse périphérique des rouleaux, la largeur des rouleaux et l'effort spécifique (effort par unité de largeur). Cette zone est représentée sur la figure I.11. Pour l'auteur, ce débit massique n'est rien d'autre que le débit massique d'alimentation. Nous déduisons donc que la vitesse de la vis est représentée par ce débit car les deux sont directement liés. Sur la figure I.11, on remarque que la marge de manœuvre de la presse est plus importante si l'effort spécifique est compris entre 500 et 1000 $kN.m^{-1}$. Pour la presse utilisée ici cet intervalle correspond à une pression hydraulique comprise

ente 19 et 38 kN.

Dans la zone définie par Simon [51], on peut faire varier les vitesses tout en gardant le même rapport de vitesse. Dans cette étude, les essais sont effectués dans la limite de la zone définie par Simon. Nous travaillons aussi à coefficient de travail constant et à pression hydraulique constante (20 à 35 KN correspondant à un effort spécifique de 526 à 947 KNm^{-1}) pour respecter les limites de la zone caractérisée par Lecompte.

I.5.1.6 Conclusion

L'augmentation de l'entrefer altère de façon négative la qualité des compacts. Cela explique pourquoi plusieurs études sont faites à entrefer constant. Cependant l'entrefer n'est jamais fixe de manière permanente. L'arrivée de la matière provoque en général un décalage. Avec une pression hydraulique élevée ce décalage peut être minimisé. En négligeant cette légère variation il a été montré que l'entrefer ne varie pas pour un coefficient de travail constant même en augmentant les vitesses [35]. C'est pourquoi nous travaillerons dans la suite avec un entrefer constant. Quant à la pression hydraulique, elle sera aussi fixée avec une plus grande valeur. D'ailleurs pour Goidin-Jérôme et al [27] les ajustements de vitesses sont plus importants que les ajustements de la pression dans le cas des poudres pharmaceutiques. À entrefer et pression hydraulique constants, seules les vitesses de la vis et des rouleaux caractérisent le débit et la pression d'alimentation.

I.5.2 Effet du débit d'alimentation sur la qualité des compacts

Tout d'abord il faut préciser qu'il est question du débit d'alimentation (donc de la vis) et non celui de la presse. Le débit de la presse est dans beaucoup de cas considéré comme une variable de sortie. Le débit de la vis seule est supérieur au débit de la presse. La figure I.12 montre que la quantité de poudre transportée par la vis n'est pas totalement évacuée par les rouleaux. Ce qui vaut dire qu'une certaine quantité reste bloquée dans la zone d'alimentation. Ce reste à l'entrée des rouleaux favorise la pré-densification de la poudre. Cette pré-densification améliore la cohésion des compacts. Donc pour augmenter la qualité des compacts il est nécessaire d'imposer un débit d'alimentation adapté qui peut être faible ou élevé pourvu qu'on augmente la pré-densification. Dans le cas de l'alimentation par vis sans fin, le débit d'alimentation peut être modifié par simple variation de la vitesse de la vis. Mais il faut aussi un entrefer adapté et une pression hydraulique suffisante (pour maintenir fixe le rouleau mobile) afin d'assurer la pré-densification.

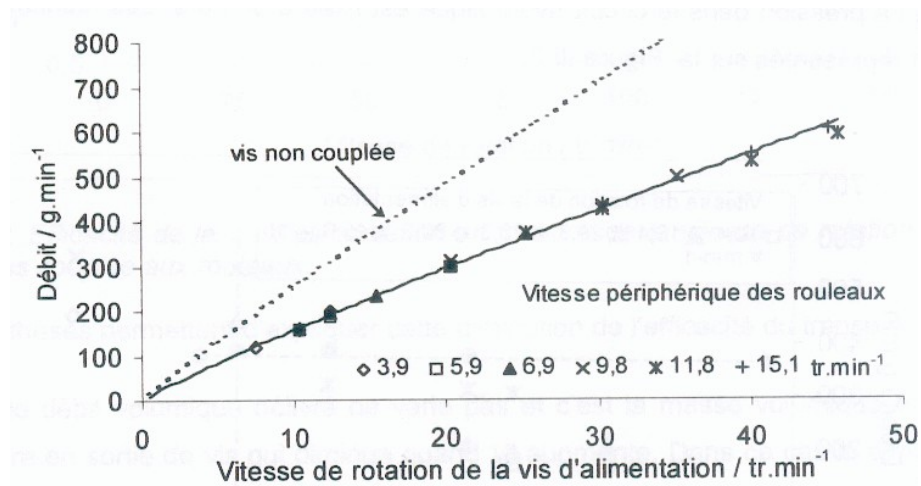


FIG. I.12: Le débit de la vis non couplé aux rouleaux et celui de la presse [52]

I.5.3 Influence de la pression d'alimentation

La pression d'alimentation (ou pré-pression) notée P_0 est la pression qui règne dans la zone située entre la fin de la vis et l'entrée des rouleaux. Elle résulte du transport de la poudre par la vis d'alimentation et de la poudre qui n'a pas pu être entraînée par les rouleaux. Dans cette zone intermédiaire, la poudre subit une pré-compaction (ou pré-densification) qui augmente l'état de contrainte au sein de la poudre. Dans le cas d'une alimentation gravitaire avec une trémie verticale, Michel [43] a montré l'influence de cette pré-compaction sur le profil de la pression maximale. La trémie est surmontée d'un piston qui sert à appliquer des masses variables sur la colonne de poudres dans la trémie. La figure I.13 montre que la contrainte maximale est proportionnelle à la pression d'alimentation.

L'accroissement de la pré-pression, pour une alimentation horizontale, est obtenu par augmentation de la vitesse de la vis, mais à condition que les propriétés de la poudre permettent l'augmentation du débit à partir de l'augmentation de la vitesse de la vis. Ce n'est pas le cas pour les poudres fines de taille inférieure à $15 \mu m$ où l'augmentation de la vitesse de la vis n'entraîne pas l'augmentation du débit. Cet accroissement comme dans le cas d'une alimentation verticale a pour conséquence l'augmentation de la pression appliquée sur la poudre. Ces résultats laissent apparaître qu'il existe une forte dépendance de la pression maximale à la pression d'alimentation. Selon Johanson [32] la pression maximale est une amplification de la pression d'alimentation générée par la presse à rouleaux. La capacité de la presse est aussi affectée par la variation de la pression d'alimentation. D'après Sommer et al [54], pour une contrainte maximale connue et fixée, le débit de la presse est proportionnel à la pression d'alimentation. Ce résultat obtenu après quelques reformulations dans le modèle de Johanson est représenté dans la figure I.14 où q_0 est la

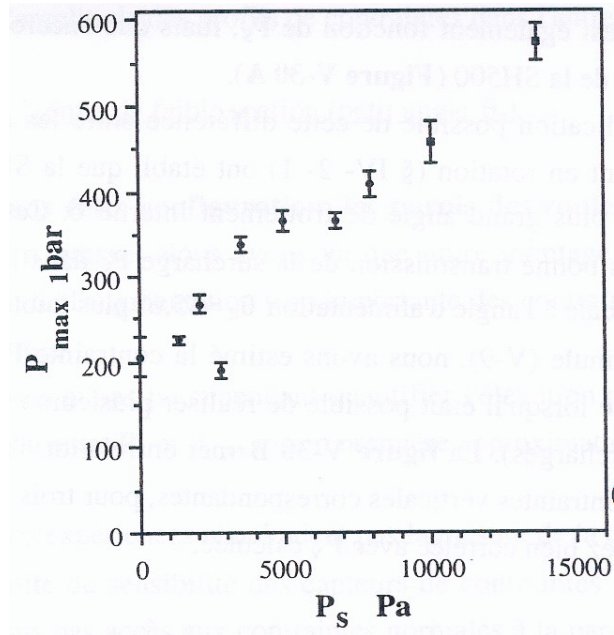


FIG. I.13: Pression maximale dans l'entrefer : vitesse rouleaux constante [43]

pression d'alimentation.

La pression d'alimentation représente dans beaucoup de modèles une condition initiale

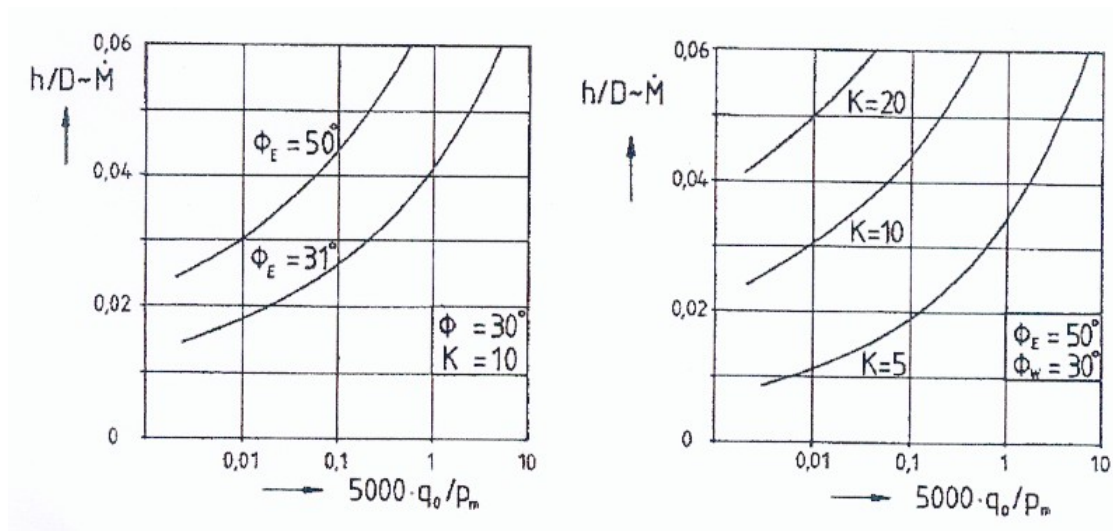


FIG. I.14: Débit de la presse en fonction du rapport des pression [54]

pour l'analyse du comportement des poudres en compression [32, 20]. C'est donc un paramètre à connaître pour la mise en œuvre de modèle numérique. En même temps la mesure de cette pression est difficile à réaliser à cause de l'étroitesse de la boîte de confinement, de la fluctuation de la pression à ce niveau et de la grande différence d'échelle entre la pression d'alimentation et la pression entre les rouleaux (les capteurs sur les rouleaux

ne détectent pas de signaux). Petit-Renaud a mis en place un montage permettant de mesurer la pression dans la boîte de confinement. Elle a placé deux capteurs à jauge de contraintes dont le premier est fixé près de la vis et le deuxième à 31.5 mm du premier capteur (figure I.15). Les résultats obtenus avec ce montage n'ont pas été évoqués, mais

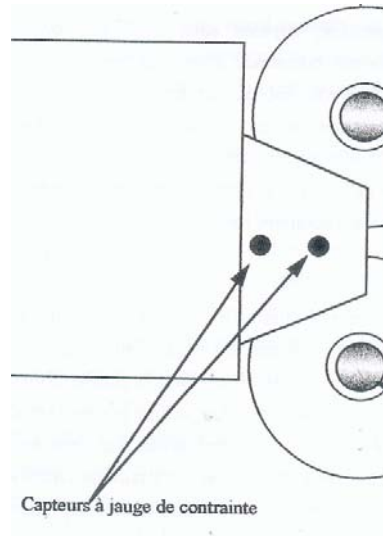


FIG. I.15: Capteur de pression dans la zone d'alimentation [48]

il faut dire que la présence d'un capteur dans la boîte de confinement (aussi petit qu'il puisse être) peut influencer la mesure de la pression et créer une hétérogénéité dans cette zone. L'hétérogénéité dans cette zone située entre la vis et les rouleaux est à l'origine de la non uniformité des propriétés de la plaquette.

I.5.4 Étude de l'homogénéité du compact

La distribution de la densité et de la pression sur la largeur des compacts n'est pas uniforme [37, 39, 51, 57]. Cette mauvaise répartition de ces deux propriétés est due au système d'alimentation. En effet on retrouve dans les compacts obtenus en utilisant une alimentation par vis sans fin la forme de la géométrie de la vis [51]. Ces formes sont caractérisées par parties sombres et claires sur le compact qui représentent des zones à forte pression et des zones à pression moins élevés. Une illustration de ce phénomène est présentée sur la figure I.16 en utilisant un dispositif de transmission lumineuse sur les compacts de lactose.

On peut prendre des précautions pour éviter cet effet de la vis. L'utilisation d'une alimentation par piston qui permet de pousser la poudre entre les rouleaux a été essayée par Simon. Lecompte a introduit une zone intermédiaire entre la vis et les rouleaux qui permet d'éliminer dans le lit de poudre l'effet périodique causé par la vis. Cependant

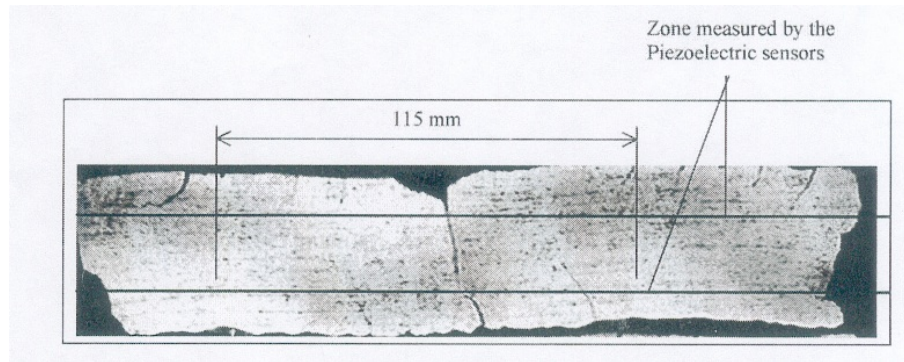


FIG. I.16: Image obtenue par transmission lumineuse sur le lactose [51]

malgré ces précautions, l'hétérogénéité dans la plaquette demeure. Les images de la figure I.17 montrent que la pression est plus élevée au centre que sur les bords des plaquettes.

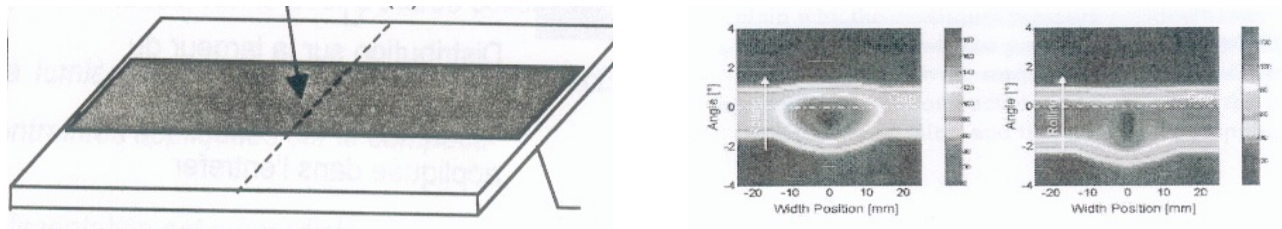


FIG. I.17: Distribution de la pression sur la largeur des compacts : alimentation par piston [51] et alimentation par vis avec une zone intermédiaire [35]

I.5.5 Conclusion

L'augmentation de la vitesse des rouleaux ou l'entrefer (vitesse de vis constante) a pour conséquence l'augmentation de la quantité de matière transportée par les rouleaux. Ceci diminue la pression qui règne dans la zone d'alimentation. Il en ressort aussi de l'analyse de cette section que l'augmentation de la vitesse de la vis à entrefer fixé et à vitesse de rouleaux constante entraîne une hausse de la pression et du débit d'alimentation.

Finalement l'effet combiné de la vitesse des rouleaux et de la vitesse de la vis peut être représenté par le débit et la pression d'alimentation. Pour prévenir toute variation de l'entrefer au cours de la compaction, on peut travailler avec une pression hydraulique suffisamment grande une fois que l'entrefer est stabilisé.

Il ressort de la littérature que les propriétés telles que la pression et la densité ne sont pas réparties de façon uniforme sur les compacts.

I.6 Influence des propriétés des poudres sur la conduite du procédé

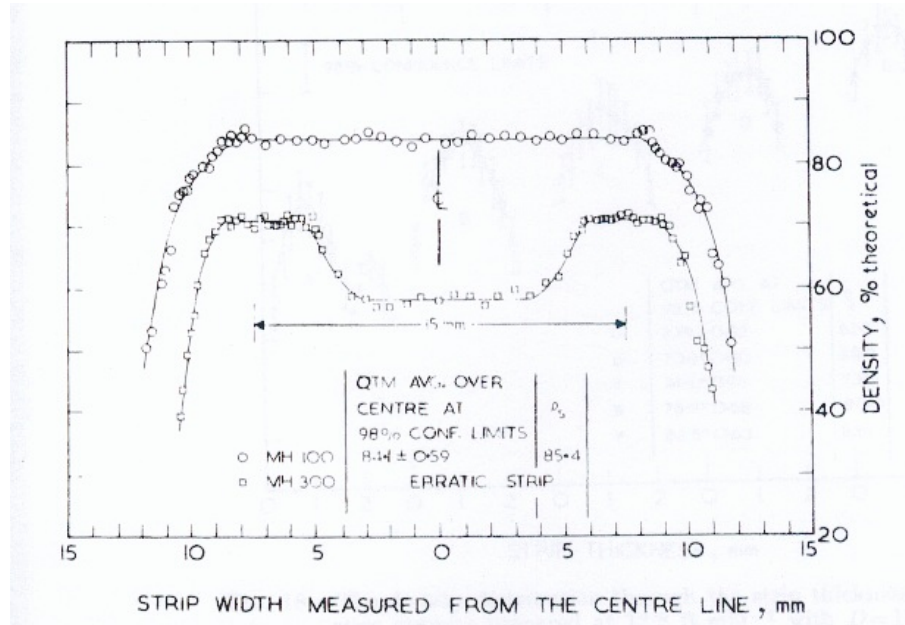


FIG. I.18: Distribution de la densité sur la largeur de plaquette : poudres de fer MH 300 (fine) et MH 100 (grosse) [57]

La difficulté de mise en œuvre du procédé de compactage n'est pas seulement due aux paramètres du procédé mais aussi aux propriétés de la poudre. Dans le procédé, des différences apparaissent lorsqu'on applique les mêmes conditions opératoires à des poudres de propriétés différentes. Ces différences sont dues au fait que :

- certaines poudres ne s'écoulent pas bien et leur transport ne se fait pas de façon continue et uniforme
- mécanismes de déformations qui diffèrent selon les poudres (déformation puis fragmentation comme pour les celluloses en poudre (pulvérulents) ou déformation plastique comme pour les celluloses microcristallines).

Nous nous intéressons à l'influence de ces propriétés sur certaines grandeurs (pression entre les rouleaux, la densité, etc). Cependant il est difficile de généraliser un résultat obtenu sur une poudre à cause des différents mécanismes qui entrent en jeu quand la poudre est soumise à une compression. Les conclusions peuvent aller dans le sens inverse de ce qui est démontré dans d'autres travaux. Tundermann et al [57] ont montré sur des poudres métalliques que la masse volumique des compacts augmente avec la taille des particules (figure I.18). Pourtant selon Chekmarev et al [16], la courbe de contrainte pour une poudre fine est plus large et plus importante (figure I.19). Expérimentalement pour

étudier l'influence des propriétés de la poudre il est plus facile d'effectuer les tests sur des poudres différentes. Ce qui fait que l'étude de l'influence des propriétés de la poudre à partir des expériences nécessite l'utilisation de plusieurs variétés de poudres.

À l'inverse des essais, les modèles permettent d'évaluer à moindre coût l'influence des

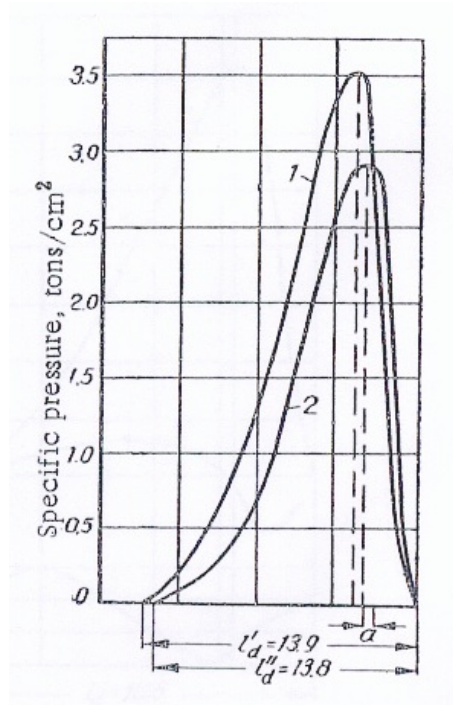


FIG. I.19: Influence de la granulométrie sur la distribution de pression : poudres de fer 1 APZhM (fine) et 2 APZhK (grosse) [16]

propriétés de la poudre sur les variables de sortie qui caractérisent la qualité des compacts. On peut par exemple étudier l'effet de l'angle de frottement interne, du coefficient de frottement, de la densité apparente, de la compressibilité, etc sur la contrainte maximale. La théorie de Johanson (voir section ci-dessous) permet de voir que l'augmentation de l'angle de frottement à la paroi entraîne une augmentation de la pression maximale [7, 5]. Selon Dec [20], un coefficient de frottement élevé signifie une densité relative élevée et de plus la pression entre les rouleaux augmente (cf figure I.20). De même Mansa et al [40] ont montré par simulation numérique que la pression maximale est plus importante quand la compressibilité de la poudre est élevée. Cependant l'étude du compactage par modélisation implique en amont l'étude des propriétés mécaniques des poudres.

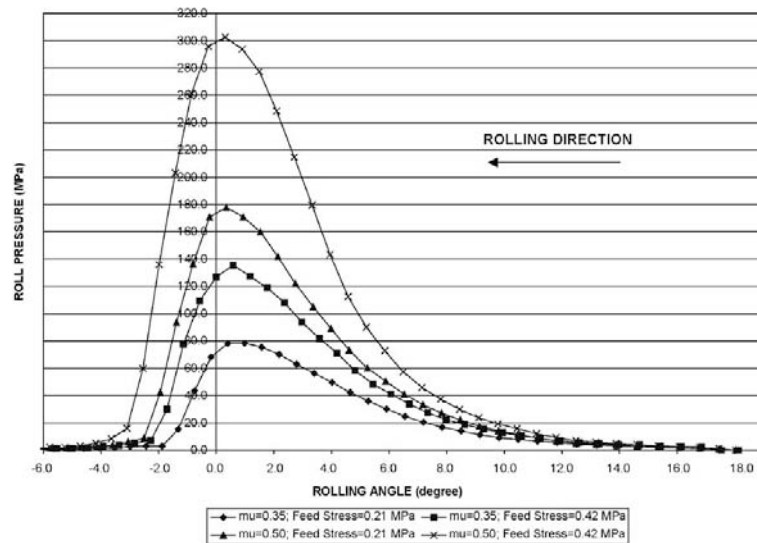


FIG. I.20: Distribution de la pression en fonction de l'angle θ avec deux coefficients de frottements différents [20]

I.7 Comportement de poudres à faible densité relative

La mise en œuvre de ce procédé nécessite la connaissance des propriétés mécaniques des matériaux utilisés. Dans cette thèse, les études sont effectuées à l'échelle de la poudre avec des tailles de particule de l'ordre de quelques dizaines de microns. Le comportement des poudres est comparable à celui d'un fluide dans la mesure où elles peuvent couler comme des liquides ce qui permet de les classer dans les milieux continus. Mais, dans certains cas, elles se comportent comme un solide devenant ainsi stables. Elles peuvent, dans ce genre de situation, résister à l'écoulement grâce aux frottements interparticulaires et aux forces de cohésion entre grains. Ces attitudes spécifiques témoignent la difficulté à définir explicitement le comportement des poudres. À cela s'ajoute le fait que les espaces interstitiels (espaces entre les particules) contiennent une phase gazeuse et le milieu granulaire est compressible. À l'état de repos, elles peuvent se mettre en mouvement sous l'effet de certaines forces et s'écoulent plus ou moins facilement. Cette aptitude à l'écoulement qui dépend des poudres permet de décrire le comportement mécanique des milieux granulaires. En effet, le milieu granulaire change son volume quand il est mis en écoulement : il s'expand s'il est originellement compacté ou se contracte s'il n'était pas tassé pour atteindre une densité critique [17].

Considérons un milieu granulaire élémentaire de géométrie simple (rectangulaire par exemple) soumis aux contraintes P et T comme indiqué sur le schéma I.21. La représentation graphique de ce schéma selon la densité du milieu donne les courbes représentées sur

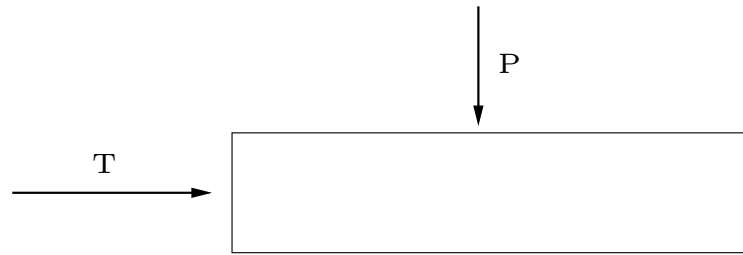


FIG. I.21: Volume élémentaire de poudre soumis à des sollicitations

la figure I.22 [3]. Pour un grand déplacement la courbe $\frac{T}{P}$ tend vers une droite constante

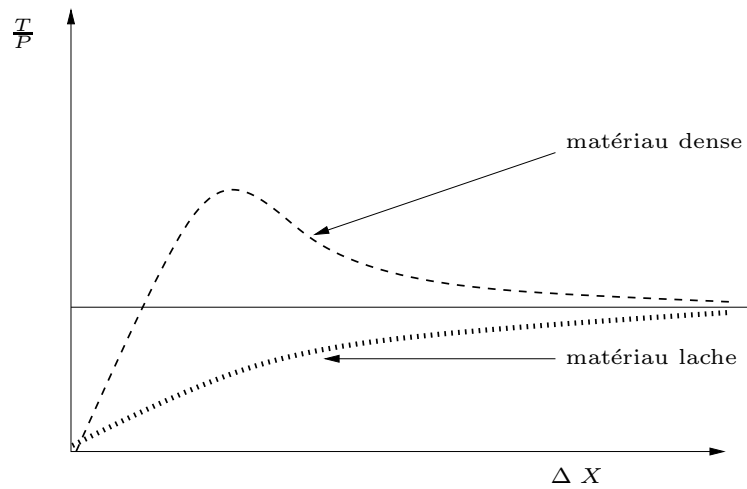


FIG. I.22: Courbes de cisaillement de la poudre et densité critique

qui représente l'état de densité critique. Pour une poudre initialement consolidée, elle doit se dilater pour s'écouler ce qui nécessite plus de force de cisaillement au début de l'écoulement. Par contre pour un milieu dilaté, la poudre se compacte au début du cisaillement pour atteindre sa densité critique. La quantité $\frac{T}{P}$ vérifie :

$$\frac{T}{P} (\Delta X \rightarrow \infty) \simeq cst$$

Ce changement d'état de la poudre selon son état de consolidation signifie que le milieu granulaire garde en mémoire l'histoire des contraintes subies. Pour initier le mouvement d'une poudre à l'état stable, il faut lui appliquer une force supérieure aux forces interparticulaires et surtout aux forces de cohésion qui peuvent devenir importantes grâce à des consolidations sous contrainte. L'écoulement d'une poudre est donc caractérisé par la rupture de ces liens définie par les lieux cinématiques de rupture et aussi par la fonction d'écoulement.

I.7.1 Lieux cinématiques de rupture

Les lieux cinématiques de rupture sont relatifs à une consolidation donnée. Un lieu cinématique de rupture est obtenu en appliquant une contrainte de cisaillement sur la poudre pour une consolidation fixée. En répétant l'expérience pour différentes valeurs de consolidation et en plaçant les points dans le plan des contraintes normales et de cisaillement, on obtient le lieu cinématique de cisaillement. La figure I.23 montre le lieu de rupture obtenu par essais de cisaillement [17]. La variable τ représente la contrainte de cisaillement, σ la contrainte normale et c la cohésion. En prenant la droite linéaire de

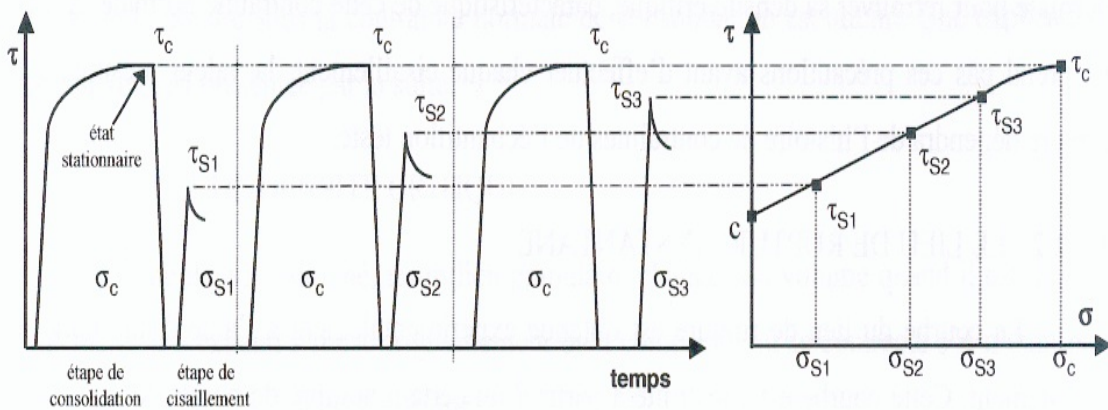


FIG. I.23: Lieu cinématique de rupture obtenu par essais de cisaillement [17]

cette courbe, on retrouve le critère de rupture de Coulomb

$$\tau = \mu \sigma + c$$

Le matériau granulaire s'écoule si la valeur limite de contrainte de cisaillement de ce critère est dépassée (c'est-à-dire au-dessus de la droite). À partir d'un lieu de rupture cinématique pour une consolidation donnée, on peut déterminer la contrainte de cohésion f_c (appelée aussi la résistance à la compression simple) et la contrainte majeure de consolidation σ_c . La contrainte de cohésion f_c est obtenue en traçant, dans le plan des contraintes, le cercle de Mohr passant par l'origine et tangent au lieu cinématique de rupture. Le diamètre du cercle représente la valeur de f_c . La contrainte de consolidation σ_c est calculée par le tracé du cercle de Mohr passant par le dernier point du lieu de rupture et tangent au lieu de rupture. Les couples (σ_c, f_c) pour plusieurs états de consolidation différents donnent la fonction d'écoulement.

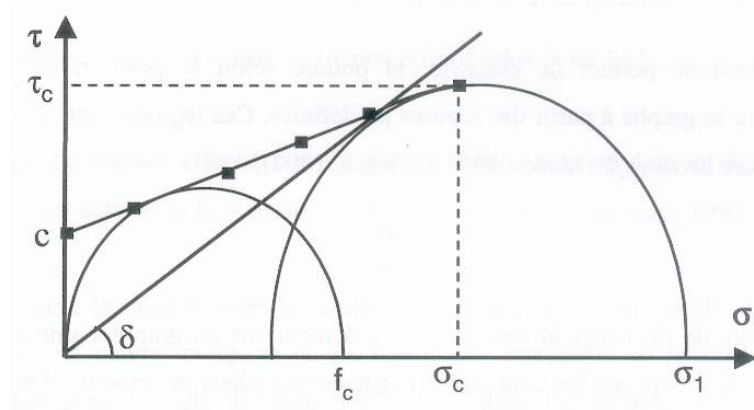


FIG. I.24: Cercles de Mohr obtenus à partir d'un lieu de rupture linéaire [17]

I.7.2 Fonction d'écoulement

Elle correspond à la courbe exprimant la contrainte de cisaillement f_c en fonction de la contrainte de consolidation σ_c obtenue par essais. La fonction d'écoulement indique la contrainte nécessaire pour réinitialiser un écoulement en fonction de la contrainte majeure qui a consolidé la poudre [17]. Les poudres peuvent être classées à partir de leur fonction d'écoulement. Il y a par exemple les produits fibreux avec un écoulement difficile et le sable sec qui s'écoule plus facilement. La figure I.25 montre le diagramme de classification des poudres à partir de la fonction d'écoulement.

I.8 Comportement de poudre en compression

La liste des modèles décrivant le comportement des poudres en compression est importante [9]. L'objectif de ce travail n'est pas de dresser un tableau exhaustif de ces modèles. L'étude menée dans cette section sera réduite à quelques modèles élasto-plastiques souvent cités comme modèles de référence dans la littérature. Ces modèles que nous évoquons permettent de décrire un mécanisme qui traduit la dilatance de la poudre et un autre mécanisme qui exprime la densification de la poudre.

I.8.1 Modèle de Cam-Clay

Ce modèle est basé sur la définition d'un état critique (E.C.). L'état critique est l'état de contraintes pour lequel la poudre se déforme à volume constant et contraintes constantes. L'idée centrale est l'introduction du concept de durcissement/adoucissement par rapport à la position de la surface d'état critique (E.C cf figure I.26). Le comportement de la poudre est fonction de la composante de la déformation plastique volumique.

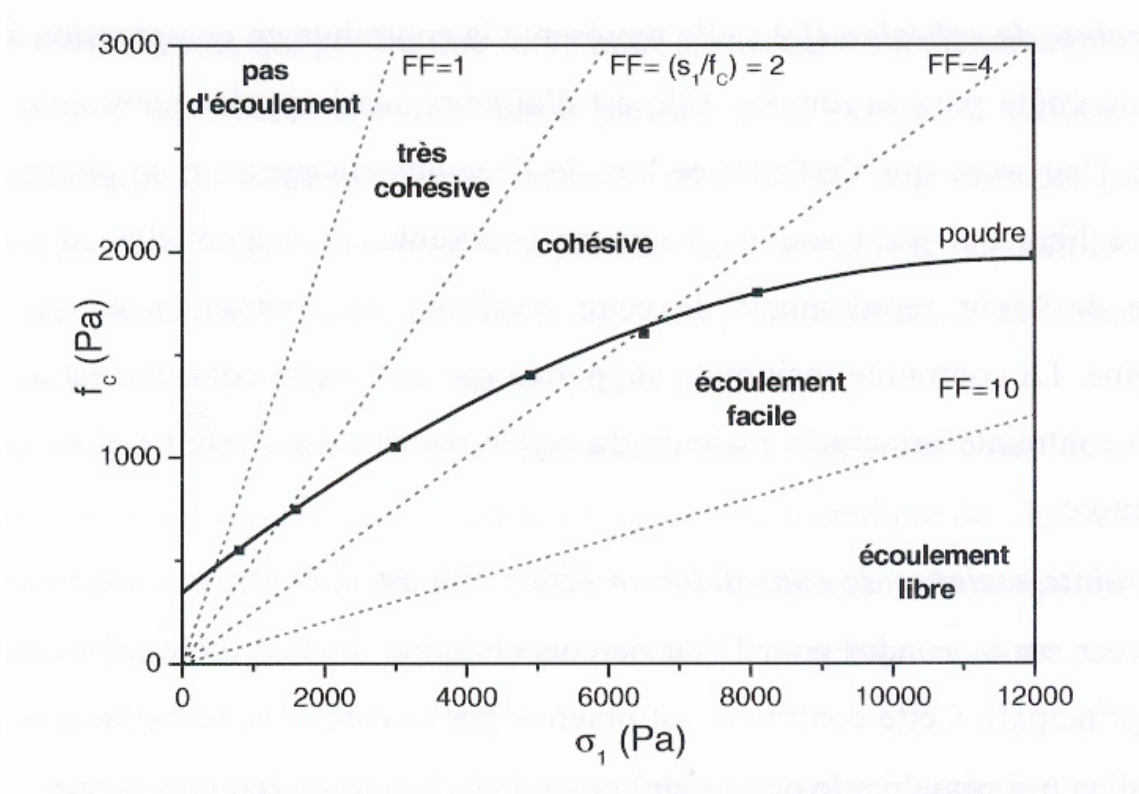


FIG. I.25: Classification des poudres selon la fonction d'écoulement [17]

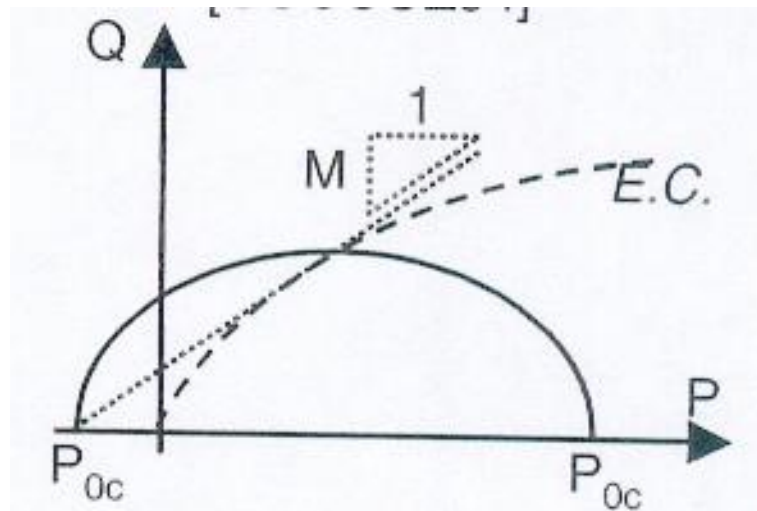


FIG. I.26: Représentation du modèle de Cam-Clay dans le plan (P,Q) [9]

Si la déformation plastique volumique diminue (mécanisme de densification ou de durcissement) la surface de rupture du cap augmente et inversement une diminution de la surface de rupture du cap est provoquée par l'augmentation de la déformation plastique volumique.

I.8.2 Modèle de Drucker-Prager/Cap

La surface de charge de ce modèle est composée principalement de deux parties : la surface de rupture en cisaillement et le cap qui décrit l'augmentation de la déformation plastique volumique (voir figure I.27). Le modèle de Drucker-Prager/Cap décrit bien le comportement en compression de la poudre comme le montre la littérature sur la compression en matrice [4, 26, 45, 53, 61]. Ce modèle permet :

- de prendre en compte les propriétés mécaniques de la poudre et leur évolution en fonction de la densité relative ;
- la rupture sous l'effet du cisaillement à l'aide du critère de Drucker-Prager ;
- la dépendance du cisaillement et de la pression hydrostatique par une limite permettant de borner l'effet des pressions hydrostatiques sur la densification.

C'est ce modèle que nous utilisons pour la simulation du procédé pour des raisons évoquées ci-dessus mais aussi parce que ce modèle est disponible dans le logiciel commercial Abaqus et parce que certaines données pour la poudre que l'on étudiera ont été identifiées dans la thèse de Kadiri [33] et aussi dans la littérature [53].

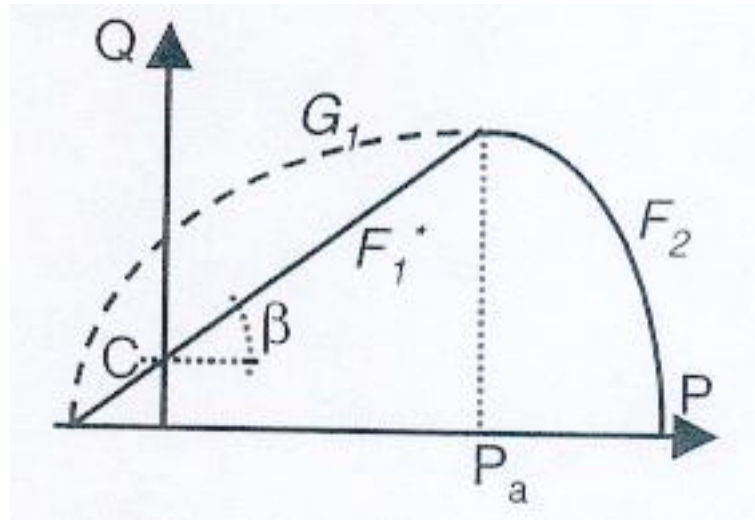


FIG. I.27: Représentation du modèle de Drucker-Prager/Cap dans le plan (P,Q) [9]

I.9 Modélisation du procédé de compactage

L'usage du compactage dans les industries est en grande partie basé sur les techniques d'essais-erreurs [20] qui nécessitent plusieurs essais préliminaires. Ce type de démarche a, dans la plupart des cas, donné de meilleurs résultats en quantité et en qualité en ce qui concerne le rendement du procédé. Mais cette démarche est synonyme d'augmentation de temps et de coûts de production. Les coûts de production sont plus accentués

si la poudre utilisée a une forte valeur. Or les résultats recherchés en industrie sont la production de compacts avec des propriétés souhaitées et à moindre coût. C'est pourquoi il est intéressant de trouver une approche autre que la technique essais-erreurs afin de prédire les relations entre les propriétés des compacts, les paramètres du procédé et les propriétés de la poudre. Ces relations sont non seulement difficiles à mettre en place mais aussi rarement quantifiables de façon universelle. La simulation numérique est mise à profit pour réduire les coûts de mise en œuvre et de trouver des conditions optimales du fonctionnement du procédé. Plusieurs types de poudres peuvent être testés sur différentes presses (en changeant les dimensions de la presse) dans des conditions opératoires différentes. Plusieurs modèles ont été développés pour rendre compte du comportement de la poudre au cours du procédé de compactage. Des progrès récents dans la modélisation du procédé commencent à être utilisés dans des domaines d'application comme la pharmacie ou l'agroalimentaire.

I.9.1 Méthodes de modélisation

Plusieurs techniques de modélisation du procédé de compactage à rouleaux existent dans la littérature. Ces techniques de modélisation utilisent pour les poudres des modèles de comportement du plus simple (modèle de Johanson) au plus compliqué (Kuhn et Downey, Drucker-Prager/Cap). Deux grandes familles de modèles sont parmi les modèles les plus répandus : les modèles analytiques ou semi-analytiques et les modèles qui imposent l'utilisation de méthodes numériques pour les approcher. Ces modèles sont formulés dans le cadre de la mécanique des milieux continus compressibles.

Il faut noter que le procédé de compactage à rouleaux est souvent analysé en distinguant la phase de l'alimentation (transport de poudre par la vis) et la phase de compactage (transport et déformation de la poudre entre les rouleaux). Cependant, les phases du procédé (alimentation et compactage) sont fortement dépendantes. La zone de communication entre les deux phases du procédé est souvent caractérisée par une pression (la pression d'alimentation) ou un débit d'alimentation. Sur le plan de la modélisation de la phase de compactage, les deux conditions (pression ou débit) demandent des mises en œuvre différentes et ne représentent pas les mêmes mécanismes physiques. Dans ce qui suit, nous allons analyser l'état de l'art pour la modélisation de la partie "alimentation par vis" et la partie "compactage à rouleaux de poudres".

I.9.2 Modélisation de l'alimentation

Le but de ce paragraphe est de disposer d'un outil mathématique permettant d'évaluer la pression et le couple délivrés par une vis sans fin lors du transport d'une poudre. Ce

modèle est développé dans les travaux de Yu et Arnold sur la vis d'alimentation [62, 63]. Il permet de calculer la force motrice et le couple de la vis en assumant l'équilibre statique des forces mises en jeu sur les interfaces d'un pas de vis (figure I.28). Les forces prises en compte dans l'équilibre concernent la charge appliquée par la poudre stockée dans la trémie (cette charge ne concerne que les premiers pas de vis situés sous la trémie), ainsi que les forces motrices et de résistances sur les interfaces qui constituent des zones de frottement poudre-paroi. La charge appliquée, notée Q , est donnée par l'expression I.2.

$$Q = q_s \gamma L_v B^2 \quad (\text{I.1})$$

Dans cette expression la variable q_s désigne le facteur de surcharge (voir annexe 1), γ le poids spécifique, L_v la longueur de la partie de la vis située sous la trémie et B est la largeur de l'ouverture de la trémie.

En supposant que la charge est uniformément distribuée sur toute la section de l'ouverture de la trémie, la contrainte exercée par la poudre s'écrit :

$$\sigma_{0v} = \frac{Q}{L_v B} = q_s \gamma B \quad (\text{I.2})$$

Pour la suite de la modélisation, la vis est divisée en deux parties : la section d'alimentation, située sous la vis, qui subit la contrainte σ_{0v} et la section fermée représentant la suite de la vis. Comme indiqué sur la figure I.28, ces forces (qui sont axiales) sont appliquées sur

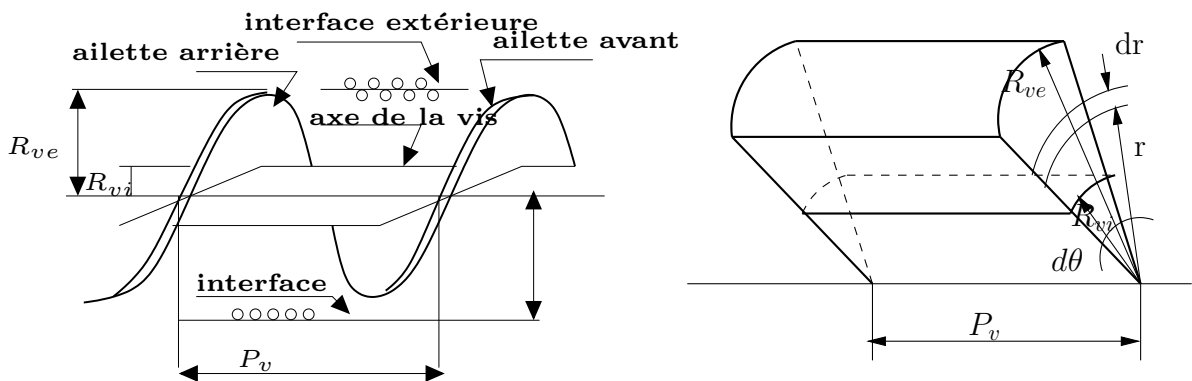


FIG. I.28: Calcul du couple sur un pas de vis

cinq surfaces limites qui constituent des zones de frottement poudre-paroi. Nous noterons pour la suite ces différentes forces de la façon suivante :

1. F_{ua} est la force de résistance s'exerçant sur l'interface extérieure et est déterminée

par

$$F_{ua} = \frac{\pi}{2} c_p \mu_e \cos(\alpha_0 + \phi_f) \sigma_{0v} D_v^2 \quad (\text{I.3})$$

$$\text{Avec } \mu_e = (0.8 - 1.0) \sin \delta, \quad c_p = \frac{P_v}{D_v} \quad (\text{I.4})$$

2. F_{ca} est la force de résistance s'exerçant la surface de l'axe de la vis et définie par

$$F_{ca} = \frac{\pi c_d (c_t - c_d)}{4} \sin \alpha_c \left[\exp \left(\frac{4\mu_w \lambda_s c_p}{c_t - c_d} \right) - 1 \right] \sigma_{0v} D_v^2 \quad (\text{I.5})$$

$$\text{Avec } c_d = \frac{R_{vi}}{R_{ve}}, \quad c_t = \frac{2R_t}{D_v} \quad (\text{I.6})$$

3. F_{la} représente la force de résistance sur l'ailette avant. Elle s'écrit :

$$F_{la} = \lambda_s \left[\frac{\pi}{4} (1 - c_d^2) + \frac{\mu_f c_p}{2} (1 - c_d) \right] \sigma_{0v} D_v^2 \quad (\text{I.7})$$

4. F_{ta} est la force de résistance sur l'interface du tube de la vis.

$$F_{ta} = \frac{\pi}{8} c_t (c_t - c_d) \cos(\alpha_0 + \phi_f) \left[\exp \left(\frac{4\mu_w \lambda_s c_p}{c_t - c_d} \right) - 1 \right] \sigma_{0v} D_v^2 \quad (\text{I.8})$$

5. F_{da} est la force motrice sur l'ailette arrière. Elle est déterminée en supposant l'équilibre des forces sur un pas de vis :

$$F_{da} = F_{ua} + F_{ca} + F_{la} + F_{ta} \quad (\text{I.9})$$

D_v représente le diamètre extérieur de la vis, R_{ve} le rayon extérieur du filet de la vis, R_t le rayon intérieur du tube de la vis, R_{vi} le rayon de l'axe de la vis, δ est l'angle de frottement interne, σ_0 la contrainte exercée par la poudre de la trémie, P le pas de la vis, α_0 l'angle hélicoïdal de l'hélice de la vis à partir du diamètre de la vis, α_c l'angle hélicoïdal de l'hélice de la vis au niveau de l'axe, ϕ_f l'angle de frottement poudre-paroi et θ l'ordonnée polaire, μ_w le coefficient de frottement sur l'axe de la vis, μ_f le coefficient de frottement sur les hélices, λ_s le rapport de contraintes.

Le calcul détaillé de ces différentes forces est présenté dans les travaux de Yu et al [63, 62]. Les forces F_{ua} , F_{ca} , F_{la} et F_{ta} sont des forces de résistance et F_{da} est la force motrice qui fait avancer la poudre. En supposant que la force F_{da} est uniforme sur un pas de vis, on détermine la contrainte axiale par :

$$\sigma_a = \frac{F_{da}}{\pi(R_{ve}^2 - R_{vi}^2)} \quad (\text{I.10})$$

Le couple sur un pas de vis T_p est obtenu à partir de la composante tangentielle de cette contrainte. Le couple total T sur la vis est le couple sur un pas multiplié par le nombre de pas.

$$T_p = 2 \pi \sigma_a \int_{R_{vi}}^{R_{ve}} r^2 \tan(\alpha_r + \phi_f) dr \quad \text{et} \quad T = n_p T_p \quad (\text{I.11})$$

Ce modèle sera utilisé plus loin pour estimer la pression d'alimentation. Après la modélisation du transport de poudres par la vis sans fin, les paragraphes I.9.3 et I.9.4 qui suivent concerneront les approches de modélisation de la phase de compactage entre les rouleaux.

I.9.3 Modèle de Johanson

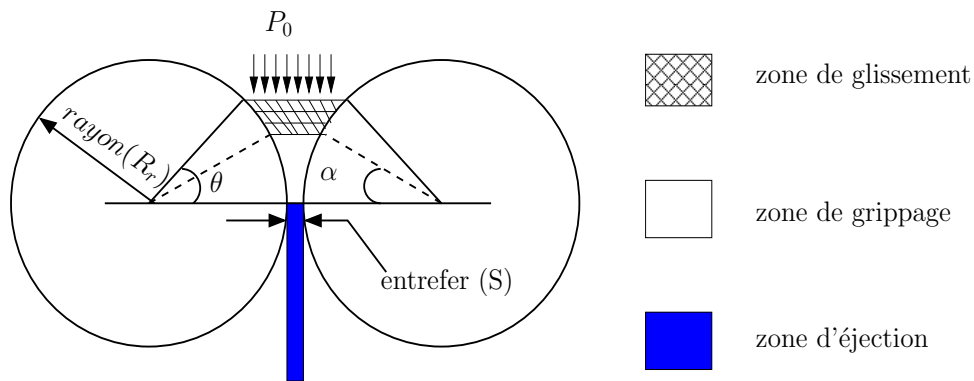


FIG. I.29: zones de compactage

Le modèle de Johanson est très utilisé dans la littérature et donne accès à plusieurs grandeurs dans le processus de compactage. Entre autres il donne la possibilité d'accéder à la distribution de la pression, au couple de la vis, à l'angle de grippage, etc. Il est fondé sur le principe que la poudre glisse sur les parois des rouleaux dans la zone d'alimentation et colle sur les rouleaux dans la zone de compaction. Ces deux zones sont séparées par l'angle de grippage qui marque le début de changement d'état de la poudre sous l'effet de la pression des rouleaux. Elle passe de l'état granulaire à l'état compacté quand elle traverse les zones d'alimentation et de compaction. Les hypothèses suivantes sont nécessaires pour le modèle : le matériau est isotrope, cohésif, compressible et vérifie le frottement poudre-paroi. Il doit également vérifier les hypothèses d'application de la fonction de rupture de Jenike-Shield (voir figure I.30).

Pour une poudre qui vérifie ces hypothèses l'équation effective de rupture s'écrit

$$\sin \delta = \frac{\sigma_1 - \sigma_2}{\sigma_1 + \sigma_2} \quad \text{et} \quad 1 - \sin \delta = \frac{2\sigma_2}{\sigma_1 + \sigma_2} \quad (\text{I.12})$$

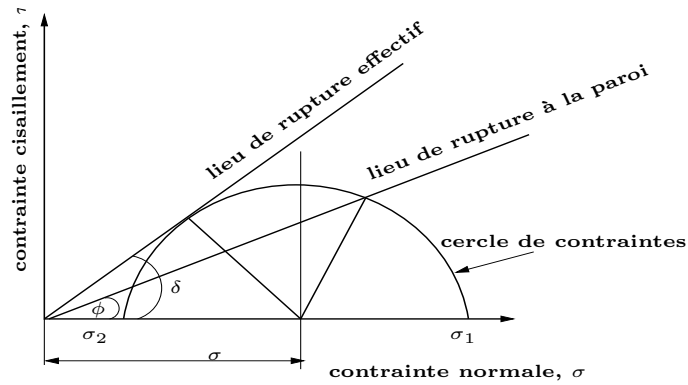


FIG. I.30: Lieu de rupture effectif et à la paroi

À l'entrée de la zone d'alimentation $\sigma_2 = P_0$ et $\sigma = \frac{\sigma_1 + \sigma_2}{2} = \sigma_0$ L'équation I.12 peut être réécrite à cet endroit par

$$1 - \sin \delta = \frac{P_0}{\sigma} \quad (\text{I.13})$$

La contrainte σ est fonction de la position angulaire θ et croît dans la zone de compaction. En écrivant la conservation de la masse dans la zone de compaction, on peut exprimer la contrainte σ_θ dans cette zone en fonction de la contrainte σ_α définie à l'angle de grippage α :

$$\sigma_\theta = \sigma_\alpha \left[\frac{(1 + S/D_r - \cos \alpha) \cos \alpha}{(1 + S/D_r - \cos \theta) \cos \theta} \right]^K \quad \forall \theta \leq \alpha \quad (\text{I.14})$$

Où D_r , S et K sont respectivement le diamètre des rouleaux, l'entrefer et la compressibilité de la poudre. L'équation I.14 n'est définie que dans la zone de compaction et que pour des contrainte élevées. Elle ne peut être résolue qu'après détermination de la contrainte σ_α .

En supposant que dans la zone d'alimentation la poudre n'est pas assez compactée et vérifie encore les critères de Jenike-Shield, on peut écrire une première équation en vue de déterminer σ_α :

$$\frac{d\sigma}{dx} = \frac{4\sigma(\pi/2 - \theta - \nu) \tan \delta}{\frac{D_r}{2} [1 + S/D_r - \cos \theta] [\cot(A - \mu) - \cot(A + \mu)]} \quad (\text{I.15})$$

L'intégration de cette équation différentielle fournit la contrainte à différentes positions angulaires dans la zone d'alimentation. Cependant pour déterminer la contrainte σ_α , il faut connaître l'angle α . Pour cela une deuxième équation différentielle est définie dans

la zone de compaction.

$$\frac{d\sigma}{dx} = \frac{K\sigma_\theta(2\cos\theta - 1 - S/D_r)\tan\theta}{\frac{D_r}{2}[d_p/D_r + (1 + S/D_r - \cos\theta)\cos\theta]} \quad (\text{I.16})$$

Où $A = \frac{\theta + \nu + \pi/2}{2}$, d_p est la profondeur d'une poche pour les rouleaux avec poches et avec comme condition initiale $\sigma_0 = P_0/(1 - \sin\delta)$.

Johanson émet l'hypothèse que les gradients de contrainte dans les deux zones sont égaux à l'angle de grippage α et cette hypothèse d'égalité est vraie aussi pour les contraintes. Cela permet de croiser les deux équations différentielles et l'angle de grippage α peut être déterminé (cf figure I.31). Connaissant cet angle, la contrainte σ_α est calculée par

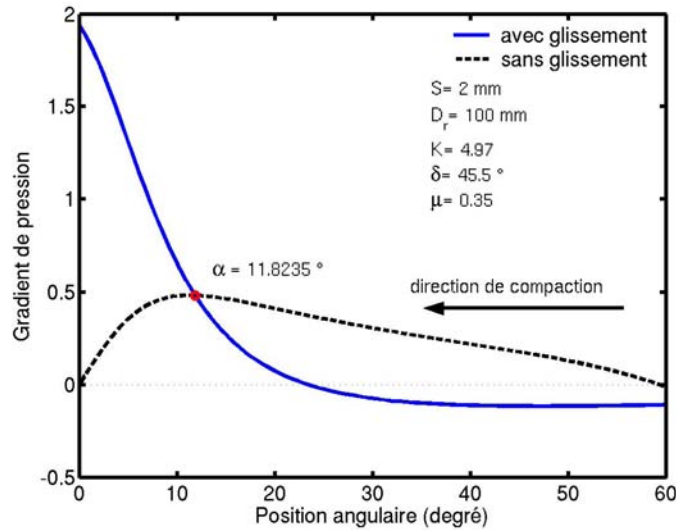


FIG. I.31: Détermination de l'angle de grippage par le modèle de Johanson

intégration de l'équation I.15 et finalement l'équation I.14 peut être résolue. De même la force des rouleaux F_r est déterminée par

$$F_r = \frac{1}{2} \int_0^\theta \sigma_\theta (1 + \sin\delta W D_r \cos\theta) d\theta \quad (\text{I.17})$$

Ce modèle ne tient pas compte de la vitesse des rouleaux et les travaux de Sommer [54] montrent quelques incohérences.

I.9.4 Méthode des éléments finis (MEF)

La méthode des éléments finis est une méthode d'intégration numérique de problèmes aux limites. Dans le cadre du compactage à rouleaux le problème aux limites se compose d'une géométrie occupée par le lit de poudre, des rouleaux, du comportement de la poudre

en compression et des conditions aux limites (entrée de la poudre, sortie du compact et le contact frottement entre la poudre et le rouleau). Dans les travaux de Dec et al et de Lecompte [20, 35], les conditions aux limites sur la géométrie sont appliquées à l'entrée de la poudre et à la sortie de la plaquette afin de maintenir fixe ces parties. Les conditions d'entrée de la poudre pour initier son mouvement sont portées sur la pression d'alimentation (0.05, 0.1, 0.21 et 0.42 MPa pour Dec et al et 15 MPa pour Lecompte).

Cette méthode (MEF) est très répandue dans la métallurgie des poudres et le laminage des tôles. Cependant son introduction pour les poudres fines de la pharmacie est récente. Pour le comportement de poudres, on trouve les modèles utilisés en compression en matrice. En particulier les modèles de Drucker-Prager/Cap et Cam-Clay sont souvent employés pour leur représentativité du comportement des poudres. Récemment Dec [20] a étudié en 2D le compactage à rouleaux de poudre et a montré de réelles potentialités de la méthode pour l'étude de l'influence du frottement poudre-rouleau et de la pression d'alimentation sur les pressions maximales. Cependant, le procédé de compactage à rouleaux est un procédé 3D et une modélisation 2D ne semble pas pouvoir expliquer les hétérogénéités constatées dans les différentes études [37, 48, 51, 57]. Dans les travaux de Lecompte [37], une première tentative de simulation 3D a été préconisée. Cependant le manque de temps n'a pas permis à un aboutissement.

Dans le chapitre IV, nous présenterons nos travaux concernant la simulation 3D du compactage à rouleaux et les prédictions de l'hétérogénéité montrées par des essais dans la littérature. Des essais au laboratoire ont été réalisés pour les confronter aux résultats de la simulation.

Conclusion

L'augmentation de la vitesse de la vis entraîne l'augmentation du débit et de la pression d'alimentation. La variation de la vitesse de la vis peut être donc remplacée soit par une variation de la pression soit par une variation du débit d'alimentation. Il en ressort de cette étude bibliographique que les paramètres les plus influents sur la qualité des compacts restent en général la vitesse de la vis, la pression d'alimentation et la vitesse des rouleaux. La pression d'alimentation reste encore un paramètre difficile à quantifier ce qui explique le peu de résultat dans la littérature sur ce paramètre. On se propose donc de consacrer une partie pour l'étude de la pression d'alimentation. Une connaissance des paramètres cités ci-dessus est nécessaire pour la simulation du compactage car ils représentent des conditions aux limites pour le modèle.

Conclusion sur la bibliographie

À l'issue de cette étude bibliographique, on a vu que l'instrumentation de la presse à rouleaux concerne essentiellement les rouleaux. Les capteurs (à jauge de déformations ou piézoélectriques) sont reliés à des tiges qui débouchent sur la surface du rouleau. Cette instrumentation pose des problèmes d'encrassement de la poudre (poudres fines) qui peuvent affecter la mesure des différentes grandeurs. Dans le prochain chapitre, on présentera l'instrumentation mise en place dans cette thèse pour éviter les problèmes d'encrassement.

Nous avons effectué une revue de l'influence des paramètres du procédé et propriétés de la poudre sur la qualité des compacts. On a vu que les propriétés des compacts sont étroitement liées aux paramètres (vitesse vis et rouleaux, entrefer, pression hydraulique, etc) et aux propriétés de la poudre. Mais c'est surtout la vitesse de la vis et celle des rouleaux qui sont plus influentes. L'augmentation ou la diminution de la vitesse de la vis entraîne le même effet sur la pression et le débit d'alimentation qui sont souvent utilisés comme conditions aux limites dans la modélisation du procédé. Il apparaît que la pression d'alimentation est difficile à quantifier et il existe peu d'études dans la littérature sur ce paramètre. Une partie de ce travail sera consacrée à l'estimation de cette pression.

Le modèle de Drucker-Prager/Cap est souvent utilisé dans la compression et représente bien le comportement de la poudre en compression.

Il en ressort de ce chapitre que la simulation numérique reproduit bien le procédé mais jusque-là, les travaux réalisés en 2D ne permettent pas de rendre compte les propriétés hors axe de la plaquette. Cette approche peut donc être un outil intéressant du procédé pour l'étude de l'influence des paramètres du procédé et des propriétés de la poudre mais aussi et surtout pour l'analyse de l'homogénéité de la plaquette.

Chapitre II

Dispositif expérimental, poudres étudiées et interaction alimentation/compaction

Résumé

La presse à rouleaux utilisée est un compacteur de laboratoire de la marque KOMAREK (B050PH). Ce compacteur est équipé d'une alimentation horizontale à l'aide d'une vis sans fin et de rouleaux lisses de diamètre 100 mm et 38 mm de largeur. Il est aussi équipé d'une instrumentation avec un affichage dans un tableau de bord sans acquisition continue des variables. Les capteurs disponibles concernent la vitesse de la vis et du rouleau, l'ouverture entre les rouleaux (entrefer, gap en anglais) et la pression hydraulique. Pour étudier l'interaction entre l'alimentation et le compactage, la conception d'une instrumentation des rouleaux pour la mesure de la pression de contact entre le rouleau et la poudre a été réalisée. Trois capteurs (jauges de déformations) ont été installés dans une rainure du cylindre sans contact avec la poudre et selon l'épaisseur sur une même génératrice. L'objectif est de bien mesurer la pression maximale pour des poudres de tailles granulométrique allant des fines aux grossières sans entraîner l'encrassement du capteur comme c'est le cas d'une instrumentation débouchant sur la surface du rouleau qui exige un scellage par résine ou par élastomère entraînant une difficulté supplémentaire de calibrage. Dans toutes les mesures, la pression hydraulique était choisie de manière à garder un gap constant.

Ce travail qui est plutôt orienté vers la simulation du compactage à rouleaux, suppose la connaissance de la pression d'alimentation ou du débit massique fourni par la vis. Sachant

que la caractérisation de la poudre dans la zone tampon entre la vis et les rouleaux est difficile, nous nous sommes orientés vers une modélisation de ces grandeurs à l'aide du modèle de Yu et al. [63] et en mesurant les débits massiques avec et sans les rouleaux. Ceci sera traité dans le chapitre III.

Un des objectifs de la modélisation 3D du compactage à rouleaux est d'analyser l'homogénéité des propriétés des compacts selon la largeur du rouleau. C'est dans cet esprit que des méthodes de caractérisation de l'homogénéité des compacts ont été mises en œuvre. Pour les poudres, notre choix s'est orienté vers des poudres de comportement plutôt élastoplastique comme les celluloses microcristallines. Bien entendu ceci va dans le sens du modèle choisi qui schématise mieux ce type de poudres et aussi par ce que nous avons capitalisé des résultats expérimentaux lors de la thèse de M. S. Kadiri sur la compression en matrice. Les poudres ont été caractérisées seules et dans le procédé pour déterminer des corrélations entre paramètres pour le bon fonctionnement de la presse.

Sommaire

II.1 Dispositif expérimental et grandeurs mesurables	45
II.1.1 Description de la presse à rouleaux	45
II.1.2 Paramètres du procédé	47
II.1.3 Instrumentation de la presse et du rouleau	47
II.2 Caractérisation mécanique de la poudre et du compact . . .	54
II.2.1 Caractérisation à l'état poudre ou faiblement dense	54
II.2.2 Caractérisation de propriétés mécaniques de compacts	56
II.2.3 Méthodes employées pour la caractérisation de l'hétérogénéité .	59
II.3 Interaction alimentation / compaction	66
II.3.1 Procédure de conduite des essais de compaction	66
II.3.2 Influence du rapport de vitesse vis-rouleau sur la formation des compacts	68
II.3.3 Force de compactage et effet des vitesses	70

II.1 Dispositif expérimental et grandeurs mesurables

II.1.1 Description de la presse à rouleaux

La presse à rouleaux utilisée dans le cadre de cette thèse est présentée sur la figure II.1. C'est un compacteur de laboratoire de la marque KOMAREK B050PH équipé de rouleaux lisses de diamètre 100 mm et 38 mm de largeur. Elle fonctionne par alimentation horizontale forcée à l'aide d'une vis sans fin. La presse est constituée de matériaux très résistants à la corrosion.

La presse comprend deux rouleaux disposés verticalement l'un au-dessus de l'autre et fonctionnant en rotation inverse. Les rouleaux tournent à la même vitesse de rotation de façon synchronisée. La distance minimale entre les deux rouleaux est appelée entrefer (gap en appellation anglo-saxonne). Cet entrefer est ajustable grâce à un système de réglage manuel. Ce réglage est fait de sorte qu'il existe une distance de sécurité évitant tout contact entre les deux rouleaux. L'entrefer maximal est de 6 mm et le minimum correspondant à l'espace de sécurité entre les rouleaux est de 0.3 mm. Pour éviter d'importantes modifications de l'entrefer au moment du contact entre la poudre et les rouleaux, un système hydraulique est mis en place permettant de maintenir les rouleaux fixes au cours du procédé. La figure II.2 représente une coupe transversale du compacteur B050PH. Le pas de la vis d'alimentation est de 20 mm et le diamètre de la vis est 35 mm. La trémie dans



FIG. II.1: Presse à rouleaux KOMAREK B050PH utilisée dans ce travail

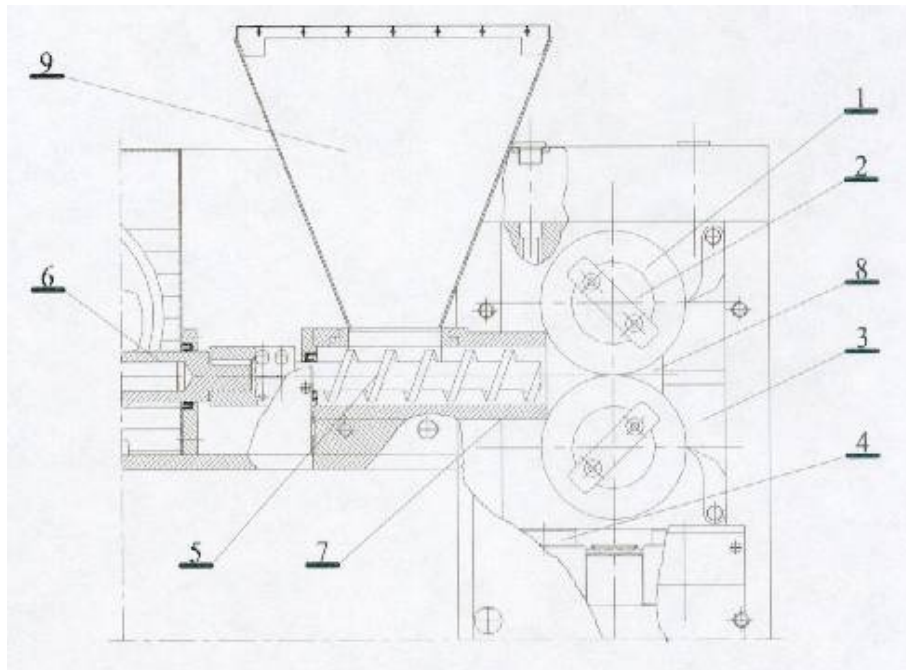


FIG. II.2: Schéma de la presse : vue de face. 1-Rouleau, 2-Axe du rouleau, 3-Support du bloc, 4-Support du système hydraulique, 5-Vis d'alimentation, 6-Commande de la vis, 7-Fourreau (Tube), 8-Sortie des compacts, 9-Trémie.

laquelle la poudre est coulée est disposée dessus de la vis. La capacité de la trémie est de 3.5 litres.

Pour commencer le procédé de compaction, il faut remplir la trémie de poudre et ajuster l'entrefer en utilisant la pression hydraulique adéquate. Ensuite les rouleaux sont mis en marche puis la vis dans l'ordre. Cette description pour faire fonctionner le compacteur apparaît très simple au premier abord mais en réalité le fonctionnement est plus compliqué à cause des nombreux paramètres qui interviennent dans le procédé.

II.1.2 Paramètres du procédé

Les différents paramètres de la presse sont la vitesse des rouleaux, celle de la vis, l'entrefer, le couple des rouleaux, celui de la vis, la force hydraulique (ou pression hydraulique, on utilisera dans la suite indifféremment pression ou force hydraulique), le débit massique de la presse et la pression d'alimentation. Les couples de la vis et des rouleaux sont étroitement liés aux vitesses de la vis et des rouleaux respectivement mais aussi à la nature de la poudre utilisée. Ces couples dépendent aussi de la valeur de l'entrefer et de la pression hydraulique [35]. De même le débit massique et la pression d'alimentation dépendent de la variation des vitesses de vis et rouleaux et de l'ajustement de l'entrefer. Dans le tableau II.1 sont mentionnés les caractéristiques de la presse de laboratoire KOMAREK B050PH utilisée pour cette thèse.

Tab. II.1: Caractéristiques de la presse à rouleaux KOMAREK B050PH

Diamètre des rouleaux (D_r)	100 mm
Largeur des rouleaux (W)	38 mm
Entrefer (S)	de 0.2 à 6 mm
Vitesse de la vis (V_v)	de 0 à 137 tours/mn
Vitesse des rouleaux (V_r)	de 0 à 7.5 tours/mn
Couple maximal de la vis (T_{tot})	42 Nm
Couple maximal des rouleaux (T_r)	2 X 380 Nm
Force hydraulique maximale (F_h)	50 kN
Débit massique de la presse (Q_m)	de 1 à 20 kg/h

II.1.3 Instrumentation de la presse et du rouleau

La presse à rouleaux KOMAREK B050PH donne accès aux vitesses de la vis et des rouleaux et aux couples respectifs. Aussi la mesure de l'entrefer et de la pression hydraulique est relevée. Ces données sont accessibles grâce à un pavé numérique qui affiche la valeur de chacune de ces grandeurs. Cependant l'acquisition en continu des valeurs de ces paramètres n'est pas fournie. Un système d'acquisition de données a été mis en place

pour enregistrer les valeurs des variables du procédé à l'aide d'une carte d'acquisition et à un programme d'acquisition basé sur LabView. Les mesures des vitesses, des couples, de l'entrefer et de la pression hydraulique sont ainsi obtenues en fonction du temps.

Par contre la presse n'est pas équipée pour donner accès à la pression de compaction entre les rouleaux. Pour la mesure de cette pression de contact entre le rouleau et la poudre, la conception d'une instrumentation des rouleaux a été réalisée. L'instrumentation des rouleaux que nous avons adoptée est un peu différente de celle que l'on rencontre généralement dans la littérature dans la mesure où les capteurs [48, 51] ou la tige reliée aux capteurs [35] ne débouchent pas sur la surface des rouleaux. Nous avons plutôt visé à mesurer la pression maximale sans mettre en contact la poudre et le rouleau. Nous évoquons ci-dessous les raisons qui ont motivé ce choix.

II.1.3.1 Choix du type d'instrumentation

L'instrumentation des rouleaux consiste souvent à créer un orifice dans le rouleau. À travers cet orifice, des capteurs sont positionnés de façon à pouvoir mesurer la pression dans l'entrefer. Mais il arrive que des particules de poudre s'infiltrent dans les petites failles de l'orifice. Ces infiltrations entraînent l'encrassement du capteur et peuvent affecter les mesures. Le phénomène est très probant si la poudre étudiée est de faible granulométrie. Dans certaines situations, on a recours à un scellage par résine ou par élastomère ce qui crée une difficulté supplémentaire de calibrage. Afin d'éviter ce genre de problème, le rouleau instrumenté est entaillé à l'intérieur sans déboucher sur la surface des rouleaux. Une rainure est ainsi créée dans le rouleau comme on peut le voir sur la photo II.3. L'objectif

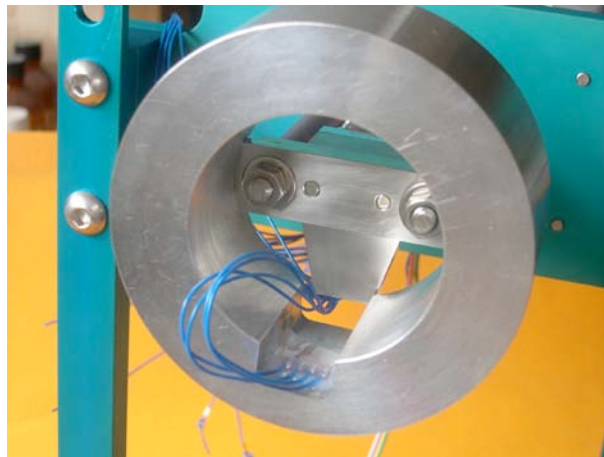


FIG. II.3: Emplacement de la rainure dans le rouleau instrumenté. Dimension de la rainure : largeur 18 mm, profondeur 9.25 mm

est de bien mesurer la pression maximale pour des poudres de tailles granulométrique allant des fines aux grossières sans entraîner l'encrassement du capteur.

II.1.3.2 Instrumentation du rouleau

L'instrumentation du rouleau a été conçue au laboratoire et réalisée par la société "J2P instrumentation". Trois capteurs (jauges de déformations rectangulaires de 1.65 mm de côté) ont été installés dans la rainure du cylindre (matériau AU4G) sans contact avec la poudre sur une même génératrice. Mais au préalable des essais préliminaires de compression sont réalisés sur un rouleau du même type pour rechercher l'épaisseur optimale. Pour cela un rouleau d'essai a été choisi dont le diamètre extérieur est supérieur au diamètre réel du rouleau standard (celui de la presse). En suite des retouches du diamètre extérieur sont effectuées jusqu'à l'obtention d'une épaisseur où les signaux des capteurs sont satisfaisants. Finalement, les jauges ont été installées à 10 mm de la surface des rouleaux. Trois points de mesure correspondant à la position des trois capteurs sur la génératrice sont fixés au fond de la rainure. Les capteurs utilisés sont des capteurs à jauge d'extensométrie qui permettent de mesurer les déformations locales. La mesure de la déformation permet d'accéder à la contrainte locale du matériau après étalonnage. Deux des capteurs sont localisés à 5.5 mm des bords du rouleau et le troisième se trouve au milieu. Les positions sont schématisées sur la figure II.4 A. Chaque capteur est composé d'un ensemble de quatre jauges d'extensométrie branché en pont de WHEATSTONE. Les montages en pont de WHEATSTONE permettent de déterminer les déformations avec une résolution de l'ordre de 10^{-6} [2].

II.1.3.3 Étalonnage

Pour évaluer le signal fourni par les jauges, un montage constitué d'un rouleau fixé à un support et du rouleau équipé des trois capteurs a été mis en place. La figure II.4 B montre l'ensemble du montage. À l'aide d'une presse de compression, une force connue est appliquée sur l'appui supérieur de compression. La réponse des capteurs est relevée et comparée à la force effective mesurée par la presse de compaction. À noter que les ponts de jauge possèdent une sensibilité d'environ 1.2 mV/V pour un effort de compression de 1600 daN. L'étendue des mesures est de 50 kN correspondant à la force hydraulique maximale de la presse. Les courbes d'étalonnage en charge et en décharge pour le capteur "AVANT" sont présentées sur la figure II.5. Les courbes d'étalonnage pour les trois capteurs sont présentées en Annexe B.2.

Un boîtier de calibration est utilisé et comme les jauges sont de petites tailles, les capteurs ont été alimentés par une tension de 2 V. Un calcul tenant compte de la sensibilité des ponts de jauges pour une charge de 50 KN montre que le gain des amplifications est d'environ 3000 si l'on veut obtenir un signal 10 V en sortie des ponts de mesure pour cette même charge de 50 kN. Pour rappel, le signal en sortie des ponts de jauge est

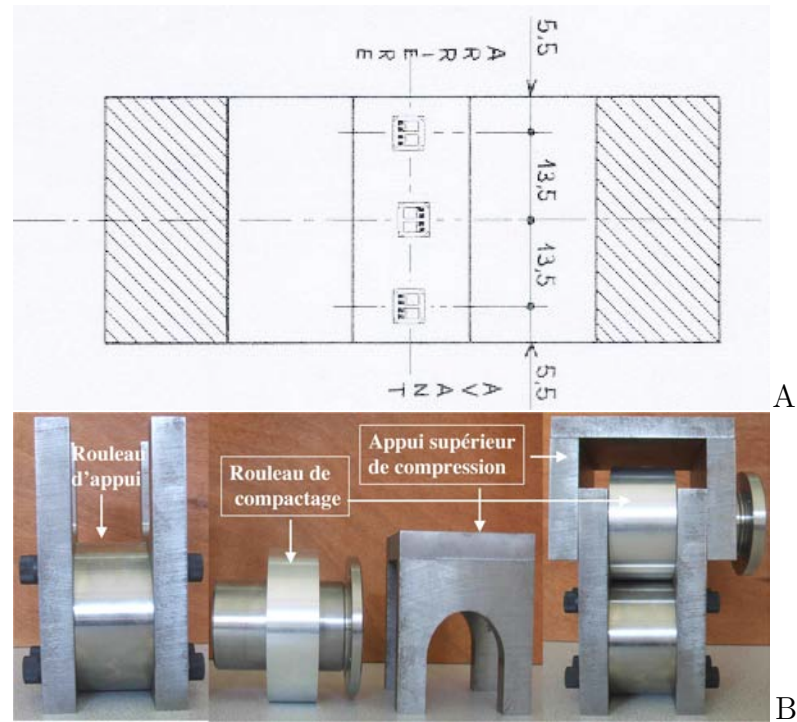


FIG. II.4: Position des capteurs sur la largeur du rouleau (figure A) et dispositif de calibration des signaux des capteurs (figure B)

inférieur à 10 mV pour chacun des trois capteurs (cf figure II.5).

II.1.3.4 Montage de l'instrumentation sur la presse KOMAREK B050PH

Les trois capteurs "AVANT", "MILIEU" et "ARRIERE" sont reliés à une carte de conditionnement "SMA-520S". Cette carte permet une alimentation stabilisée du pont de jauge et une amplification du signal de mesure. La transmission est assurée par un collecteur tournant monté en extrémité du bout d'arbre support du rouleau de compactage. Le schéma du collecteur tournant de 12 pistes de chez Air Précision, de la carte de conditionnement et le câble de liaison entre les deux ainsi que la photo de la carte sont présentés en annexe.

Un capteur de proximité photoélectrique a été installé en face de l'arbre support du rouleau. Sur cet arbre est fixé un disque angulaire de 40° . Le dispositif permet de mesurer un top de position. Le capteur de position est en forme de "U" à travers le quel un disque angulaire passe. Quand le rouleau est en rotation, le disque qui est fixé sur l'arbre tourne à la vitesse du rouleau. Lorsque l'occultation de 40° du disque passe dans la fourche en "U" du capteur, une tension de d'environ 7V est mesurée. Si le disque sort de la fourche la tension chute à 2V environ. Le dispositif est installé de sorte que la position verticale des capteurs dans la zone de compactage (c'est-à-dire à l'angle neutre) coïncide avec l'instant

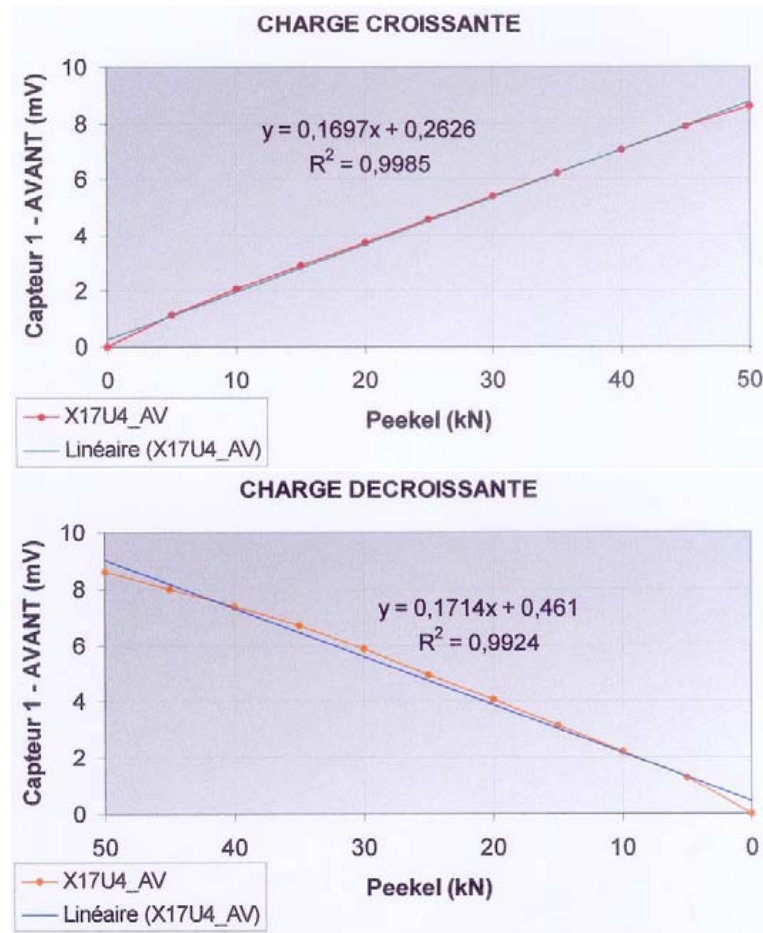


FIG. II.5: Courbes d'étalonnage en charge et décharge

où la moitié du disque passe dans la fourche (20°). En considérant que la tension 7V correspond à une valeur 1 (quand on est dans la fourche) et 2V à une valeur de 0 (en dehors de la fourche) on obtient "une courbe rectangulaire" dont le milieu correspond à l'angle neutre. Les capteurs qui débouchent sur la surface des rouleaux ont l'avantage d'être facilement repéré ce qui facilite la localisation du passage du capteur à la position verticale.

II.1.3.5 Grandeurs mesurées par cette instrumentation

L'objectif de ce paragraphe est de représenter et d'analyser l'évolution des différentes grandeurs avec cette instrumentation. Il s'agit d'étudier les réponses des capteurs afin de voir si les courbes obtenues au cours des essais vont dans le même sens que celles qui sont observées dans la littérature. Après avoir rempli la trémie de poudre, les rouleaux sont mis en marche avant de lancer la vis d'alimentation. Pour éviter la formation de voûtes dans la trémie, on remue régulièrement la poudre. Au cours des essais, on veille à ce que

II.1. Dispositif expérimental et grandeurs mesurables

le niveau de la poudre dans la trémie soit élevé pour garder le même débit [35, 51, 48]. L'enregistrement des valeurs commence après quelques cycles de rotation des rouleaux et les mesures gardées sont obtenues en régime permanent (couples de vis et rouleaux stables par exemple).

Les mesures réalisées avec cette instrumentation sont représentées sur la figure II.7 pour

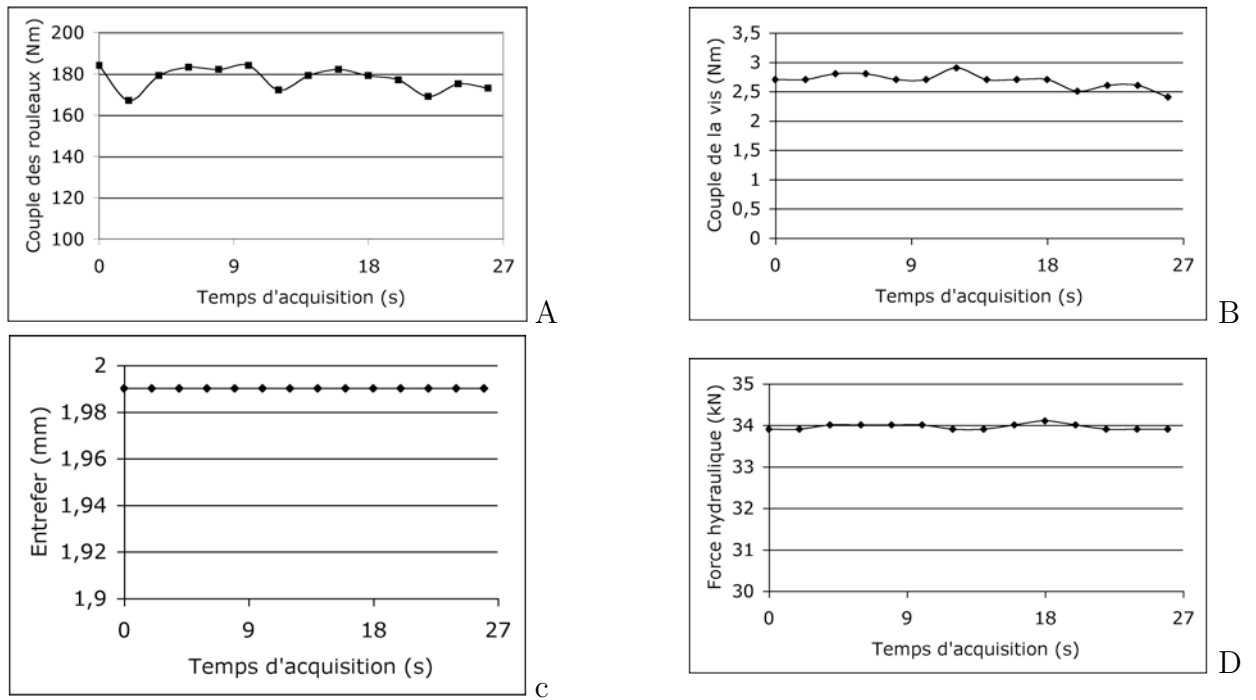


FIG. II.6: Évolution des couples (rouleaux et vis) de l'entrefer et de la force hydraulique. $V_r = 6.72$ t/mn et $V_v = 56.4$ t/mn

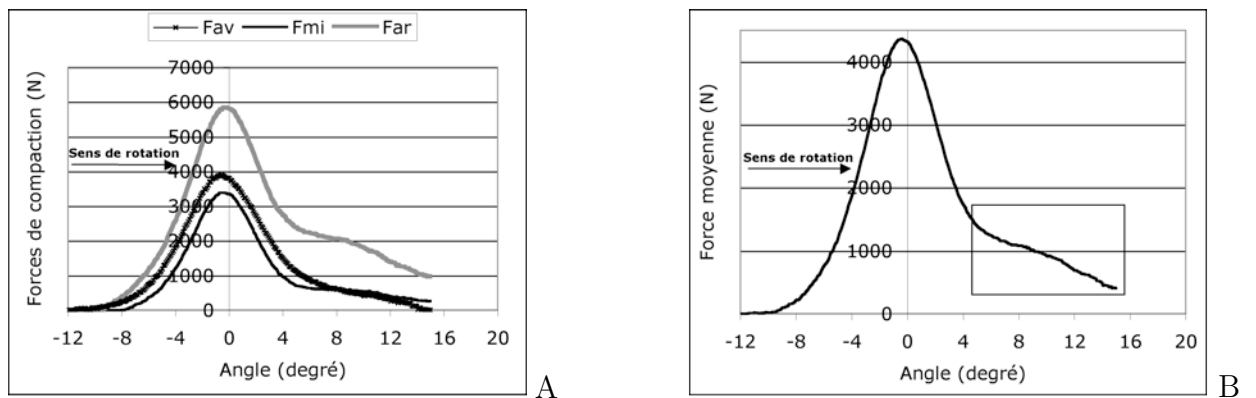


FIG. II.7: Courbe typique de force de compaction obtenue à partir de la nouvelle instrumentation

la force de compaction et sur la figure II.6 pour l'évolution des couples des rouleaux et de la vis ainsi que celle de l'entrefer et de la force hydraulique. Pour ces quatre grandeurs

(couples de vis et rouleaux, entrefer et force hydraulique), les données sont enregistrées sur une étendue de 30° . Il faut ajouter que quelle que soit la position angulaire, les paramètres sont sollicités en continue pendant le procédé contrairement aux capteurs du rouleau qui ne sont sollicités que dans la zone de compaction. Les couples des rouleaux et de la vis sont pratiquement stables. De même l'entrefer ne fluctue pas et est fixé à environ 2 mm grâce à une force hydraulique élevée (34 KN).

En ce qui concerne la distribution de force entre les rouleaux, la mesure est réalisée sur toute la zone de compaction jusqu'à l'angle de relâche. Sur la figure II.6 A sont présentées les réponses des trois capteurs "AVANT", "MILIEU" et "ARRIERE". Les valeurs fournies par les trois capteurs sont différentes avec un écart de 2 KN entre la force obtenue entre le capteur "ARRIERE" et celle mesurée par le capteur "AVANT". Ces différences sont probablement dues au fait que la mesure de l'entrefer n'est pas exactement identique aux différentes positions des capteurs. En effet on a placé une plaque métallique bien horizontale dans l'entrefer et on a réduit petit à petit la valeur de l'entrefer jusqu'au contact de la plaque métallique. On a ainsi remarqué qu'une légère différence est causée par un défaut de parallélisme des axes des rouleaux. Par la suite, nous travaillerons avec la moyenne des forces relevées sur les trois capteurs.

La valeur moyenne des forces est affichée sur la figure II.6 B. La distribution de pression n'est pas conforme à ce qui est communément présentée dans la littérature. On note que la phase d'éjection est étalée et la pression ne s'annule pas à l'angle de relâche qui se situe en principe vers 3 à 5° après l'angle neutre. Le fait que la zone de compactage estimée par cette mesure soit plus importante s'explique par la fragilité d'une partie du rouleau causée par la rainure. La forte pression des rouleaux et la sensibilité des capteurs font que des réponses sont enregistrées même hors de la zone de compaction. La zone rectangulaire matérialisée sur la figure II.6 B ne fait pas normalement partie de la zone de compaction et la chute de la force de compaction doit se réaliser un peu avant. Par contre l'angle de contact entre la poudre et les rouleaux est bien proche de l'angle d'entrée de la poudre trouvé dans les travaux précédents (7 à 10° environ avant l'angle neutre). La position angulaire (θ_{max}) où la force maximale est mesurée est repérée quelques degrés avant l'angle neutre. La force maximale moyenne de compaction est d'environ 4.5 KN. Cette force maximale est mesurée quand les capteurs se situent à la position verticale dans l'entrefer. À cette position, les mesures sont correctes car le calibrage est effectué à la position verticale pour capturer la force maximale. Nous raisonnons par conséquent, dans la suite, en termes de pression ou de force maximale enregistrée dans l'entrefer.

Les poudres étudiées seront évoquées à la sous section II.2.1 et la procédure de conduite des essais de compaction sera décrite dans la sous section II.3.1.

II.2 Caractérisation mécanique de la poudre et du compact

Les poudres étudiées sont d'une part des poudres avec une granulométrie élevée comprise entre 50 et 100 μm et d'autre part des poudres fines ayant une granulométrie inférieure à 15 μm .

La cellulose microcristalline Avicel PH102 a été utilisée. Des essais ont été effectués aussi sur la poudre de calcite et sur le talc.

II.2.1 Caractérisation à l'état poudre ou faiblement dense

Dans le procédé de compactage à rouleaux, la poudre passe de l'état faiblement dense à l'état compacté. La première étape du procédé est essentiellement contrôlée par le transport de la poudre (alimentation des rouleaux). Il est nécessaire de connaître certaines propriétés de la poudre telles que le frottement entre particules et le frottement poudre-paroi, de la cohésion qui joue un rôle capital en ce qui concerne l'écoulement de la poudre dans la trémie [23] et de la granulométrie de la poudre. Pour aller dans ce sens nous sommes intéressés aux poudres de granulométrie faible pour étudier l'influence de la vis sur le transport. Concrètement, il s'agit de voir si, à partir d'une certaine vitesse, le débit augmente avec la vis. L'étude des propriétés de ces poudres est réalisée (voir ci-dessous) mais faute de temps, on n'a pas pu analyser cette influence de la vis sur le débit d'alimentation.

La deuxième partie qui concerne la compaction de la poudre met en jeu un processus de densification au cours de laquelle les propriétés du matériau évoluent. C'est pour cette raison que nous avons prévu d'étudier la variation du coefficient de frottement en fonction de l'état de densification de la poudre.

II.2.1.1 La cellulose microcristalline

La cellulose microcristalline est un des excipients les plus utilisés en tant que diluant/liant dans l'industrie pharmaceutique. C'est une poudre blanche, inodore, insipide et non toxique qui s'écoule bien. De plus, elle possède une meilleure capacité à produire des comprimés résistants. Dans cette étude, nous travaillerons particulièrement sur la cellulose microcristalline Avicel PH102.

Les propriétés de l'Avicel à l'état poudre ont été caractérisées par Kadiri [33]. Les caractéristiques de cette poudre sont représentées dans le tableau II.2.

Tab. II.2: Caractéristiques de la poudre de cellulose microcristalline Avicel PH102

Taille (d50)	Densité vraie	Densité apparente
90 μm	1.599 g/cm ³	0.27 g/cm ³
Angle de frottement	Cohésion	Compressibilité
45.5 °	< 5 KPa	4.97

II.2.1.2 Les poudres fines

Le talc

Le talc est une poudre extraite des roches de type alcalin. Il est souvent utilisé comme excipient (lubrifiant) dans l'industrie pharmaceutique. Il est aussi utilisé dans le cosmétique, l'agro-alimentaire (comme anti-agglomérant), etc. La poudre de talc présentée ici a une granulométrie de 12 μm . Des essais ont été réalisés en utilisant la cellule annuaire de cisaillement pour déterminer l'angle de frottement et la cohésion de la poudre de talc. Un échantillon de 55.1 g a été consolidé en utilisant un poids de 4 kg. Le résultat est présenté sur la figure II.8. L'angle de frottement est estimé à 31.2 ° et la cohésion est de 180 Pa.

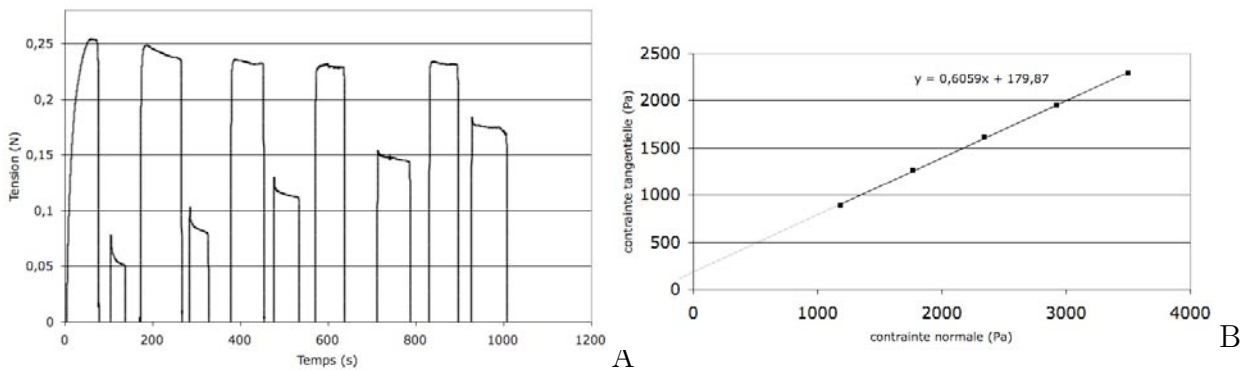


FIG. II.8: Essais de cisaillement : angle de frottement (31°) et cohésion (180 Pa) de la poudre de talc

La calcite

La calcite est une poudre minérale composée de carbonate naturel de calcium. Elle est utilisée dans la construction (cimenterie) et dans la métallurgie. Elle fournit aussi des matières pour la production d'engrais. La calcite dont nous disposons est une poudre fine de taille granulométrique de 5 μm . Les essais de cisaillement donnent un angle de frottement de 30.6 ° et une cohésion de 943 Pa. Ces données sont signalées sur la figure II.9. L'échantillon de 78 g analysé a été consolidé avec un poids 4 kg.

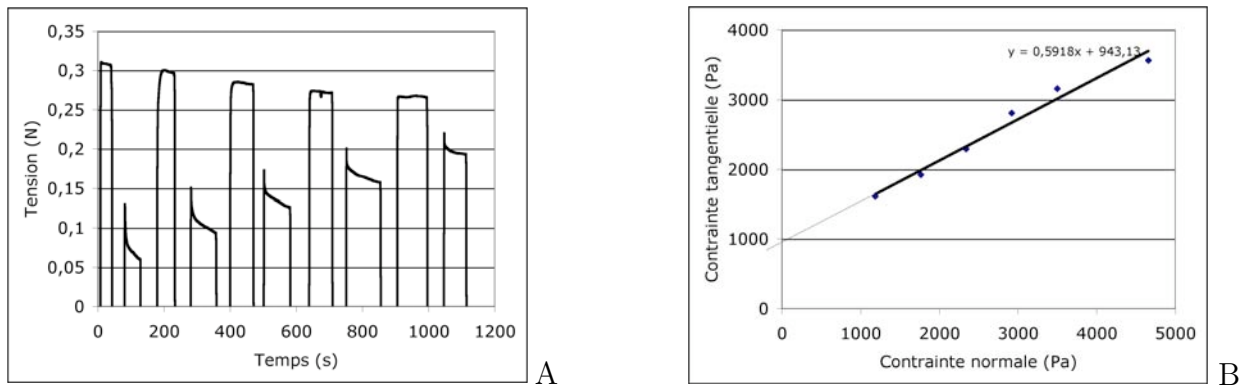


FIG. II.9: Essais de cisaillement : angle de frottement et cohésion de la poudre de calcite

II.2.2 Caractérisation de propriétés mécaniques de compacts

Dans le procédé de compactage, la poudre est faiblement dense à l'état compact. Les propriétés tribologiques et élastoplastiques changent au cours de cette transformation. Nous aurons besoin, pour l'étude du procédé par modélisation éléments finis, de savoir la façon dont ces propriétés évoluent avec l'état de densification de la poudre. C'est pourquoi, dans cette sous section, on évaluera la variation du module de Young, du coefficient de Poisson et du coefficient de frottement.

Des essais de compression en matrice ont été réalisés à l'aide d'une presse alternative de type Frogerais 0A équipée de poinçons plats et d'une matrice cylindrique de 11.28 mm de diamètre et 10 mm de hauteur. Les poinçons supérieurs et inférieurs sont équipés de capteurs de pression et de capteurs de déplacement de type LVDT. La matrice est équipée d'une jauge de déformation calibrée en contrainte [44]. Une masse de poudres a été compactée à différentes densités relatives (0.3 - 0.9) et sans lubrification des outils et de la poudre. L'allure des courbes charge décharge de compression est donnée dans la figure II.10 pour une pression de 70 MPa (densité relative $\rho_r = 0.75$). Dans l'espace de pression hydrostatique ($p = \sigma_{zu} + 2\sigma_r$)/3 et de contrainte équivalente déviatoire $q = \sigma_{zu} - \sigma_r$, le cycle charge décharge en matrice est représenté dans la figure II.11. (σ_{zu} est la pression axiale et σ_r est la pression radiale)

II.2.2.1 Propriétés élastiques

Les propriétés élastiques des compacts (module de Young et le coefficient de Poisson) évoluent avec la densification. La densité relative est utilisée comme grandeur interne représentant la microstructure permettant d'identifier l'évolution des grandeurs macroscopiques.

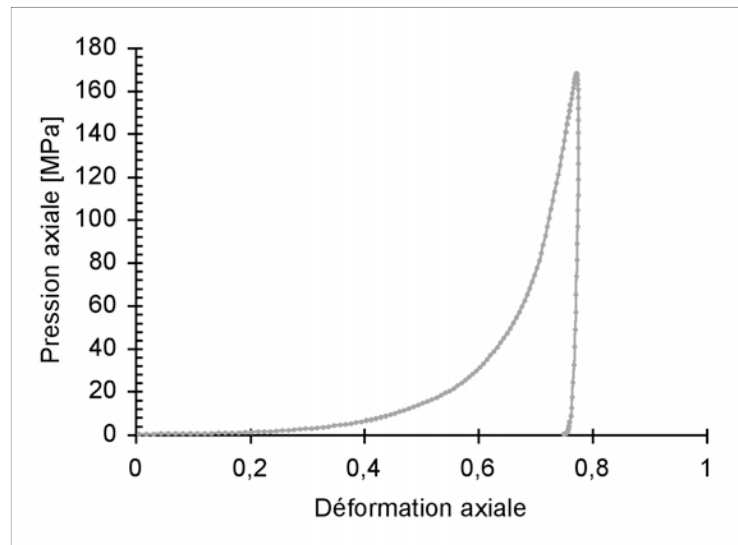


FIG. II.10: Courbe de charge et décharge pour la poudre Avicel PH102 obtenue à partir des essais de compression

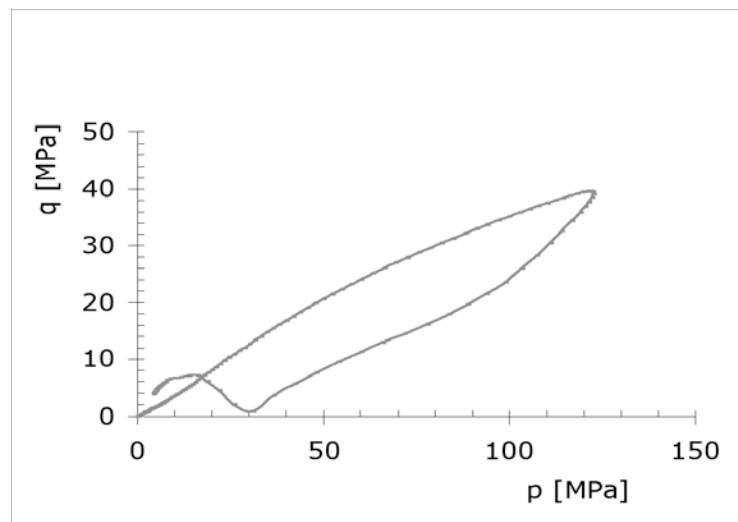


FIG. II.11: Évolution de la contrainte équivalente en fonction de pression hydrostatique pendant un cycle de charge-décharge

Module de Young et Coefficient de Poisson

Le test de compression uniaxiale a été utilisé pour estimer les propriétés élastiques de la poudre Avicel PH102 à différentes densités relatives. Les poinçons supérieurs et inférieurs ont été lubrifiés avec le stéarate de magnésium pour réduire le rôle du frottement. Pendant le cycle de charge décharge, la déformation axiale $\epsilon_z = -\ln(\frac{h}{h_0})$ et la déformation radiale (transverse) $\epsilon_r = -\ln(\frac{d}{d_0})$ du compact sont calculées à partir des dimensions actuelles du compact (h et d) et des dimensions initiales du compact (h_0 et d_0). Le module

de Young a été évalué à partir de la pente de décharge initiale de la courbe de compression et le coefficient de Poisson ν est donné par :

$$\nu = -\frac{\epsilon_r}{\epsilon_z} \quad (\text{II.1})$$

Les évolutions résultantes des propriétés élastiques sont représentées sur les figures II.12 et II.13.

Ces propriétés seront utilisées pour la simulation numérique.

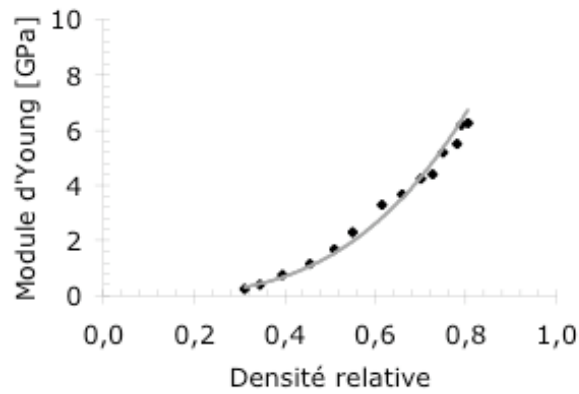


FIG. II.12: Évolution du module de Young en fonction de la densité relative

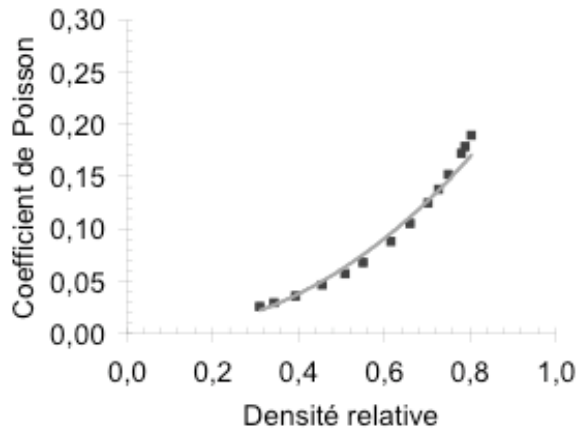


FIG. II.13: Représentation du coefficient de Poisson pour des densités relatives ρ_r de 0.3 à 0.4

Coefficient de frottement

Le frottement entre le rouleau et la poudre de type Coulomb a été considéré. Le rouleau n'est pas instrumenté pour mesurer la force tangentielle à l'interface de contact.

Pour caractériser le coefficient de frottement de Coulomb, nous avons supposé que le frottement poudre-rouleau est le même que le frottement poudre-matrice (même matériau et même état de surface).

Dans le cas de la compression en matrice et en supposant le frottement de Coulomb, la force tangentielle F_t à la surface de contact $F_t = (\sigma_{zu} - \sigma_{zl}) \pi R_m^2$ est proportionnelle à la force normale $F_n = 2 \pi R_m h \sigma_r$. σ_{zu} est la pression axiale appliquée par le poinçon supérieur, σ_{zl} est la pression transmise au poinçon inférieur et R_m le rayon interne de la matrice.

La pression normale mesurée est supposée uniforme le long du compact de hauteur h . Le coefficient de frottement de Coulomb $\mu(\sigma_r)$ est alors :

$$\mu(\sigma_r) = \frac{(\sigma_{zu} - \sigma_{zl}) \pi R_m^2}{2 \pi R_m h \sigma_r} \quad (\text{II.2})$$

Où la hauteur h est obtenue à partir de la hauteur initiale du lit de poudre (10 mm) et le déplacement mesuré du poinçon. $R_m = D_m/2$ avec $D_m = 11.28$ mm est le diamètre initial de la matrice. Les résultats de ces mesures sont représentés dans la figure II.14. Le coefficient de frottement décroît jusqu'à 0.24 pour les faibles pressions radiales (< 5 MPa) et croît progressivement pour atteindre 0.354. Pour la simulation numérique du chapitre IV, nous avons considéré un coefficient de frottement constant de 0.35.

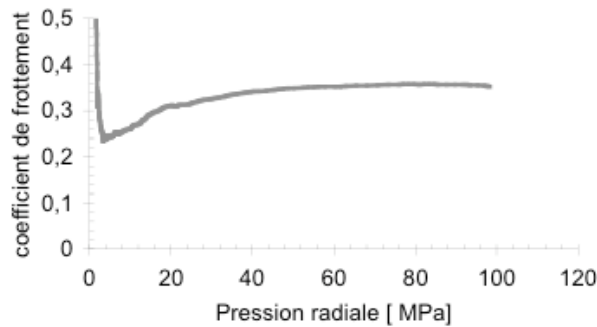


FIG. II.14: Coefficient de frottement poudre-paroi (Avicel PH102)

II.2.3 Méthodes employées pour la caractérisation de l'hétérogénéité

Les travaux réalisés sur la répartition des propriétés des plaquettes montrent une hétérogénéité qui est soit périodique (répartition de la densité ou de la pression de façon périodique sur la plaquette) [51] soit centrale (la densité ou la pression est plus élevée au centre de la plaquette)

citelecompte,lubjuhn94,tundermann68. Plusieurs méthodes expérimentales seront exploitées pour étudier la distribution de la densité sur la largeur des plaquettes. Ces méthodes seront combinées pour mieux caractériser la répartition de la densité.

Dans le paragraphe qui suit, nous présenterons les différentes techniques ainsi que les procédures utilisées. Les résultats de ces essais seront présentés dans le chapitre qui suit (III).

II.2.3.1 Caméra numérique

Cette méthode permet de visualiser des zones sombres et claires sur une plaquette par transmission de lumière à travers cette plaquette. Le dispositif comprend un socle qui porte la caméra numérique elle-même reliée à un ordinateur. Un banc KAISER transparent à l'intérieur duquel sont placées des ampoules au néon d'une intensité 220 A complète le dispositif.

La préparation des essais consiste d'abord à la découpe de plaquettes dont les longueurs

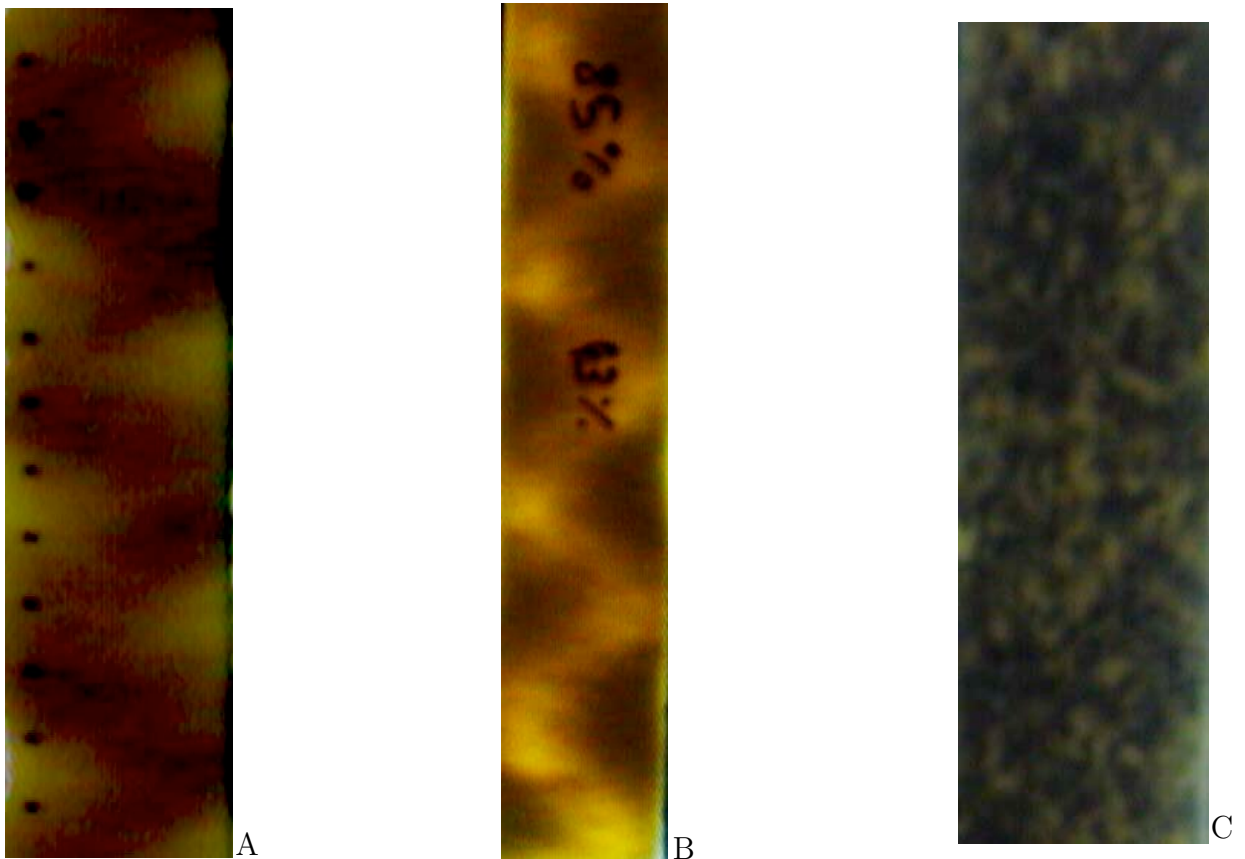


FIG. II.15: Images des plaquettes obtenues par transmission de lumière : figure A Avicel seule $V_r = 3 t/mn$ et $V_v = 27 t/mn$; figure B Avicel seule $V_r = 6.4t/mn$ et $V_v = 59 t/mn$; figure C mélange 25% graphite et 75% Avicel PH102, $V_r = 6.4t/mn$ et $V_v = 59 t/mn$.

sont généralement comprises entre 5 et 15 cm. Les plaquettes sont au préalable produites à partir de la presse. Les différents paramètres utilisés pour la production des plaquettes sont enregistrés. Ensuite elles sont déposées sur le banc KAISER où l'intensité de la lumière permet de mettre en exergue des zones sombres et claires qui sont attribuées à la distribution de la densité [51]. Sur la figure II.15 sont présentés les résultats des essais pour la poudre de cellulose microcristalline. Sur cette même figure, on a présenté l'image d'une plaquette obtenue avec un mélange de 25 % de graphite et 75 % d'Avicel 102. Le but était de voir si à la suite d'un essai de compactage à rouleaux, un mélange homogène se dégrade. L'utilisation d'un mélange constitué de graphite permet de distinguer les deux poudres et donc de pouvoir apporter un jugement sur la dégradation du mélange basé sur l'aspect visuel.

II.2.3.2 Indenteur

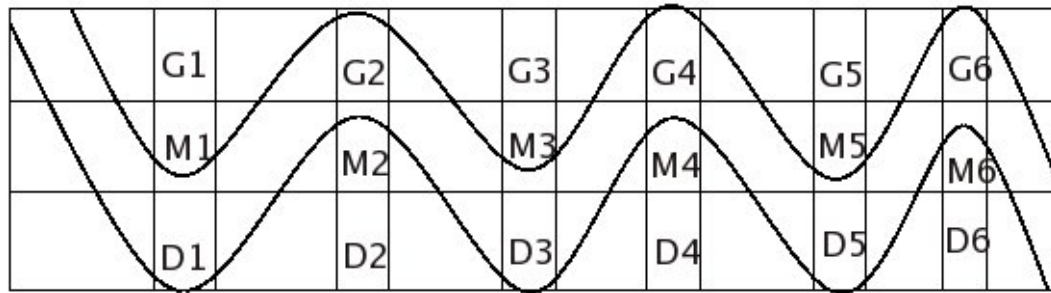


FIG. II.16: schéma explicatif du découpage de la plaquette pour l'étude de la dureté Brinell

L'indentation consiste à un test de dureté du matériau. En ce qui concerne les compacts, cette dureté est directement liée à l'état de densification de la plaquette. Pour réaliser les tests de dureté, nous avons procédé de la façon suivante. La plaquette est découpée en comprimés comme indiqué sur la figure II.16. Les comprimés sont numérotés pour garder les différentes positions et d'établir la carte de dureté de la plaquette. Les paramètres du test sont fixés pour toutes les mesures.

Après avoir placé le porte échantillon sous la tige qui porte la bille d'indentation, les paramètres de l'indentation sont fixés. Ces paramètres sont : la charge à appliquer, la durée de maintien à l'effort, la vitesse de descente de l'indenteur. Le déplacement de l'indenteur et la force exercée sur l'échantillon sont enregistrés à l'aide d'un appareil de mesure. Le bras du support descend à la vitesse indiquée pour appuyer sur le compact découpé.

Les positions de la platine sont initialisées pour déterminer la position d'origine en fixant les trois axes X, Y et Z. Le porte échantillon se déplace à la position définie par les trois axes. Il faut ensuite définir les différents points d'indentation sur l'échantillon. Pour

chaque point d'indentation, les courbes de forces sont tracées en fonction du déplacement. La figure II.18 montre la force exercée par la bille sur le morceau de plaquette en fonction

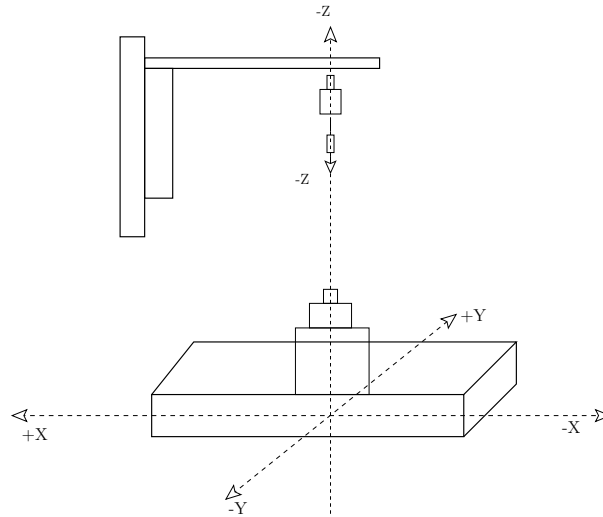


FIG. II.17: Schéma de l'indenteur

de la longueur d'enfoncement de la bille représentée par le déplacement vertical. Pour la même force de compaction (5 N), le déplacement est plus important pour le comprimé découpé à gauche ("G"). Cela veut dire que ce comprimé "G" est moins dense rendant plus facile la pénétration de l'indenteur. Nous reviendrons sur cette méthode de caractérisation au chapitre III sous section III.4.3.

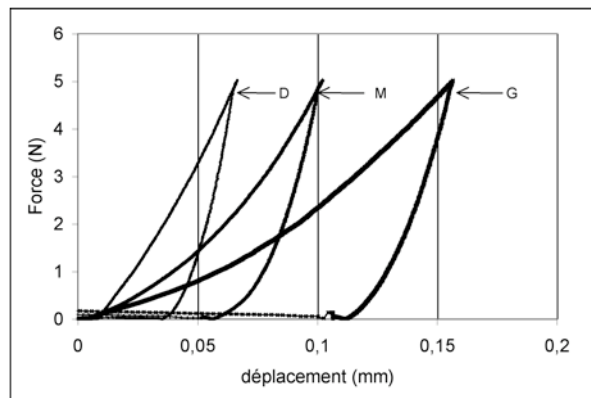


FIG. II.18: Courbes de force obtenues par indentation. le déplacement donne des informations sur la dureté du matériau.

II.2.3.3 Topographie de surface

Raison de l'utilisation

L'étude de la topographie de la surface des compacts est mise à contribution pour étudier s'il y a un lien entre la distribution de la densité et la topographie. L'identification des reliefs pourrait permettre de relier ces reliefs à la distribution de la densité du compact. En effet deux cas peuvent être envisagé. Une région surélevée peut être expliqué par une cohésion insuffisante et un rebond important. Le fait que certaines zones soient surélevées pourrait être dues aussi à une accumulation plus importante de poudres à ces endroits créant ainsi des zones plus denses. C'est dans cette optique que nous avons prévu d'analyser par étude topographique la surface des plaquettes en utilisant l'Altisurf 520.

Présentation

L'Altisurf 520 est un appareil de mesure de la topographie sans contact. Il est prin-

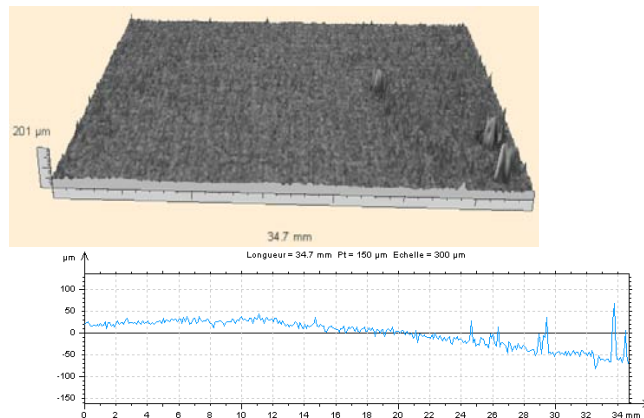


FIG. II.19: État de surface de la plaquette et courbe de niveau de la surface

cipalement constitué d'un capteur qui mesure l'altitude d'un point à un instant donné et d'une platine permettant de déplacer l'objet étudié. La centrale de pilotage est reliée à un ordinateur et est commandée par un logiciel. Ce logiciel permet de définir la surface à analyser ainsi que les paramètres de l'acquisition (pas, fréquence d'échantillonnage, vitesse de mesure, etc).

L'Altisurf 520 utilise le principe optique de la microscopie confocale à champ étendu avec source de lumière blanche. La longueur d'onde focalisée est analysée par un spectrophotomètre qui analyse la distance entre la lentille et la surface de l'objet.

Résultats des essais

Les essais sont réalisés sur les plaquettes de 6 à 20 cm de longueur et 38 mm largeur. Des précautions ont été prises pour que les plaquettes soient disposées sur la platine de

façon plane. Les résultats permettent de distinguer les aspérités et des zones plus hautes d'un côté et zones plus épaisses de l'autre côté (figure II.19). Nous reviendrons sur cette analyse dans le prochain chapitre sous section III.4.2.

Les expériences sont réalisées sur d'autres plaquettes pour comprendre le sens de variation de la courbe de niveau de la surface. Nous avons utilisé des bandes plates en bois sur lesquelles les plaquettes sont collées à l'aide de scotch double faces. Cette préparation a été ajoutée car on a constaté que les plaquettes ne sont pas parfaitement planes quand elles sont déposées sur la platine. Les courbes de niveau obtenues non pas pu être reliées à la distribution de densité.

II.2.3.4 Porosimétrie à mercure

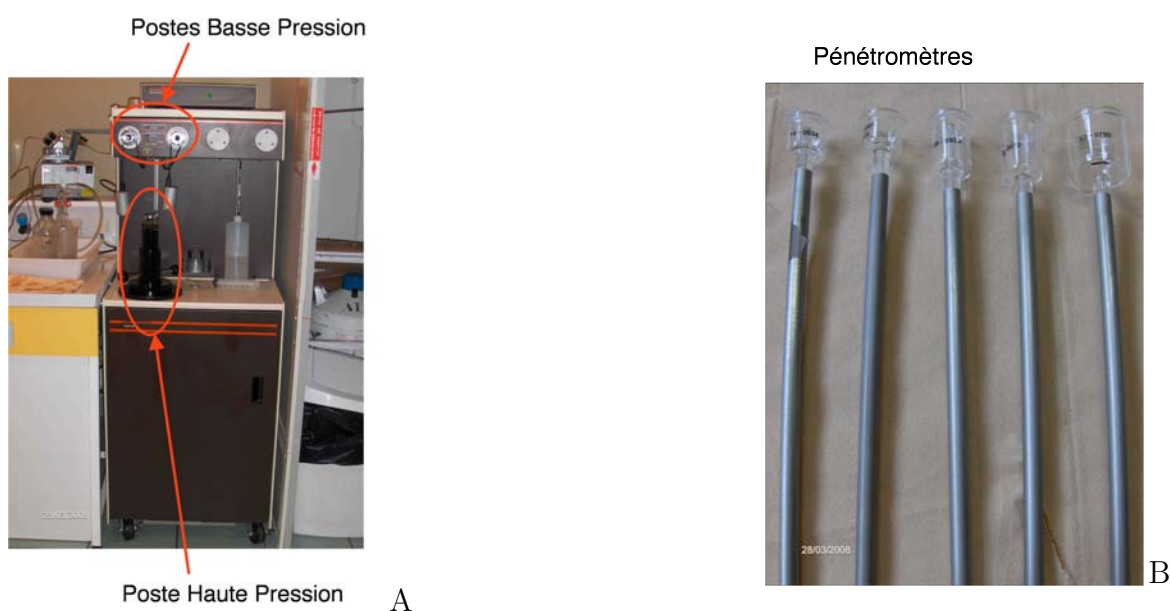


FIG. II.20: Photo de la porosimètre à mercure avec les postes de basse et haute pression ainsi que les pénétromètres

Cette expérience est mise en œuvre pour déterminer le volume poreux des comprimés découpés à différents endroits de la plaquette. À travers les pores du comprimé, un volume de mercure s'infiltré dans le comprimé sous une pression appliquée. Le volume introduit est une mesure quantitative de la porosité du comprimé et donc de l'état de densification de celui-ci. Les expériences sont d'abord réalisées à basse pression (BP) et ensuite à haute pression (HP).

Principe de fonctionnement

Comme pour les mesures de dureté par indentation, la plaquette est découpée pour créer de petits comprimés qui serviront d'échantillon. Le dispositif est schématisé sur la figure II.21. L'échantillon est introduit dans le pénétromètre (porte échantillon) et est pesé par la suite pour connaître son poids avant l'analyse. L'analyse est programmée sur le poste basse pression (poste BP) et le dégazage est effectué pour créer le vide dans la cellule. On procède ensuite à l'introduction du mercure dans la cellule à l'aide du pénétromètre par incréments de pression avec un temps d'équilibre entre incréments. Le niveau de mercure dans la tige est mesuré avant d'ôter le pénétromètre du poste BP. La suite de l'analyse se réalise sur le poste haute pression (poste HP). À ce stade, la montée en pression est effectuée par l'intermédiaire du fluide hydraulique. Le niveau de mercure est de nouveau mesuré avant de descendre en pression.

L'augmentation de la pression permet au mercure de pénétrer dans le réseau poreux

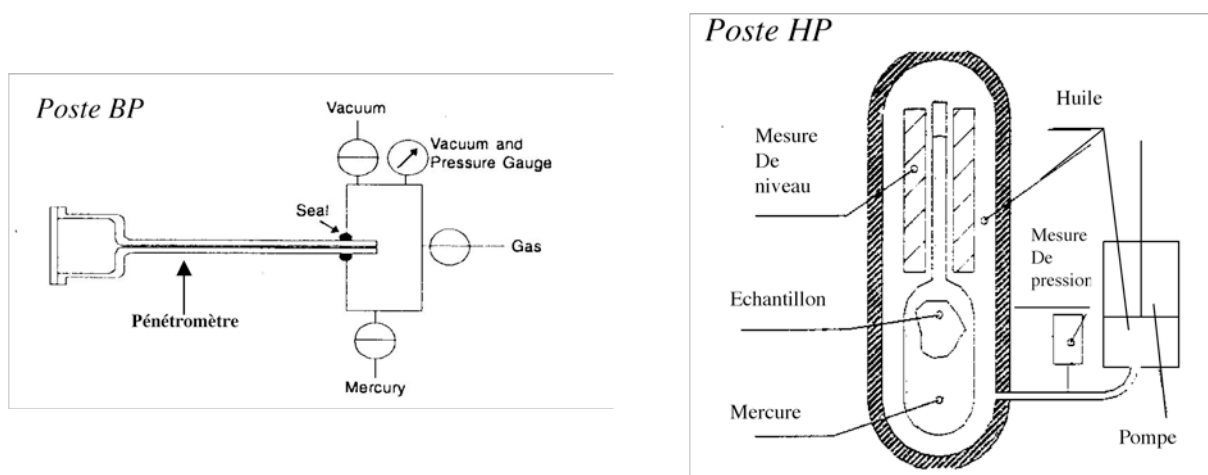


FIG. II.21: Représentation schématique de la porosimétrie à mercure

du comprimé. La mesure du volume introduit permet d'apporter des informations sur la porosité du comprimé.

Mesures de faisabilité

Les essais sont effectués sur les comprimés découpés dans la plaquette comme dans le cas de l'indentation (voir schéma de la figure II.22). Pour l'exploitation des résultats, il est supposé que les variations de volume sont dues à l'intrusion de mercure dans les pores. Cependant il peut y avoir écrasement ou compression de l'échantillon ce qui entraîne une surestimation du volume poreux. Sur la figure II.22 est représenté le volume cumulé de mercure introduit en fonction de la pression appliquée. Les lettres "G", "M" et "D" signifient "Gauche", "Milieu" et "Droite" traduisant l'emplacement sur la plaquette où le

comprimé a été découpé. Les chiffres en abscisse représentent les numéros des séries de découpage. Les comprimés appartenant à la même série sont découpés sur la même génératrice (confer figure II.22). Sur cette figure, on remarque que, pour la série 1, le volume de mercure introduit dans le comprimé à l'emplacement "G" est plus élevé. Pour la série 3 c'est le contraire qui est observé. La structure poreuse s'est inversée en passant d'un côté de la plaquette à l'autre. Ce résultat nous pousse à faire le parallélisme avec ce qui est observé sur les plaquettes par transmission lumineuse. Dans le chapitre III une étude sera effectuée sur l'homogénéité des plaquettes en utilisant cette méthode de caractérisation.

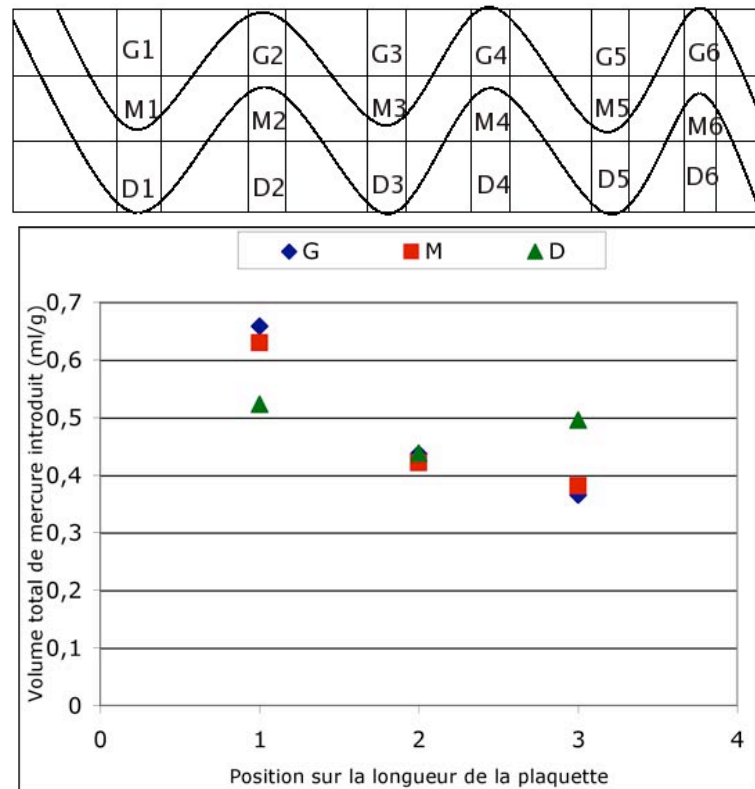


FIG. II.22: Volume de mercure introduit dans les comprimés pour trois séries correspondant à trois positions dans le sens de la longueur.

II.3 Interaction alimentation / compaction

II.3.1 Procédure de conduite des essais de compaction

La mise au point du procédé de compactage pour l'obtention de compact cohésif avec une bonne tenue mécanique nécessite des essais préliminaires. Le fonctionnement optimal de la presse est obtenu en faisant une bonne corrélation des paramètres de la presse. Ces paramètres sont la vitesse des rouleaux, celle de la vis, l'entrefer, la pression hydraulique,

le couple des rouleaux et le couple de la vis. Dans notre étude bibliographique (chapitre précédent), on a montré à travers les conclusions de la littérature que l'influence de la pression hydraulique n'est pas très importante comparée à celle des vitesses de la vis et des rouleaux. Ainsi dans cette étude, la pression hydraulique sera maintenue fixe tout au long des essais mais assez élevée pour éviter les écarts des rouleaux pendant les essais. De même ce travail expérimental est effectué à entrefer constant de 2 mm. Cependant des fluctuations sont observées au cours d'un même essai avec une force hydraulique de 30 KN. En augmentant la force hydraulique à 32 KN ces fluctuations disparaissent. Par contre on a observé que la valeur de l'entrefer peut changer d'un essai à un autre mais ces petites variations sont négligeables au regard des 2 mm (voir figure II.23). L'entrefer et la

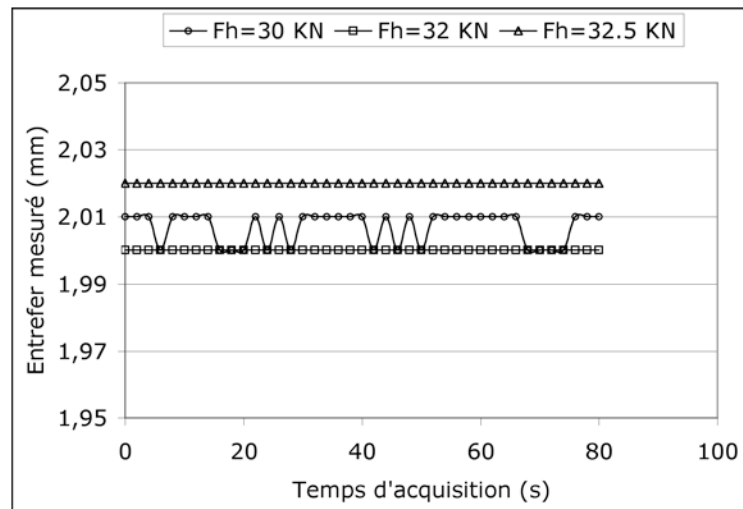


FIG. II.23: Courbes des valeurs de l'entrefer au cours des essais

force hydraulique fixés, l'étude du régime de fonctionnement de la presse sera basée sur les vitesses de vis et des rouleaux. Une zone de bon fonctionnement de la presse a ainsi été définie comme l'a fait Simon [51]. Cette zone définie pour la poudre Avicel PH102 est présentée sur la figure II.24. En dessous de la zone, la poudre n'est pas bien compactée et les compacts formés (s'il y a eu formation de compacts) ne sont pas cohésifs, c'est le régime de sous alimentation. Au-dessus de la zone, le phénomène de bourrage se produit et les rouleaux se bloquent (la sur alimentation). La zone de bon fonctionnement est délimitée par la droite de sous alimentation et la droite de sur alimentation. Dans cette zone, les compacts fabriqués sont cohésifs, non friables et présentent une bonne tenue mécanique. Dans la zone de bon fonctionnement nous avons tracé une droite plus proche de la droite de sur alimentation représentant la droite des rapports de vitesses.

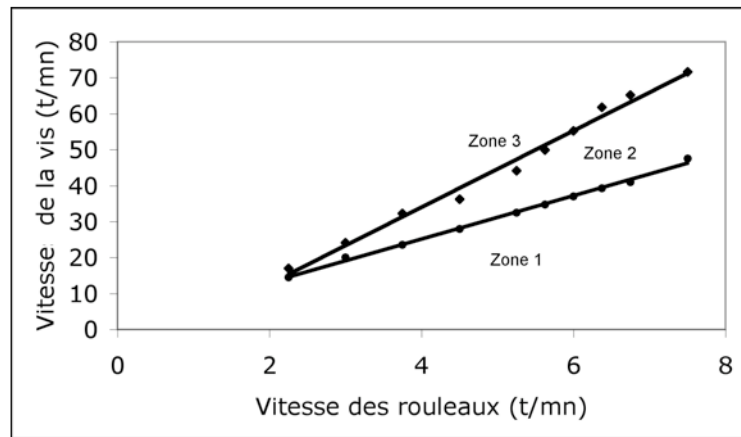


FIG. II.24: Zone de fonctionnement de la presse pour la poudre Avicel PH102. zone 1 : zone de sous alimentation, zone 2 : zone de bon fonctionnement et zone 3 : zone de sur alimentation

II.3.2 Influence du rapport de vitesse vis-rouleau sur la formation des compacts

Nous avons considéré dans la zone de bon fonctionnement une droite dont les couples de vitesses permettent de produire des compacts bien cohésifs. Dans les prochains chapitres, les essais sont effectués en se plaçant systématiquement sur cette droite. Chaque point de cette droite est caractérisé par un couple de vitesses (V_r, V_v) et le rapport des vitesses appelé coefficient de travail est constant. Avant d'analyser la variation des propriétés des compacts en fonction du coefficient de travail, on va regarder la reproductibilité des essais pour rapport de vitesse donné.

II.3.2.1 Reproductibilité

Des séries d'essais sont effectuées pour chaque rapport de vitesse. Nous présentons ici les résultats sur deux rapports de vitesses. L'acquisition des données commence quand la presse atteint un régime permanent. Ce régime est obtenu au bout de quelques minutes selon les valeurs des vitesses. Les courbes obtenues au cours d'un même essai sont très proches. Mais la reproductibilité des mesures ne concerne pas seulement les résultats d'un même essai mais surtout les résultats obtenus pour des essais différents avec les mêmes conditions opératoires. Sur la figure II.25 on a représenté trois mesures pour trois essais différents mais avec le même rapport de vitesses (les autres paramètres restent constants). La plus grande différence entre les forces maximales est l'ordre de 100 N. Sur l'allure globale de la courbe, les résultats sont quasiment identiques. Au début de la compaction et à la fin, les forces de compactations sont très proches pour les différents essais. On note un

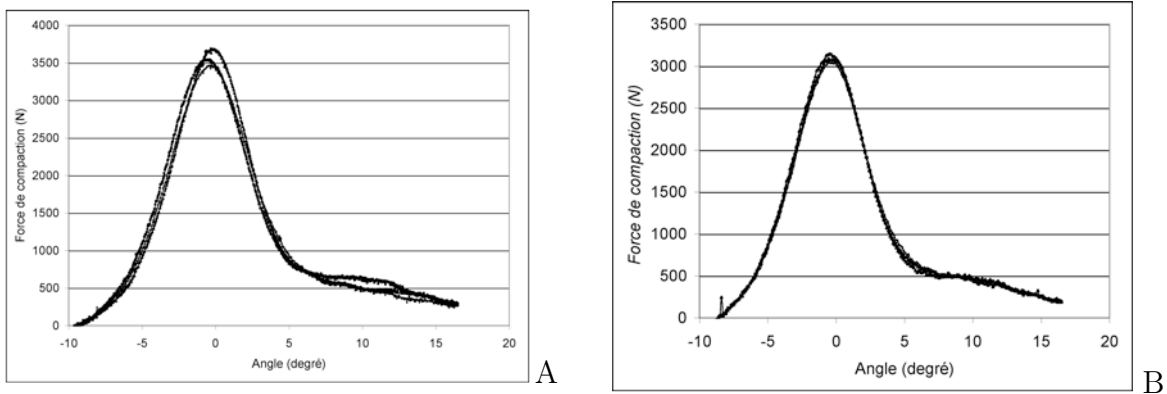


FIG. II.25: Mesures de reproductivité sur l'Avicel PH102 à deux couples de vitesses différents : figure A $V_v = 15.8 t/mn$ et $V_r = 1.5 t/mn$ et figure B $V_v = 49.95 t/mn$ et $V_r = 6 t/mn$

léger décalage sur la figure II.25 A de la position à laquelle la force maximale est mesurée (θ_{max}). Les fluctuations de la force maximale sont faibles et l'amplitude des courbes est constante pour les différents essais. Dans l'ensemble les essais sont reproductifs en se plaçant les mêmes conditions opératoires.

II.3.2.2 Évolution des propriétés des plaquettes en fonction du rapport de vitesses

Puisque dans les prochains chapitres les expériences seront effectuées en considérant les couples de vitesses sur la droite définie dans la zone de bon fonctionnement, nous avons étudié l'évolution de la force maximale de compression en fonction des couples de vitesses. Nous avons tracé la courbe des forces maximales sur la figure II.26 A. Il apparaît sur cette figure que le fait d'augmenter les vitesses en gardant un rapport constant ne traduit pas une augmentation de la force (ou pression) de compaction. Il est d'ailleurs montré dans la littérature [7] qu'à partir de certaines vitesses les propriétés des compacts sont moins intéressantes qu'à faibles vitesses. La mesure de la masse volumique (figure II.26 B) des plaquettes confirme ces conclusions. En effet après les essais, les compacts sont découpés, pesés et les dimensions de chaque plaquette sont mesurées. Les masses volumiques sont ensuite calculées pour comparer les résultats. Ces résultats montrent que la masse volumique augmente au début (avec les petites vitesses) mais diminue par la suite pour les grandes vitesses de rouleaux et de vis. En conclusion le fait de se positionner sur cette droite permet d'effectuer les essais dans les mêmes conditions opératoires. De plus on ne remarque pas de très grandes différences entre les résultats obtenus à partir des couples de vitesses choisis sur la droite.

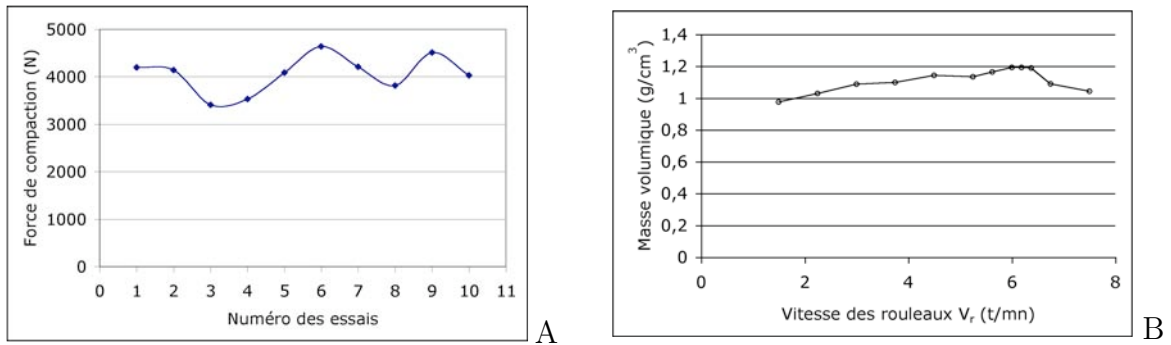


FIG. II.26: Figure A : évolution de la force de compaction pour différents couples de vitesses. Figure B : évolution de la masse volumique des compacts pour différents couples de vitesses (poudre d’Avicel PH102).

II.3.3 Force de compactage et effet des vitesses

Cette section est consacrée à l’étude des effets de la vitesse de la vis et de celle des rouleaux sur la pression maximale. Les essais sont effectués avec un entrefer constant et une force hydraulique fixe. Sur la figure II.27 sont représentées les courbes de force maximale en fonction de la vitesse de la vis V_v pour trois vitesses de rouleaux. La force de

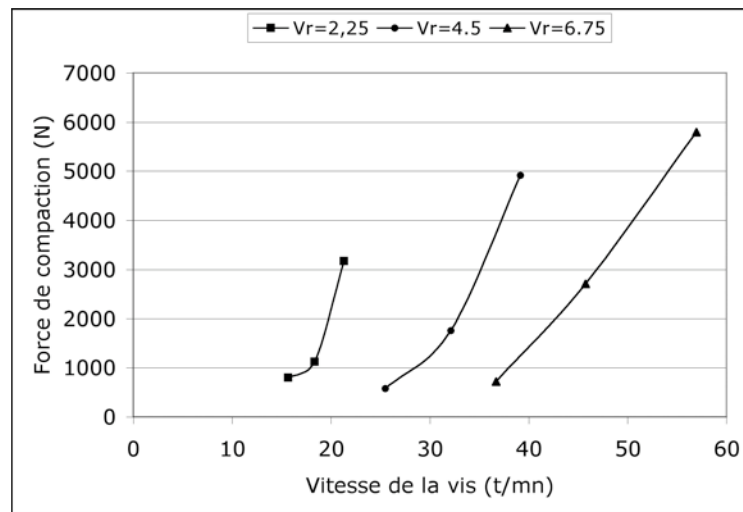


FIG. II.27: Influence de la vitesse de la vis V_v sur la pression maximale pour trois cas différents où la vitesse des rouleaux V_r est constante

compaction (ou pression de compaction) augmente avec la vitesse de la vis. Les vitesses sont prises dans la zone de bon fonctionnement. L’augmentation de la vitesse de la vis crée une accumulation de poudres dans la zone d’alimentation accentuant la pré densification. La pression d’alimentation accroît et fait monter la pression de compaction. Par ailleurs les essais menés sur l’effet de la vitesse des rouleaux montrent que la force de compaction diminue lorsque la vitesse des rouleaux augmente (les autres paramètres étant fixés). Cette

diminution s'explique par le fait que le temps de séjour de la poudre entre les rouleaux est réduit entraînant ainsi une diminution de la cohésion. Ces résultats montrés dans la littérature [48] sont affichés sur la figure II.28.

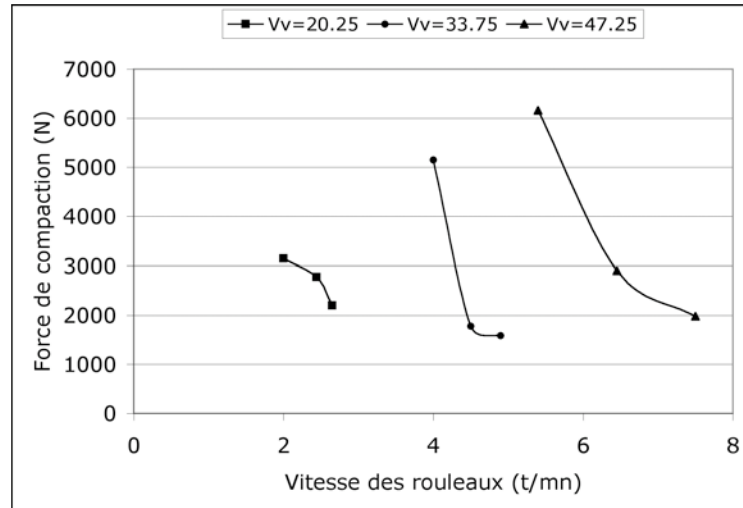


FIG. II.28: Influence de la vitesse de la vis V_r sur la pression maximale pour trois cas différents où la vitesse des rouleaux V_r est constante

Conclusion

La réalisation de l'installation des capteurs dans la rainure permet de bien mesurer l'effort maximal de pression.

L'instrumentation effectuée dans ce travail permet de travailler sur une plus grande variété de poudres allant des fines aux plus grossières sans se soucier des problèmes d'encrassement.

La présence de la rainure dans le cylindre entraîne une singularité géométrique qui rend les jauges sensibles même quand la charge est faible (quand les capteurs sont en amont ou en aval de la zone de compaction). Cette sensibilité entraîne une non-localisation du signal dans la zone de compactage. Le signal obtenu est trop large par rapport aux signaux donnés par des capteurs qui débouchent à la surface du rouleau par un contact ponctuel. Il serait judicieux de mesurer le signal des jauges suite à un effort lorsque celles-ci se trouvent en amont ou en aval de la zone de compaction. Cela permettrait de soustraire le signal dû à la géométrie de la rainure.

La mesure de la position angulaire des capteurs est réalisée par le capteur de proximité installé sur l'axe du rouleau supérieur.

La mise en place de l'instrumentation a facilité l'étude de l'influence des vitesses et de leur

rapport. Cette étude a permis d'établir un protocole de fonctionnement de la presse qui permet d'effectuer plus aisément et plus couramment les essais. Les compacts produits sont alors cohésifs et les mesures presque reproductives.

Un certain nombre de méthodes sont identifiées qui nous permet dans le chapitre suivant d'analyser l'homogénéité des plaquettes produites à par de la presse.

Chapitre III

Études de l'alimentation par vis et de l'homogénéité de la plaquette

Résumé

Ce chapitre prépare le terrain pour la mise en place de la simulation numérique 3D par éléments finis et pour l'étude de l'homogénéité de la plaquette. Les conditions initiales d'entrée de la poudre entre les rouleaux qui sont liées à la pression et au débit d'alimentation sont étudiées. Mais l'intérêt est d'abord porté sur le transport de la poudre par la vis d'alimentation car ces conditions d'entrée sont dépendantes du transport de la poudre. Nous avons effectué une étude sur la forme des vis pour montrer que l'acheminement de la poudre vers les rouleaux ne se fait pas de façon optimale comme on le suppose dans les modèles (vis fonctionnant à plein par exemple, prise en compte de la surface de cisaillement entre la poudre qui s'écoule de la trémie et celle qui avance sous l'effet de la vis). La condition d'entrée de type "pression" est appliquée en utilisant la pression d'alimentation. Nous avons combiné des études de modélisation de la vis et des essais que nous avons réalisés au laboratoire pour estimer cette pression d'alimentation. Ce chapitre se termine par l'étude de l'homogénéité de la plaquette. Cette étude est réalisée à partir des essais en utilisant des techniques différentes. L'hétérogénéité de la plaquette a pu être mise en évidence par transmission de lumière à travers la plaquette et confirmée par les essais de porosimétrie.

Sommaire

III.1 Transport de poudres par vis	76
III.1.1 Forme de la vis et rendement	76
III.1.2 Modèles de transport de poudres par vis	79
III.2 Débit de la vis	81
III.3 Pression d'alimentation	83
III.3.1 Pression axiale délivrée par la vis	83
III.3.2 Mesure de la contre pression des rouleaux	84
III.4 Étude de l'homogénéité des plaquettes	92
III.4.1 Étude de la distribution par transmission de la lumière	92
III.4.2 Analyse topographique de la surface de la plaquette	93
III.4.3 Analyse par micro-indentation	94
III.4.4 Mesure par porosimétrie à mercure	96

Introduction

Les presses à rouleaux sont souvent constituées d'une vis d'alimentation sans fin pour amener la poudre entre les rouleaux. La poudre est ensuite compactée par application de pression. L'alimentation peut être horizontale, verticale ou hors axe. Dans cette thèse c'est le système d'alimentation horizontale (alimentation par une vis sans fin) qui a été étudié. Ce choix s'explique par le fait que l'alimentation forcée permet de contrôler et de moduler la quantité de poudres fournies aux rouleaux. Ce type d'alimentation est aussi bien adapté pour la compaction de certaines poudres qui s'écoulent difficilement, notamment les poudres fines cohésives. Mais l'usage de la vis sans fin fait introduire dans le procédé le frottement entre la poudre et les parois de la vis. Ces frottements augmentent le couple de la vis [63] et peuvent diminuer le rendement de la vis. De plus selon la vis utilisée, on peut créer une zone de cisaillement entre la poudre qui s'écoule de la trémie et celle transportée par la vis. Ces problèmes qui sont liés aux caractéristiques de la vis affectent le système d'alimentation. Il est communément démontré que la vis d'alimentation est l'un des facteurs prépondérants dans l'optimisation du procédé par le contrôle du débit et de la pression d'alimentation. La qualité des compacts est fortement liée au débit et à la pression d'alimentation. On s'intéresse à ces deux paramètres (débit et pression d'alimentation) qui constituent des conditions aux limites pour la simulation numérique envisagée dans ce travail. On se propose de trouver une estimation de ces conditions aux limites à partir des modèles déjà utilisés dans la littérature et des essais

sur la presse à rouleaux. Mais il faut au préalable comprendre les mécanismes qui entrent en jeu dans le transport de la poudre et tenir compte des hypothèses utilisées dans les modèles pour pouvoir tirer des conclusions.

III.1 Transport de poudres par vis

La quantité de poudre transportée peut varier selon la géométrie de la vis d'alimentation. Le plus souvent les cavités de la vis comprises entre les pales ne sont pas complètement remplies et la vis n'atteint pas sa capacité de production théorique. Cette situation arrive si le remplissage de la vis ne s'effectue pas sur toute l'ouverture de la trémie. Le plus souvent le remplissage de la vis se fait seulement à l'arrière de la vis. La figure III.1 montre la différence entre une vidange de la trémie sur toute la largeur et une vidange mal répartie. Cette différence est due à la forme de la vis utilisée. L'objectif de cette étude

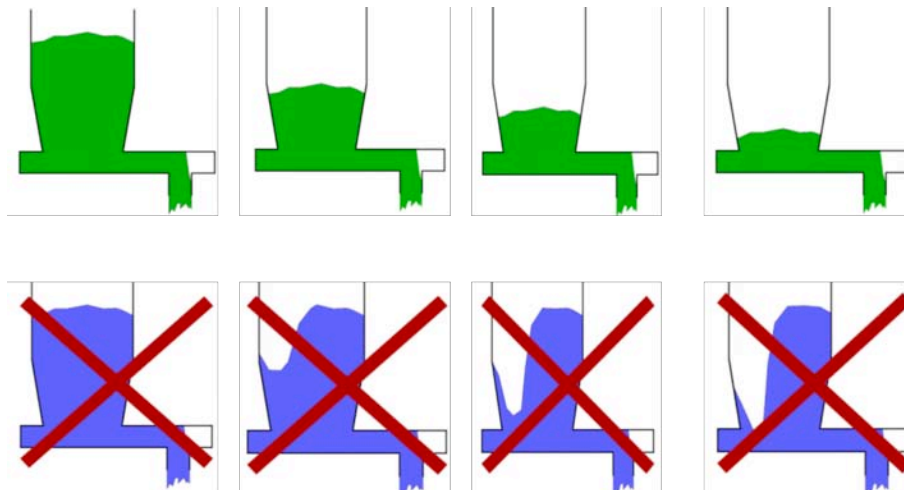


FIG. III.1: Deux cas de vidange de la trémie : vidange régulière en utilisant une vis adaptée et vidange partielle de la trémie [59].

est d'effectuer une comparaison de différentes formes de vis d'alimentation en s'appuyant sur des modèles mathématiques. Cette comparaison sera effectuée sur le débit de la vis et le couple délivré par la vis et les résultats sont étayés par des données de la littérature sachant que dans nos essais, nous n'avons qu'une seule vis.

III.1.1 Forme de la vis et rendement

L'un des objectifs recherché dans la conception des vis est l'augmentation de la capacité de la vis qui est représentée par le débit de la vis. La diminution du couple de la vis est aussi recherchée afin de baisser la consommation d'énergie. Nous analysons dans cette

partie quatre types de vis différents par leur géométrie. Cette différence de géométrie se trouve au niveau des paramètres à savoir le pas, le diamètre de l'axe et le diamètre des hélices de la vis.

III.1.1.1 Vis à paramètres constants

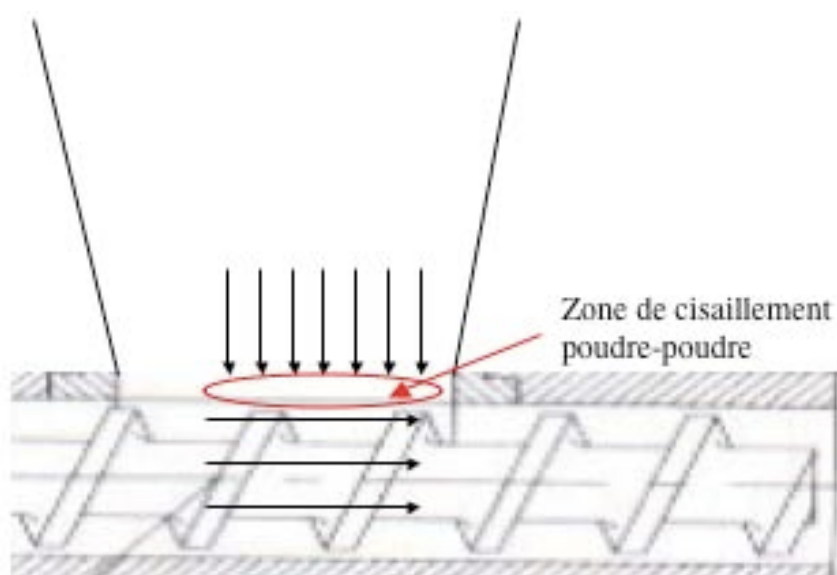


FIG. III.2: Vis d'alimentation à paramètres constants (diamètre des ailes, diamètre de l'axe et pas de la vis)

C'est la vis classique qui fait partie des plus utilisées dans la littérature grâce à sa forme simple et la facilité à concevoir. Les paramètres de cette vis ne varient pas c'est-à-dire que le diamètre est partout identique et le pas de la vis ne varie pas. Mais elle a l'inconvénient de ne transporter la poudre que par la partie arrière de la vis. La poudre reste stockée dans une partie de la trémie (voir figure III.1) et ne s'écoule pas. Cette situation crée une zone de cisaillement importante entre cette poudre bloquée à la sortie de la trémie et la poudre transportée par la vis.

III.1.1.2 Vis avec diamètre des hélices variable

Le diamètre de l'axe de la vis est constant, mais celui des pales de la vis augmente dans le sens du transport. Les pas de la vis doivent satisfaire l'hypothèse de proportionnalité c'est-à-dire que le pas minimum de la vis ne doit pas être plus petit que le rayon de la vis et le pas maximum proche du diamètre [10]. Les pas de vis sont égaux dans chaque section (section d'alimentation située sous la trémie et section fermée) mais les pas de vis de la section d'alimentation sont plus petits que ceux de la section fermée. Ces restrictions sont faites pour respecter l'hypothèse de proportionnalité susmentionnée.

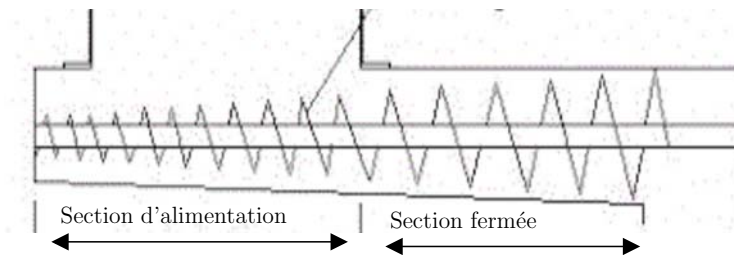


FIG. III.3: Vis d'alimentation avec diamètre des hélices croissant [42].

III.1.1.3 Vis à diamètre de l'axe décroissant

La géométrie de cette vis est particulière. Le diamètre de l'axe de la vis est sous forme de cône avec des valeurs élevées sous la trémie. La surface de cisaillement poudre-poudre sous la trémie définit par Yu et al [63] est réduite grâce à l'augmentation du diamètre de l'axe. Les études de Sander et al [49] nous apprennent que la forme de cette vis permet d'augmenter la capacité dans la section d'alimentation dans le sens du transport. Le remplissage des pas de la vis se fait sur toute la longueur d'ouverture de la trémie ce qui de remplir les espaces entre hélices et faire fonctionner la vis à plein.

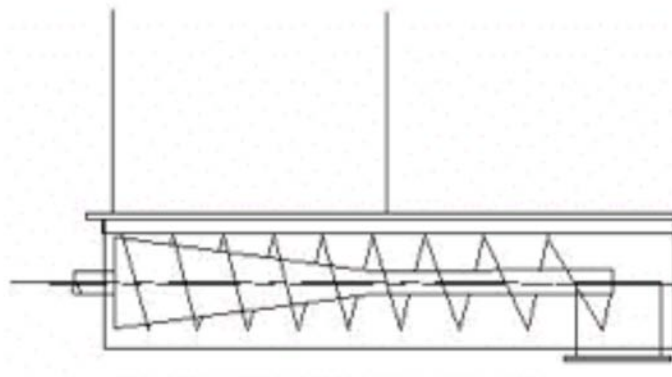


FIG. III.4: Vis d'alimentation avec diamètre de l'axe décroissant [42].

III.1.1.4 Vis à pas croissant

Le pas est petit à l'arrière de la vis et augmente dans le sens du transport. Cette augmentation permet de gagner de la place quand on passe d'un pas au suivant. Cette place créée sera remplie de poudre au fur et à mesure qu'on avance dans le sens du transport. On récupère ainsi de la poudre sur toute l'ouverture de la trémie. Comme la vis à diamètre d'axe décroissant, la charge de cette vis augmente dans la direction de transport ce qui augmente la capacité de la vis. Après avoir présenté quelques formes de vis, nous abordons les modèles utilisés pour l'étude du couple et du débit de la vis.

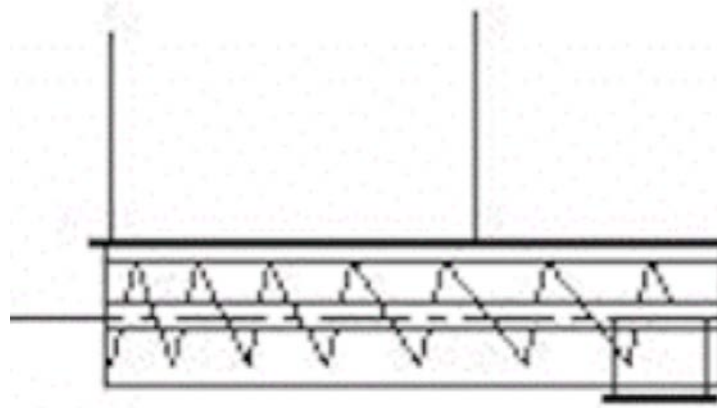


FIG. III.5: Vis d'alimentation à pas croissant [42].

L'utilisation de ces modèles permettra aussi de valider les remarques et considérations présentées ci-dessus.

III.1.2 Modèles de transport de poudres par vis

III.1.2.1 Calcul du débit

Le débit de la poudre est calculé à partir de l'expression suivante :

$$Q_v = N \pi \left((R_{ve} + j)^2 - R_{vi}^2 \right) (P_v - e_v) \quad (\text{III.1})$$

$$Q_m = \rho Q_v \quad (\text{III.2})$$

Le débit massique Q_m est obtenu en multipliant le débit volumique Q_v par la densité massique ρ (masse volumique apparente).

La variable N représente la vitesse de révolution.

(R_{ve} et R_{vi} sont respectivement le rayon extérieur (rayon de hélices) et le rayon de l'axe de la vis.

j est le jeu entre les hélices et le fourreau.

P_v représente le pas de la vis.

e_v est l'épaisseur d'une hélice de la vis.

Le débit calculé est un débit volumique et correspond à un volume de poudre sur un pas de la vis. Pour la détermination du volume, tout l'espace du tube est pris en compte y compris le jeu entre le fourreau et la vis. En pratique cet espace n'est pas toujours rempli et c'est pourquoi on introduit dans certains modèles le facteur de remplissage. Dans ce modèle, les frottements interparticulaires et entre la poudre et la paroi ne sont pas intégrés.

III.1.2.2 Calcul du couple

Le modèle sur la vis d'alimentation [63] présenté au chapitre I paragraphe I.9.2 permet de calculer la pression axiale et le couple de la vis à partir des forces appliquées sur les surfaces de contact poudre-paroi et poudre-poudre. Le calcul de ces forces fait intervenir le poids de la poudre stockée dans la trémie. Ce poids est déterminé dans le modèle à partir de la contrainte σ_{0v} qui est exprimée comme suit :

$$\sigma_{0v} = q_s \gamma B$$

La variable γ (N/m^3) désigne le poids spécifique, q_s (N) le facteur de surcharge pour la condition d'écoulement dont le calcul est basé sur la contrainte principale de consolidation et B la largeur de l'ouverture de la trémie. On a $q_s = q_s(\delta, \alpha_h, \phi_h)$ avec δ l'angle de frottement interne, α_h le demi-angle de la trémie et ϕ_h l'angle de frottement à la paroi de la trémie. Toutes les forces mises en jeu sont exprimées en fonction de σ_{0v} . Les forces F_{ua} , F_{ca} , F_{la} et F_{ta} sont calculées directement (confer chapitre I sous section I.9.2) et la force F_{da} est obtenue en considérant l'équilibre statique de toutes les forces. On obtient l'équation suivante :

$$F_{da} = F_{ua} + F_{ca} + F_{la} + F_{ta}$$

La force F_{ua} provient du cisaillement entre la poudre transportée par les premières spires de la vis et la poudre stockée dans la trémie au-dessus de la vis. Les forces F_{da} et F_{la} sont appliquées sur les ailes de la vis et les forces F_{ca} et F_{ta} sont respectivement appliquées sur l'axe de la vis et sur la surface du tube (le fourreau). Toutes ces forces sont fonction de σ_0 et par conséquent de δ , α et ϕ_h .

La force F_{ua} est très élevée et d'après Yu et al [63] elle représente plus de 43 % de la force totale. Cette proportion dépend des caractéristiques de la vis. Si le diamètre de l'axe de la vis et le pas de la vis sont constants, la vis ne prend la poudre que par la première spire [10, 47, 62]. Par conséquent l'espace entre les spires étant rempli, la poudre ne tombe plus de la trémie à travers le reste de l'ouverture de la trémie. Ce phénomène augmente les effets de cisaillement entre la poudre transportée par la vis et celle bloquée à l'ouverture de la trémie. Par contre pour une vis à diamètre de vis décroissant ou à pas variable, la profondeur de l'espace entre deux spires (pour une vis à diamètre décroissant) ou la

dimension du pas (dans le cas d'une vis à pas croissant) est plus importante en avant qu'à l'arrière de la vis et le remplissage se fait sur toute la longueur de l'ouverture de la trémie. Cela permet de réduire le cisaillement poudre-poudre c'est dire la force F_{ua} et donc le couple de la vis [10].

La force F_{da} représente en fait l'effort total requis pour faire avancer la poudre. En supposant que cette force totale est exercée de façon uniforme sur la surface de l'ailette de la vis, on détermine la contrainte axiale σ_a de la façon suivante :

$$\sigma_a = \frac{F_{da}}{\pi(R_{ve}^2 - R_{vi}^2)} \quad (\text{III.3})$$

R_{ve} représente le rayon extérieur c'est-à-dire celui de l'aile de la vis et R_{vi} est le rayon intérieur ou tout simplement le rayon de l'axe de la vis. Le calcul du couple de la vis s'effectue à partir de la contrainte axiale σ_a et le rayon élémentaire r de la vis.

$$T_p = 2\pi\sigma_a \int_{R_{vi}}^{R_{ve}} r^2 \tan(\alpha_r + \phi_f) dr \quad (\text{III.4})$$

La variable α_r est l'angle hélicoïdal et ϕ_f est l'angle de frottement à la paroi des hélices de la vis.

Cette valeur du couple correspond au couple sur un pas de vis. Pour une vis à paramètres constants, le couple total est le produit du nombre de pas de la vis par le couple sur un pas. Par contre le calcul du couple total pour les vis à paramètres variables s'effectue en déterminant le couple sur chaque pas de vis et de faire la somme des couples.

III.2 Débit de la vis

Le débit massique de la vis a été déterminé par des essais sur la poudre avicel 102. Pour plusieurs vitesses de vis, on a mesuré le débit massique avec une balance de précision. Les mesures sont effectuées à trémie pleine et la poudre est agitée de façon régulière. La hauteur du lit de poudre dans la trémie a des effets sur le débit [37]. Mais à partir d'une certaine hauteur de remplissage de la trémie, on n'observe pas de véritable changement sur le débit. Des séries d'essais sont faits pour chaque vitesse de vis afin de déterminer les écarts entre les mesures. Les résultats sont représentés sur la figure III.6. Comme dans la littérature, le débit massique est proportionnel à la vitesse de la vis. L'augmentation de la vitesse de la vis entraîne l'augmentation du débit massique. Mais ce résultat dépend de la granulométrie des poudres. Pour certaines poudres fines de taille inférieure à $12 \mu m$ (la bentonite par exemple) le débit n'augmente pas à partir d'une certaine vitesse. Cela est probablement dû à l'influence de l'air dans le lit de poudre.

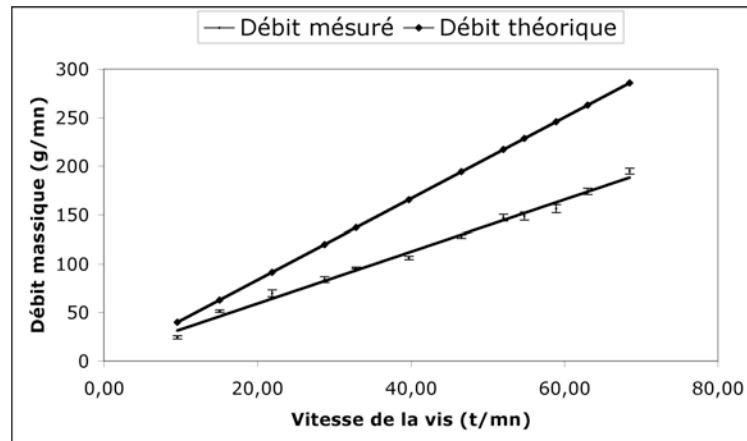


FIG. III.6: Débit massique de la vis pour la poudre avicel 102

Le débit massique mesuré en tonne par heure (t/h) a été comparé au débit théorique

Tab. III.1: Débits obtenus par calcul sur la poudre d'avicel 102

Différentes vis	Débit (t/h)
Vis standard à paramètres constants	0.026
Vis à pas croissant	0.029

calculé à l'aide du modèle présenté ci-dessus. Les paramètres utilisés sont ceux qui sont mesurés sur la vis de la presse à rouleaux, presse utilisée pour effectuer nos essais. Cette vis est de type paramètres constants et la zone de cisaillement poudre-poudre est importante. On remarque sur la figure III.6 que le débit mesuré est inférieur au débit théorique et la différence est plus marquée pour les vitesses élevées. D'après Simon [51] l'explication de cette différence vient de l'augmentation de l'angle de frottement poudre-paroi avec la vitesse de glissement à la paroi ce qui fait que la poudre est entraînée en rotation relative par la vis. Une autre explication est l'importance de la surface de cisaillement poudre-poudre sous la trémie pour ce genre de vis. Le tableau III.1 (valeurs qu'on a obtenues par calcul) montre que le débit obtenu à partir de la vis à pas croissant est plus grand que celui obtenu à partir de la vis standard dont nous disposons. Enfin une dernière explication pourrait être l'influence de l'air qui n'est pas importante à faible vitesse mais peut devenir influente à vitesse élevée.

III.3 Pression d'alimentation

Le transport de la matière par la vis contrôle le débit et la pression d'alimentation pour les rouleaux. Ce transport joue un rôle important dans la détermination de la pression maximale qui est corrélée à la qualité des compacts [54]. Ces deux paramètres (débit et pression d'alimentation) constituent souvent les conditions initiales et/ou aux limites pour l'analyse du comportement des poudres en compression entre les rouleaux comme c'est le cas des travaux de Johanson [32], de Dec et al [20] et de Lecompte [35]. La mesure in situ de la pression d'alimentation semble difficile et le recours à la modélisation combinée à la mesure de certains paramètres accessibles du procédé pourrait être un moyen de mesure indirecte de la pression d'alimentation. Dans les travaux de Johanson [32], des valeurs de la pression d'alimentation entre 0.014 et 1.4 MPa ont été proposées. Par ailleurs, dans les travaux de Simon [51], une approche de la pression d'alimentation basée sur la modélisation de la dernière spire de la vis, a été considérée. Cependant, par manque de reproductibilité des mesures, la comparaison des prédictions avec les valeurs expérimentales ne lui semblait pas exploitable. Nous estimons aussi que la seule contre pression ne suffit pas pour déterminer la pression d'alimentation car la contre pression des rouleaux est dirigée dans le sens contraire du transport. Si cette contre pression est égale à la pression d'alimentation, la poudre ne pourra avancer dans la zone entre la vis et les rouleaux. La remarque de Lecompte [37] sur les travaux de Simon renforce notre position : lorsque la vis tourne, la pression locale entre la dernière spire et le plan des rouleaux augmente jusqu'à dépasser la contre pression des rouleaux.

Dans cette section, une méthode d'estimation indirecte de la pression d'alimentation dans le procédé de compactage est proposée. La méthode est basée sur une modélisation du couple de la vis d'alimentation et la mesure de ce même couple par les essais. Pour les essais, les mesures sont effectuées d'abord avec la vis dé耦lée des rouleaux et ensuite couplée aux rouleaux. Le modèle utilisé s'appuie sur les travaux de Yu et al. [63] qui relie les paramètres géométriques de la vis, les propriétés de poudres et les propriétés d'interfaces, au couple et à la pression moyenne fournie par la vis. Pour aller dans le sens de la cohérence de ces prédictions, le modèle de Johanson sera utilisé pour calculer les pressions maximales entre les rouleaux à partir des pressions d'alimentation prédites.

III.3.1 Pression axiale délivrée par la vis

Les calculs sont effectués en utilisant les caractéristiques de la vis de la presse et les propriétés de l'avicel 102 comme données du problème. Le coefficient de frottement sur l'hélice de la vis ϕ_f est supposé égal au coefficient de frottement au fond du tube ϕ qui représente celui de la poudre.

L'influence des propriétés de la poudre et des paramètres de la vis a été étudiée par Yu et al [63]. Cependant l'évolution du couple en fonction du coefficient de frottement à la paroi de la trémie et du demi-angle de la trémie n'a pas été analysée. Pour une presse donnée, le demi-angle ne varie pas au cours des essais, mais le coefficient de frottement à la paroi de la trémie peut subir de légères variations. Ces variations sont dues aux fluctuations de la vitesse. On peut penser à négliger ces petites variations mais il est indiqué dans la littérature que ces fluctuations méritent d'être prises en compte [7, 52]. Nous avons regardé l'évolution du couple total de la vis en fonction de ce frottement. On a remarqué qu'une variation de l'ordre du centième entraîne une forte variation du couple de la vis. C'est pourquoi nous utilisons un intervalle de valeurs pour ce coefficient afin de tenir compte des petites variations. À partir de ces différentes forces mises en jeu lors du transport de la poudre, nous déterminons les contraintes axiales pour chaque coefficient de frottement. Mais les contraintes axiales obtenues à partir de ces coefficients ne suffisent pas pour déterminer la pression d'alimentation. En effet, la présence des rouleaux crée une contre pression et de ce fait augmente la pression d'alimentation qui dépasse la seule contrainte axiale.

III.3.2 Mesure de la contre pression des rouleaux

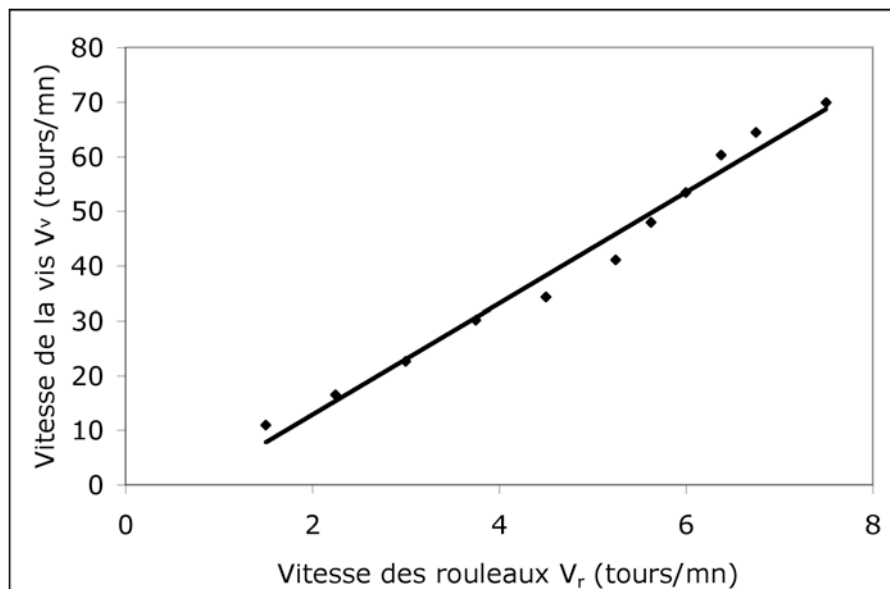


FIG. III.7: Droite des rapports de vitesse tracée dans la zone de bon fonctionnement. Les compacts obtenus en respectant ce rapport sont de bonnes qualités

On se propose de déterminer le couple de la vis pour différentes vitesses avec la vis couplée et découplée aux rouleaux. Les couples sont relevés seulement si les régimes de

fonctionnement de la presse permettent de fabriquer des compacts. Dans le cas contraire, la valeur du couple obtenue serait sans intérêt. C'est pourquoi les essais sont effectués en se plaçant dans la zone de bon fonctionnement réalisée sur l'avicel 102 et déterminée au chapitre 2 pour la presse utilisée. Dans cette zone, des vitesses de vis et de rouleaux ont été fixées pour réaliser les essais avec les mêmes couples de vitesse (v_v, v_r). Les paires de vitesses sont prises sur une même droite (figure III.7) dont la pente représente le rapport de vitesses (vis et rouleaux). Cette pente appelée coefficient de travail permet de travailler avec un rapport de vitesse constant.

Des séries de mesures ont été réalisées en régime permanent pour une même paire de vitesse (V_r, V_v) afin de se rendre compte de la reproductibilité des mesures. Les résultats sont présentés sur la figure III.8. On observe que les courbes ne sont pas identiques mais

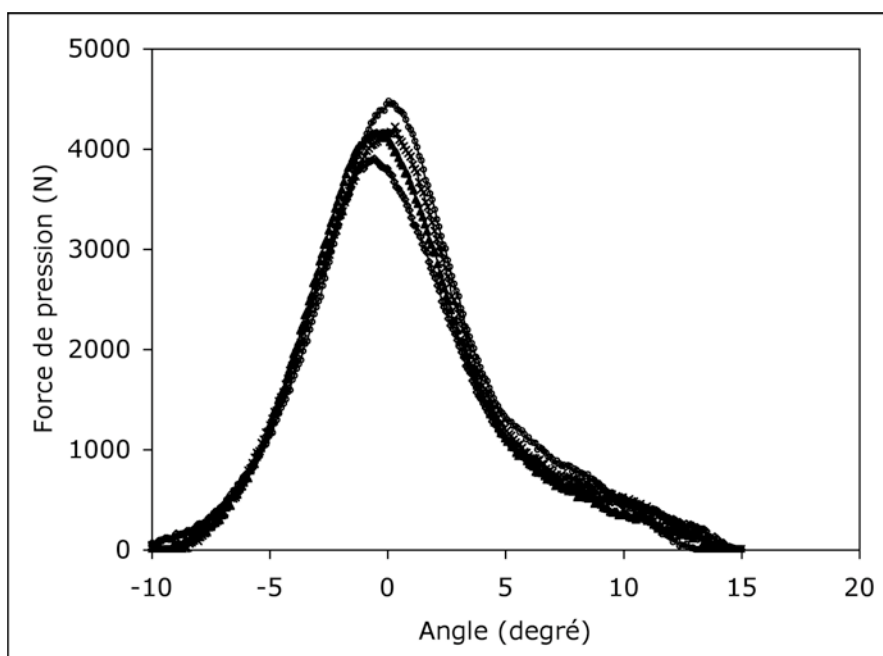


FIG. III.8: Quatre séries de mesures des forces de compression avec $V_v = 34$ tours/mn et $V_r = 26$ tours/mn

la différence entre les mesures n'est pas importante ce qui nous permet d'affirmer que les mesures sont reproductibles.

Au cours de ces essais l'entrefer est fixé à 2 mm et la force hydraulique à 25 KN. Après avoir fixé les différentes vitesses que nous utiliserons pour les mesures, nous présentons la façon dont nous avons procédé.

Pour la mesure du couple, nous effectuons des séries d'essais avec :

- la vis à vide pour connaître le fonctionnement du couple,
- la vis alimentée en poudre sans les rouleaux (vis découplée)

III.3. Pression d'alimentation

– et enfin la vis couplée aux rouleaux.

Le tableau III.2 contient les valeurs du couple de la vis à vide. On remarque que pour les

Tab. III.2: Couples obtenus avec la vis fonctionnant à vide

Vitesse vis (%)	Vitesse vis (t/mn)	couple (Nm)
5	6.85	2.6
10	13.70	1.9
12	16.44	0.4
13	17.81	0.1
14	19.18	0.1
38	52.06	0.1
40	54.80	0.6
43	58.91	0.9
45	61.65	1.4
46	63.02	1.4
50	68.50	1.8
55	75.35	2.1
60	82.20	2.1
70	95.90	2.4
80	109.60	2.7
90	116.45	2.9
100	137.0	3.0

faibles vitesses de la vis (6.85 à 16.44 tours/mn), le couple est élevé (2.6 Nm) et décroît jusqu'à 0.1 Nm. En suite le couple se stabilise autour de cette valeur (0.1 Nm) pour des vitesses allant jusqu'à 52,06 tours/mn. Enfin à partir de 54.80 tours/mn la valeur du couple augmente progressivement et atteint sa valeur maximale à vide (environ 3.0 Nm). Pour éviter cette fluctuation, on a décidé d'effectuer nos mesures en ne tenant pas compte des faibles vitesses. Yu et al. [63] qui ont travaillé sur le modèle de la vis ont laissé cette marge sans expliquer les raisons (étude effectuée entre 10 et 80 tours/mn). Simon [51] a utilisé de faibles vitesses et a trouvé les mêmes tendances à savoir une forte augmentation du couple pour les faibles vitesses de vis. Cela a rendu impossible de tirer des conclusions sur les résultats qu'il a obtenus. L'explication qu'il a fournie à cette variation du couple de la vitesse avec l'augmentation de V_v (sans les rouleaux) est que pour des vitesses faibles, le glissement de la poudre à la paroi est plus important que pour les vitesses plus grandes pour lesquelles la poudre est aussi entraînée en rotation. Le freinage relatif de la vis par la poudre est donc plus élevé lorsque celle-ci tourne moins vite. Pourtant lors de nos essais, nous avons observé cette augmentation du couple pour les faibles V_v avec la vis à vide. De plus pour les grandes V_v , on constate une augmentation progressive du couple pour la

poudre Avicel PH102. Sur la poudre d'alumine SH100, Simon a observé une diminution quand la vitesse de la vis augmente. Nous ajoutons que pour les faibles V_v , la valeur élevée du couple est liée à un effet moteur. Pour la mise en rotation de la vis, le moteur fournit plus de force entraînant une forte augmentation du couple. Une fois que la vis est lancée et a atteint un certain régime, il n'est plus nécessaire d'exercer un couple supplémentaire. Pour ne pas tenir compte de cet effet moteur, nous effectuons nos essais à partir d'une vitesse de vis de 28 tours/mn.

Les deux dernières séries de mesure (vis couplée et non couplée aux rouleaux) nous permettent d'estimer l'apport des rouleaux par rapport à la contre pression qu'ils créent. Nous avons dans un premier temps mesuré les couples de la vis T_1 sans les rouleaux pour les vitesses de vis choisies sur la figure III.7. Ensuite les essais sont refaits avec la vis couplée aux rouleaux en prenant les mêmes vitesses de vis et en respectant les rapports de vitesse. Les couples T_2 de la vis ont été ainsi relevés. Les valeurs des couples mesurés sont présentées dans le tableau III.3.

Les couples mesurés avec et sans rouleaux sont relativement faibles pour les petites vi-

Tab. III.3: Mesures de couples par essais avec et sans rouleaux

$V_r(t/mn)$	$V_v(t/mn)$	Couples sans rouleaux T_1 (Nm)	couples avec rouleaux T_2 (Nm)	ΔT (Nm)
3.1	27.6	0.1	2.11	2.01
4.9	46.2	0.3	3.33	3.03
5.4	51	0.5	4	3.4
5.7	53.1	1.3	3.55	2.25
6.5	59	1.8	3.71	1.91
7.5	68.3	2	3.62	1.62

tesses et augmentent avec la vitesse de la vis. Comme on l'a souligné précédemment, cette tendance n'est pas vérifiée pour les vitesses de vis inférieures à 10 tours/mn où le couple est élevé et décroît avec la vitesse. À partir de 10 tours/mn jusqu'à 25 tours/mn le couple est constant. La contre pression des rouleaux que nous notons σ_{cp} est calculée à partir de l'équation III.4. De cette équation, on peut évaluer la contrainte axiale σ_a en fonction du couple T par

$$\sigma_a = \frac{T}{2\pi \int_{R_{vi}}^{R_{ve}} r^2 \tan(\alpha_r + \phi_f) dr} \quad (\text{III.5})$$

Le couple étant déterminée par expérience avec et sans rouleaux, on obtient la contre

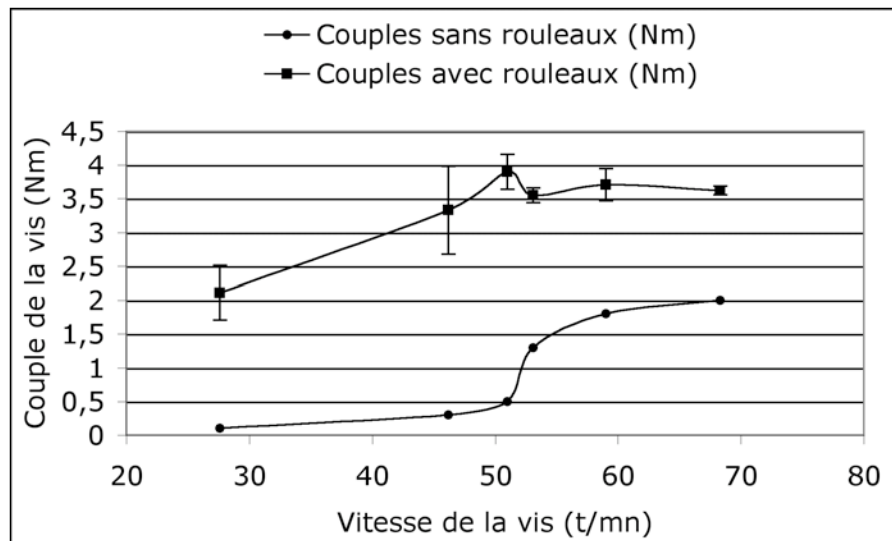


FIG. III.9: Couple de la vis d'alimentation obtenu par essais avec vis couplée et découplée aux rouleaux

pression en faisant la différence des deux contraintes comme dans l'expression ci-dessus.

$$\sigma_{a1} = \frac{T_1}{2\pi \int_{R_{vi}}^{R_{ve}} r^2 \tan(\alpha_r + \phi_f) dr}$$

$$\sigma_{a2} = \frac{T_2}{2\pi \int_{R_{vi}}^{R_{ve}} r^2 \tan(\alpha_r + \phi_f) dr}$$

$$\sigma_{cp} = \frac{T_2 - T_1}{2\pi \int_{R_{vi}}^{R_{ve}} r^2 \tan(\alpha_r + \phi_f) dr} = \frac{\Delta T}{K_s D^3}$$

La différence de couple ΔT varie de 1.62 à 3.4 Nm. Les valeurs maximales sont obtenues avec des vitesses de vis comprises entre 50 et 55 tours/mn. En se plaçant sur la droite de la figure III.7, ces vitesses de vis correspondent à des vitesses des rouleaux proches de 6 tours/mn. La contre pression des rouleaux σ_{cp} sera donc plus élevée pour les vitesses proches de la paire (6, 52). Il en sera de même pour la pression d'alimentation P_0 qui est obtenue à partir de la contre pression comme indiqué dans l'équation III.6.

$$P_0 = \sigma_a + \sigma_{cp}$$

Remarque

On a évoqué au chapitre 1 que la pression d'alimentation est directement liée à la pression maximale entre les rouleaux et que cette pression maximale permet de prédire la

qualité des compacts. Donc l'augmentation de la différence de couple pour les vitesses V_r et V_v proches de 6 tours/mn et 52 tours/mn va entraîner une augmentation de la pression entre les rouleaux et donc de la qualité des compacts. Ce résultat a pu être vérifié par des essais réalisés sur la masse volumique des plaquettes. En effet on a effectué des mesures sur la masse volumique des plaquettes à différentes vitesses correspondant aux points de la droite de la figure III.7. Des plaques ont été fabriquées pour différents couples de vitesses (selon figure III.7). Des compacts de même longueur ont été découpés dans les plaquettes. Leur masse volumique moyenne a été estimée à partir de la masse et des dimensions. La longueur, la largeur, l'épaisseur et le poids sont mesurés pour déterminer la masse volumique des compacts. Les résultats sont représentés sur le graphe III.10.

Les compacts formés à partir des vitesses (V_r , V_v) présentent des formes acceptables :

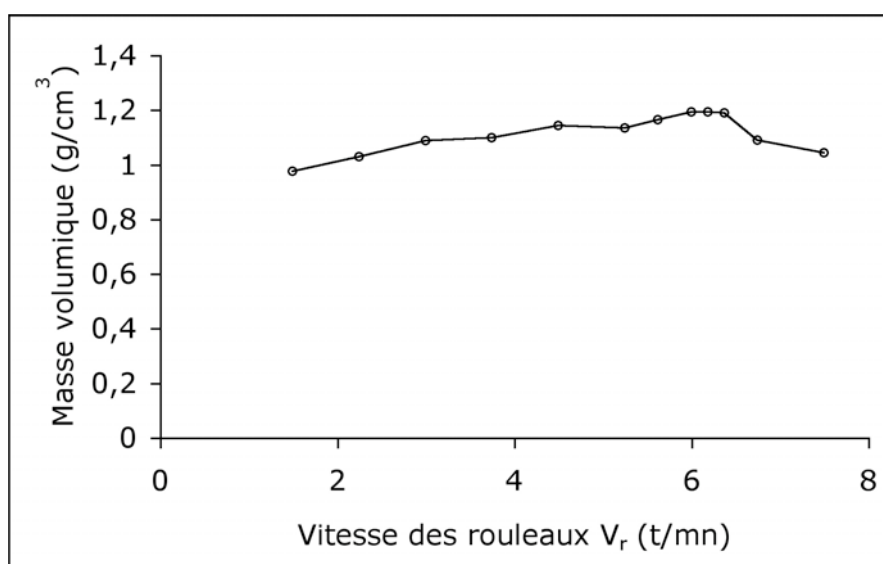


FIG. III.10: Masse volumique apparente des plaquettes

pas de cassures, pas de ruptures et les bords sont bien compactés. Les mesures sur la masse volumique ont été effectuées.

- L'augmentation des vitesses (selon la corrélation de la figure III.7) n'entraîne pas d'augmentation significative de la masse volumique des plaquettes. Le maximum est observé aux alentours de $V_r = 6$ tours/mn qui correspond à la paire (6, 52) tours/mn comme pour les couples mesurés.
- L'augmentation de la vitesse des rouleaux n'entraîne pas le même effet sur la masse volumique des compacts à partir d'une certaine valeur. Une légère diminution se produit pour les vitesses supérieures à 6,18 tours/mn due probablement au temps de contact entre les rouleaux et la plaquette. Ce résultat a été montré aussi par Bindhumadhavan et al. [7] en évaluant le maximum de la pression entre les rouleaux.

III.3. Pression d'alimentation

Nous avons calculé la pression d'alimentation pour chaque paire de vitesses (V_r , V_v) mais aussi pour différents coefficients de frottement à la paroi de la trémie μ_h qui varient de 0.29 à 0.35. Les pressions d'alimentation obtenues pour ces données sont mentionnées dans le tableau III.4. La pression d'alimentation varie de 0.03 MPa à 1 MPa. L'évolution de la

Tab. III.4: Pressions d'alimentation calculées pour différentes vitesses et des coefficients de frottement variables

$\mu_h \backslash (V_r, V_v)$	(3 , 27.6)	(5 , 46.2)	(5.4 , 51)	(5.7 , 53)	(6.5 , 59)	(7.5 , 68.3)
0.33	0.09	0.14	0.18	0.1	0.08	0.07
0.34	0.06	0.11	0.15	0.07	0.05	0.04
0.342	0.05	0.11	0.14	0.06	0.04	0.03
0.348	0.96	1	1	0.98	0.96	0.9
0.35	0.33	0.39	0.42	0.35	0.33	0.31
0.36	0.15	0.21	0.24	0.16	0.14	0.13

pression d'alimentation avec la vitesse de la vis V_v pour différentes valeurs du coefficient de frottement à la trémie, est représentée sur la figure III.11. On constate que toutes les valeurs de la pression d'alimentation sont dans l'intervalle (0.097 ; 1 MPa). Ces valeurs sont en accord avec les pressions proposées par Johanson [32] qui se trouvent dans l'intervalle (0.014 ; 1.4 MPa). De plus, pour un coefficient de frottement à la trémie donné, la pression d'alimentation est peu influencée par les vitesses (en gardant les même coefficient de travail). Les valeurs obtenues sur la pression d'alimentation ont été utilisées dans le modèle de Johanson pour calculer la distribution de la pression et de la force de compactage entre les rouleaux. Avec ce modèle, les valeurs maximales de la pression et de la force sont obtenues à l'angle neutre ($\theta = 0$ degré). Les courbes représentant les pressions maximales P_{max} obtenues à partir du modèle de Johanson en utilisant les pressions d'alimentation calculées suivent la même allure que la courbe de la masse volumique mesurée sur les plaquettes fabriquées (confer figure III.12). La pression maximale augmente légèrement quand les vitesses augmentent jusqu'à atteindre une certaine valeur avant de diminuer faiblement pour les vitesses élevées. Pour pouvoir comparer les résultats, on a effectué des essais dans le but de déterminer la force maximale entre les rouleaux. Au moment d'effectuer les essais pour déterminer les couples de la vis (vis couplée et découplée des rouleaux), nous avons enregistré les forces de compaction entre les rouleaux. Ces forces sont mesurées grâce aux capteurs placés sur le rouleau supérieur. Les forces maximales sont mesurées pour chaque paire de vitesses. Parallèlement, les pressions d'alimentation obtenues ont été introduites dans le modèle de Johanson afin de calculer les forces maxi-

III.3. Pression d'alimentation

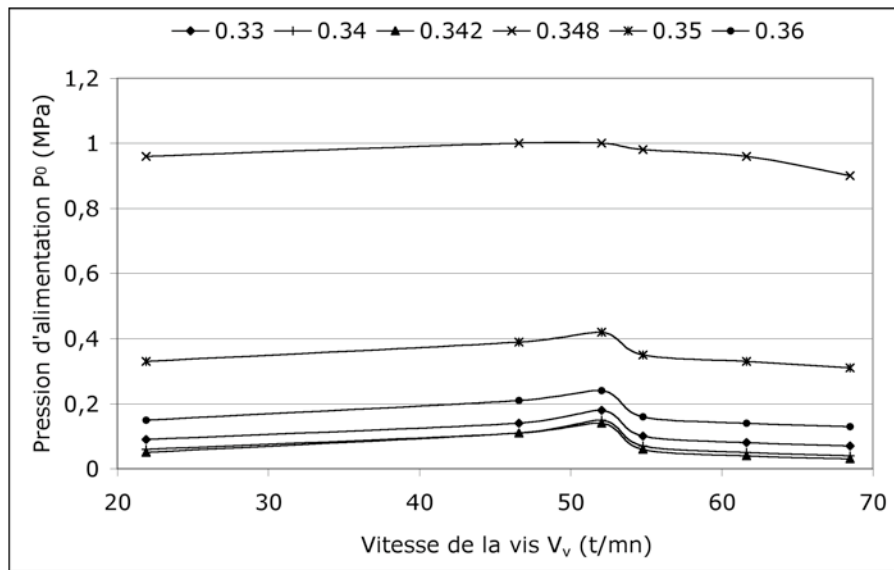


FIG. III.11: Pression d'alimentation en fonction de la vitesse de la vis pour différents coefficients de frottement à la paroi de la trémie

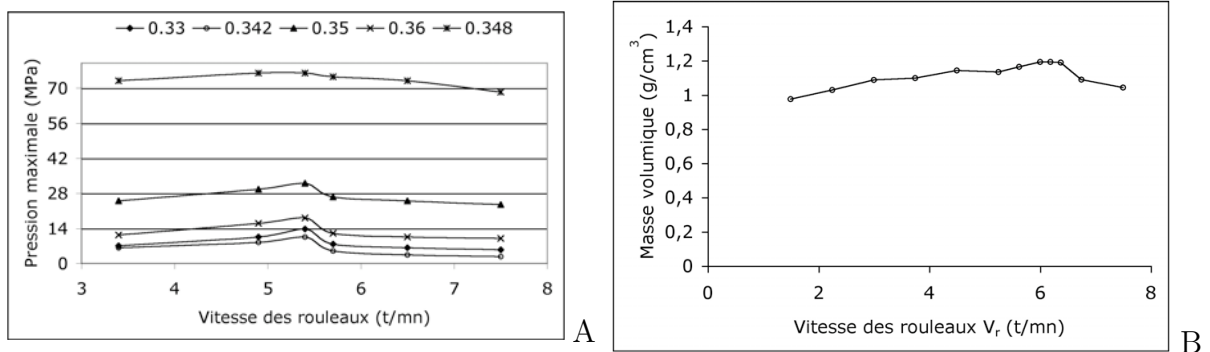


FIG. III.12: Graphe A : courbes de pressions maximales calculées à partir des pressions d'alimentations pour quatre coefficients de frottement. Graphe B : masse volumique des plaquettes mesurée en utilisant les mêmes conditions du graphe A

males correspondantes. La courbe de la figure III.13 avec des points carrés représente les forces calculées à partir du modèle de Johanson avec des conditions initiales P_0 obtenues à partir du modèle sur la vis. La courbe avec des cercles représente les valeurs mesurées. Ce graphe permet de voir que les valeurs de P_0 calculées à partir du modèle donnent des forces maximales qui se trouvent dans le même ordre de grandeur que celles obtenues par les essais dans l'intervalle.

La forte sensibilité du couple au coefficient de frottement à la paroi de la trémie est une condition difficile à maîtriser. L'hypothèse sur l'homogénéité de la pression dans la boîte de confinement est discutable.

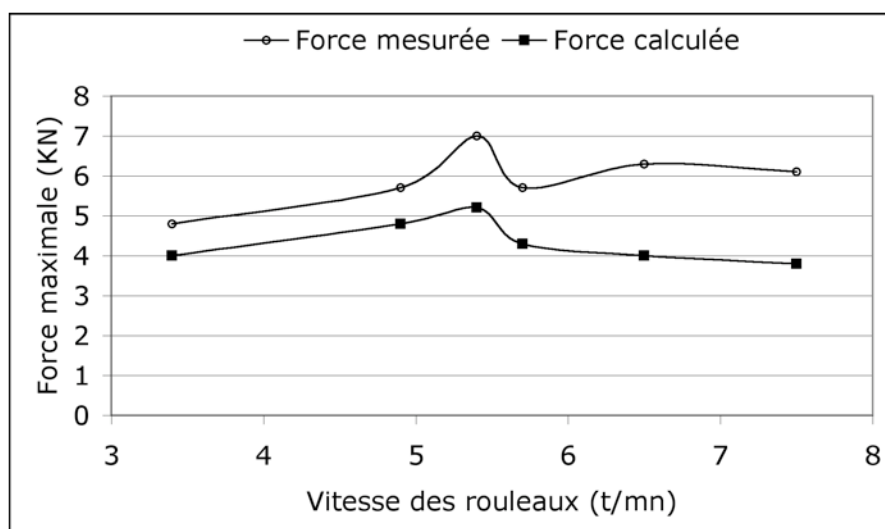


FIG. III.13: Forces maximales mesurées sur les capteurs et forces calculées à partir des pressions d'alimentation estimées avec un coefficient de frottement de 0.35

III.4 Étude de l'homogénéité des plaquettes

Cette section est indépendante de la section précédente sur l'étude de la modélisation du couple et de la pression d'alimentation par vis. Il s'agit de mettre en œuvre des techniques de mesures permettant d'analyser l'homogénéité des compacts produits.

Avec les méthodes décrites dans le chapitre 2 pour la caractérisation de l'hétérogénéité du compact, on a étudié la distribution de la densité dans la plaquette. Nous avons utilisé quatre méthodes différentes :

1. Étude de la transmission de la lumière à travers la plaquette (comme cela a été fait par Simon [51]). On a utilisé le banc "Elle type NM1I" avec une caméra KAISER, le dispositif est présenté au chapitre 2.
2. Étude de la topographie de la plaquette pour détecter les reliefs à la surface de la plaquette à l'aide de l'appareil "Altisurf".
3. Détermination de la densité par indentation Brinell.
4. Enfin analyse de la distribution de la densité par porosimètre à mercure.

III.4.1 Étude de la distribution par transmission de la lumière

Cet outil permet de mettre en évidence des zones sombres et claires à travers la plaquette. Ces zones caractérisent des régions denses et moins denses dans la plaquette. Pour réaliser les essais, des plaquettes sont produites à partir de la presse et découpées sur une longueur de 15 à 20 cm. La plaquette à analyser est déposée sur le banc KAISER

et à l'aide d'une caméra et ensuite des photos de la plaquette éclairée sont prises. Sur la figure III.14, est représentée l'image de la plaquette avec les zones éclairées. On remarque

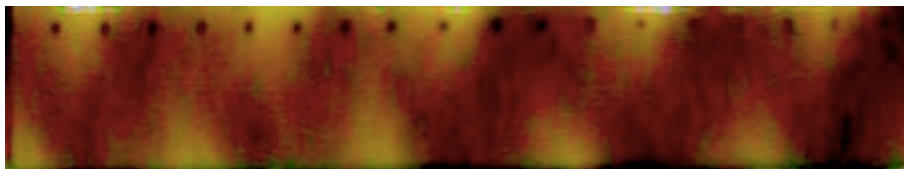


FIG. III.14: Image réalisée par transmission de la lumière. Plaquette fabriquée avec $V_r = 3$ tours/mn et $V_v = 27.6$ tours/mn

sur cette figure que les zones sombres font ressortir la forme de la vis comme dans les travaux de Simon. La période de la sinusoïde est de 2 cm environ ce qui correspond au pas de la vis. Les points matérialisés sur l'image sont distants de 1 cm. On a fait varier les vitesses de vis et rouleaux tout en conservant le même rapport de vitesse pour voir si la période change. Mais elle est restée constante quels que soient les couples de vitesses. Nous avons montré à partir des compacts soumis à l'éclairage lumière que l'effet de la vis est transporté sur les plaquettes avec une distribution hétérogène de la densité. Nous savons donc à présent que les plaquettes produites à partir de la presse ne sont pas homogènes. On a jugé nécessaire d'analyser cette hétérogénéité par d'autres moyens de mesure.

III.4.2 Analyse topographique de la surface de la plaquette

L'objectif de cette étude est de mettre en évidence les zones surélevées de la plaquette et d'analyser ces zones en termes de densité. L'idée vient du fait que ces zones sont surélevées par ce que :

- soit ces zones sont le siège d'une forte densité due à l'accumulation de la poudre qui pourrait augmenter le volume à ces endroits.
- soit la plaquette est localement moins dense et moins cohésive à ces endroits ce qui facilite le rebond élastique et donc des zones surélevées.

Au vu des premiers résultats préliminaires, les expériences sont réalisées sur d'autres plaquettes pour comprendre le sens de variation de la courbe de niveau de la surface. Nous avons utilisé des bandes plates en bois sur lesquelles les plaquettes sont collées à l'aide de scotch doubles faces. Cette préparation a été ajoutée car on a constaté que les plaquettes ne sont pas parfaitement planes quand elles sont déposées sur la platine. Les courbes de niveau obtenues non pas pu être reliées à la distribution de densité. La présence d'aspérités sur la surface des plaquettes montrent que les surfaces de ces dernières ne sont pas parfaitement lisses. Ces observations sont présentées sur la figure III.15.

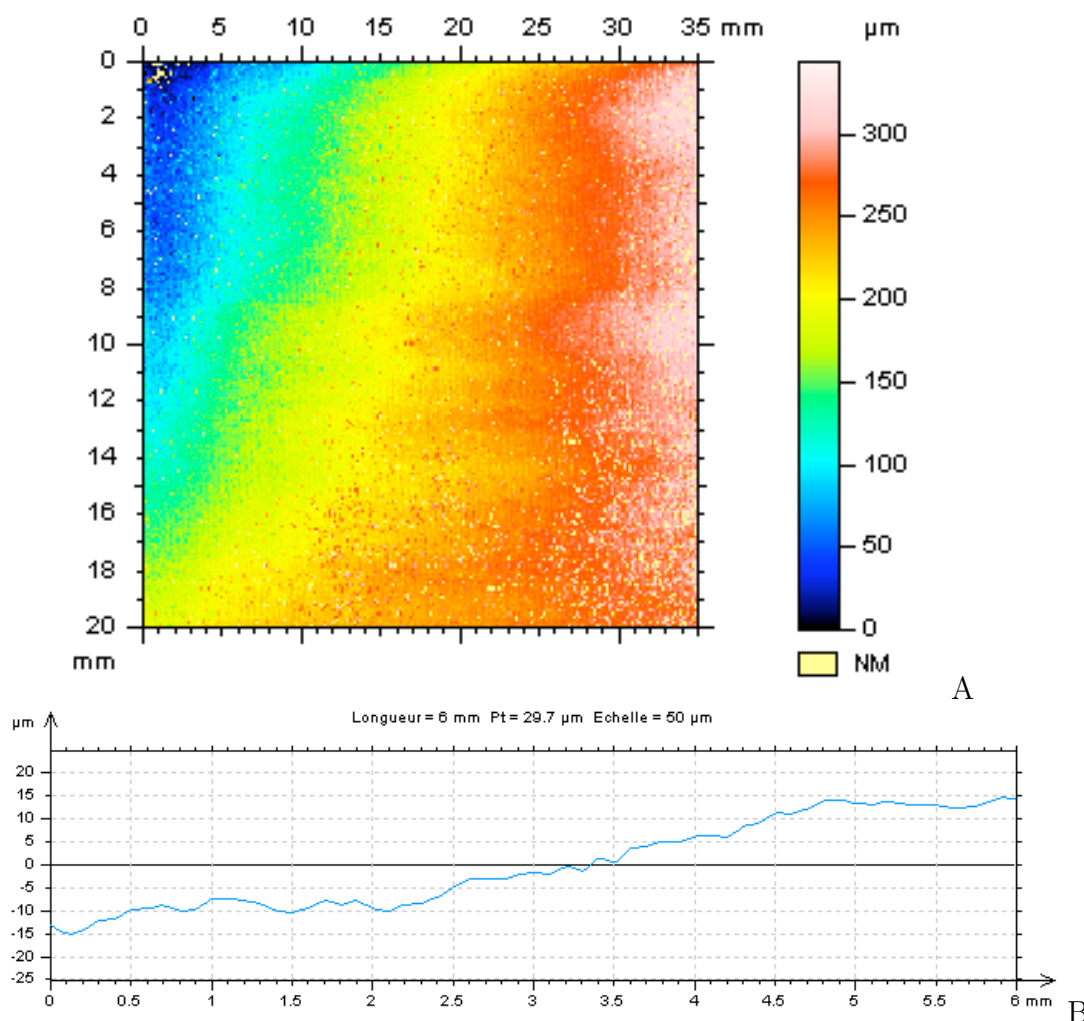


FIG. III.15: Niveau de surface et courbe de surface des plaquettes obtenus en utilisant l'Altisurf

III.4.3 Analyse par micro-indentation

La plaquette est découpée en plusieurs comprimés numérotés de façon à pouvoir reformer facilement la plaquette originale. Chaque comprimé subit un point d'indentation. La distance d'enfoncement dans le comprimé et la force de réaction seront mesurées. La dureté du comprimé qui est liée à sa densité est déterminée à partir du déplacement (distance d'enfoncement) et la force résultante (force de réaction).

La difficulté de cette technique est qu'il faut effectuer un découpage très rapproché avec plusieurs petits morceaux pour reconstituer la carte de la densité de la plaquette. En plus lors de l'indentation, le comprimé peut se casser sous l'effet de la force faussant ainsi la mesure.

En évitant ces problèmes, nous avons pu réaliser des essais et les résultats sont affichés

III.4. Étude de l'homogénéité des plaquettes

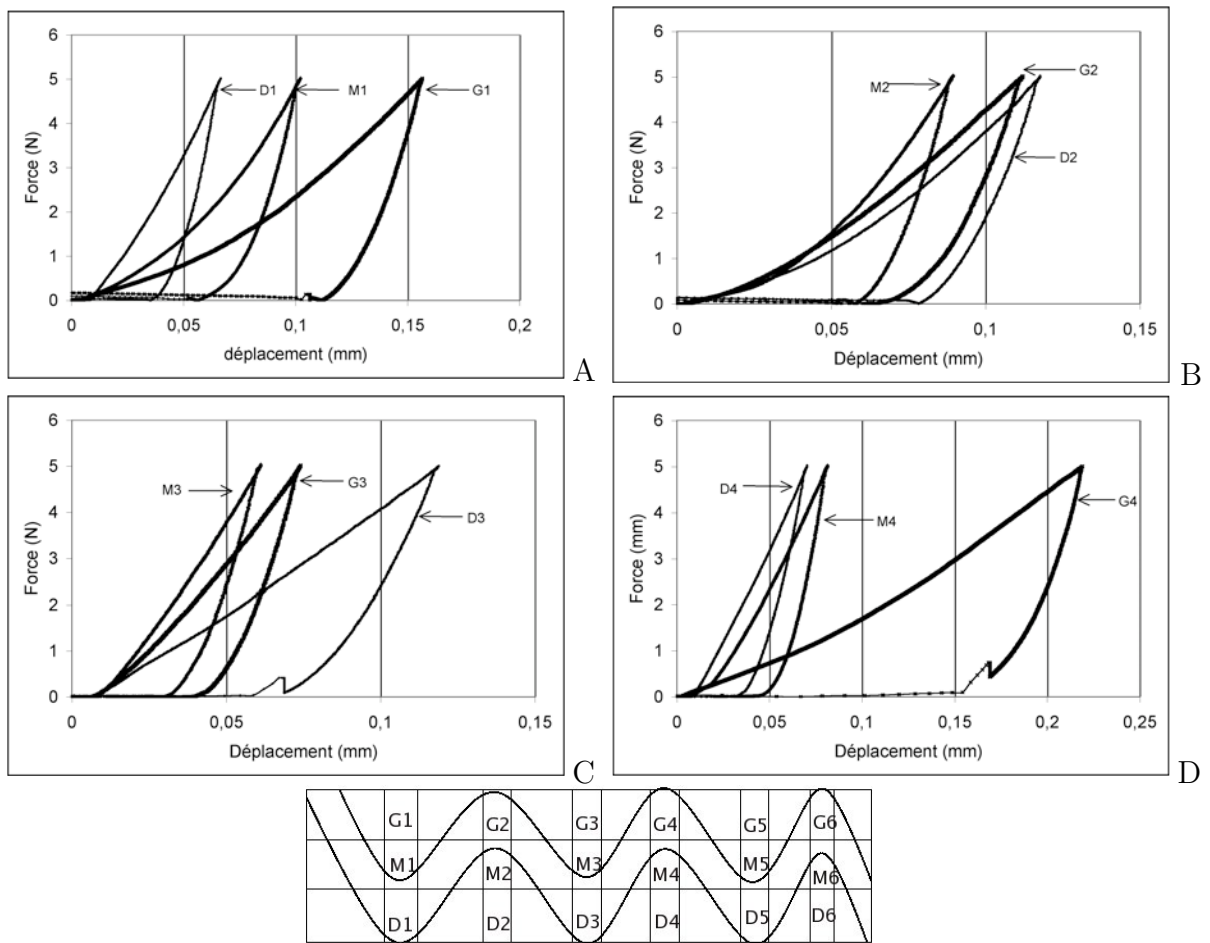


FIG. III.16: Résultats de la micro-indentation sur quatre positions (génératrices) différentes avec trois comprimés sur chaque génératrice

sur la figure III.16. Sur chaque graphe, nous avons présenté les forces obtenues à partir des comprimés découpés comme sur le schéma de la figure III.16. Les lettres "G, M et D" indiquent les positions des comprimés découpés dans la plaquette. L'objectif est de voir si la densité suit la sinusoïde de manière régulière comme sur la figure III.14. Sur la figure III.16 A, les résultats de l'indentation montrent que le point "D1" est plus dense que le point "G1". Le milieu "M1" est intermédiaire. Ces résultats sont en accord avec la période de la sinusoïde comme cela est indiqué sur le schéma de la figure III.16. Sur la figure III.16 B, les points "G2" et "D2" présentent des profils d'indentation similaires. Ceci n'est pas en accord avec la sinusoïde (voir schéma de la figure III.16).

Pour les deux autres graphes de la figure III.16, il n'y a pas de concordance entre les résultats et le profil de la sinusoïde.

En conclusion, il n'est pas possible de conclure, à partir de ces résultats, que l'indentation Brinell apporte une confirmation de la sinusoïde.

III.4.4 Mesure par porosimétrie à mercure

La mesure de la densité du compact par porosimétrie à mercure consiste à introduire un échantillon de compact dans une cuve. Le poids du compact est préalablement mesuré et le volume de la cuve est connu. Un système lié au dispositif permet de créer le vide dans le bocal. On injecte par faible quantité du mercure dans la cuve contenant l'échantillon. La pression est augmentée petit à petit jusqu'à ce que le mercure remplisse les pores du compact. À partir du volume de mercure injecté et le poids du compact, on détermine la densité de l'échantillon.

La démarche adoptée consiste à regarder d'abord la répartition de la densité de la plaquette par transmission de la lumière évoquée ci-dessus. Ensuite la sinusoïde qui représente la répartition de la densité est matérialisée avec un marqueur pour fixer la forme de la sinusoïde après l'expérience. La plaquette est ensuite découpée en petits comprimés (quatre dans la largeur et cinq en longueur). La forme de la découpe est représentée sur la figure III.17. Les comprimés sont placés dans des tubes qui sont référencés. Ces références permettent non seulement de distinguer les tubes les uns des autres mais aussi de reconstituer la plaquette en respectant la position des comprimés découpés. Les signes "+S" et "+C" veulent dire respectivement "plus sombre" et "plus claire" en référence à la sinusoïde. De même les lettres "S" et "C" signifient "sombre" et "claire". Les lettres "G, MG, MD et D", traduisent la position d'un comprimé sur la largeur de la plaquette à savoir "G=Gauche, MD=Milieu vers la Gauche, MD=Milieu vers la Droite et D=Droite" comme indiqué sur la figure III.17. Par exemple le tube marqué "D2+S" correspond à un comprimé plus sombre, découpé en deuxième position (série 2) sur l'extrémité droite de la plaquette. Avec ces notations, on retrouve plus facilement la position des comprimés après les analyses.

Sur la figure III.18, nous avons affiché le volume total introduit pour chaque comprimé

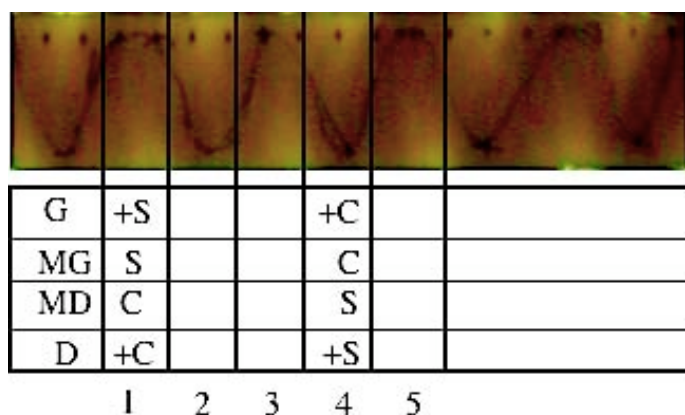


FIG. III.17: Schéma de découpe de petits comprimés dans la plaquette pour l'analyse de porosimétrie

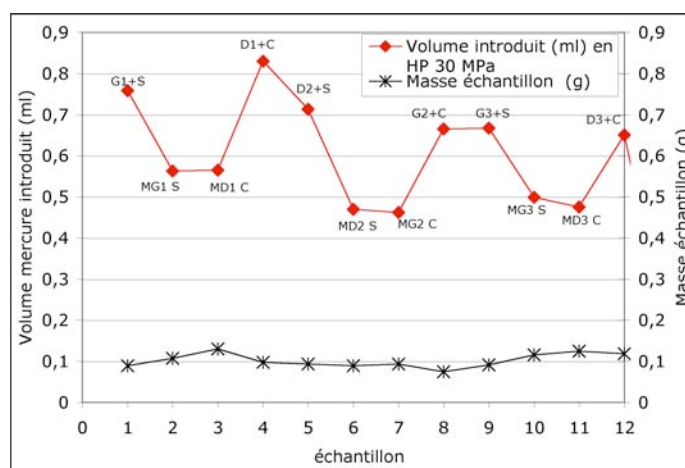


FIG. III.18: Volume total de mercure introduit dans chaque comprimé et masse des comprimés avant analyse (Avicel PH102).

découpé. Rappelons que si le volume introduit dans un comprimé est important, alors ce comprimé présente une porosité plus grande.

On constate sur la figure III.18 que l'intrusion de mercure est plus élevée pour les comprimés relevés sur les extrémités de la plaquette (Di ou Gi avec $i=1,2,3$). Ce qui signifie que le réseau poreux est plus important sur les côtés et que le milieu de la plaquette est plus dense. Pour reconstruire la périodicité observée par transmission de lumière, les comprimés marqués "plus sombres" (+S) devraient avoir un volume de mercure introduit plus faible que les autres. Les masses des échantillons ont été tracées pour voir si le problème n'est pas dû à une différence de masse. On a observé que les masses des échantillons suivent la même logique c'est-à-dire les côtés moins denses que le milieu de la plaquette (figure III.18). Ces résultats sont obtenus avec des essais réalisés à haute pression (HP). Il se peut donc que les comprimés aient subits une compression à cause de la pression élevée (30 MPa). On a donc regardé l'évolution du volume de mercure introduit en fonction de la pression. Les courbes sont représentées dans la figure III.19. La montée en pression est effectuée sur le poste de basse pression (poste BP) jusqu'à 0.1 MPa. Ensuite l'analyse se poursuit sur le poste de haute de pression (poste HP) avec des pressions plus importantes. On remarque sur la figure III.19 que la transition BP à HP ne se produit pas de manière régulière. Pour savoir si cet incident a des conséquences sur la mesure réelle de l'intrusion du mercure dans les comprimés, on a relevé le volume total de mercure introduit seulement en basse pression. Les valeurs de cette analyse sont représentées dans la figure III.20. Les résultats de cette étude montrent que le milieu de la plaquette est plus dense que les bords de celle-ci. La périodicité observée sur les plaquettes par diffusion de la lumière n'a pas pu être corrélée aux résultats obtenus par la porosimétrie à mercure.

III.4. Étude de l'homogénéité des plaquettes

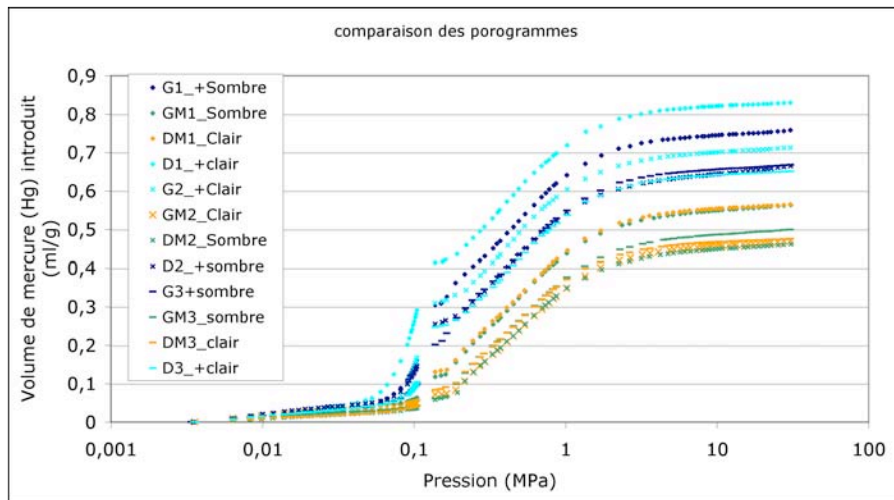


FIG. III.19: Courbes d'évolution du volume de mercure en fonction de la pression. Sur la légende, chaque symbole correspond à un comprimé et les expressions ayant le chiffre représentent les comprimés prélevés sur la même génératrice.

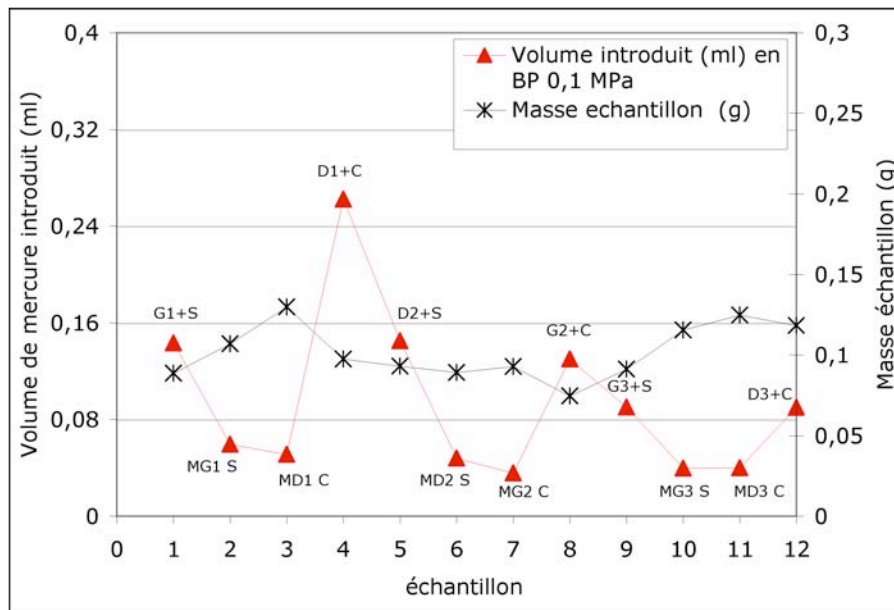


FIG. III.20: Volume total de mercure introduit dans chaque comprimé à basse pression et masse des comprimés avant analyse (Avicel PH102).

Conclusion

Dans ce chapitre, l'alimentation des rouleaux en poudre a été étudiée. L'efficacité de l'alimentation dépendant du transport de la poudre et ce transport est plus facile si la vidange de la trémie se fait sur toute l'ouverture de la trémie réduisant ainsi la surface de cisaillement poudre-poudre.

L'ordre de grandeur de la pression d'alimentation a pu être estimé en utilisant la modé-

lisation de la vis et les essais de compactage. Les pressions calculées sont en accord avec celles de la littérature. Les pressions et les débits d'alimentation calculés donnent une idée quant à l'utilisation des conditions aux limites appliquées pour la simulation numérique du procédé de compactage. Cependant la vis employée dans cette étude ne permet pas l'écoulement de la poudre sur toute l'ouverture de la trémie. Il est donc probable que les valeurs de ces grandeurs (pression et débit d'alimentation) soient réellement plus ou moins importantes que celles calculées à partir d'une vis simple.

À l'instar de Simon [51], on a montré par diffusion de la lumière dans la plaquette la présence de sinusöide représentant des zones sombres. La période de la sinusöide est identique à celle de la vis.

Par ailleurs, l'hétérogénéité des plaquettes due à l'alimentation par vis a été analysée par quatre techniques.

1. La technique optique a permis de mettre en exergue des zones sombres et des zones claires suivant une sinusöide de période identique à celle de la vis.
2. L'analyse de la topographie sans contact (Altisurf) nous a renseigné sur l'existence de reliefs, mais ces reliefs n'ont pas pu être corrélés à la sinusöide.
3. L'indentation de type Brinell a montré des résultats qui ne vont pas dans le sens de l'observation avec la technique 1.
4. L'analyse de la distribution de la densité par porosimétrie à mercure est très reproductible. Les résultats de trois séries donnent les mêmes tendances sans pour autant correspondre aux observations de la technique 1.

Il est difficile de conclure sur le lien entre la sinusöide observée et l'analyse de la distribution de la densité.

Chapitre IV

Modélisation 3D par éléments finis du compactage à rouleaux

Résumé

Ce chapitre concerne la modélisation numérique par éléments finis du compactage à rouleaux de poudres. Pour mettre en œuvre cette modélisation, le modèle de comportement élastoplastique de Drucker-Prager/Cap est utilisé. L'utilisation de ce modèle requiert des essais pour identifier les différents paramètres du modèle. L'identification des paramètres du modèle a été réalisée en utilisant une presse uniaxiale instrumentée avec une jauge de contrainte radiale et des essais de rupture diamétrale et uniaxiale. Une des propriétés importantes de la poudre qui intervient dans le processus de simulation est le frottement entre la poudre et les parois métalliques des rouleaux. Nous nous placerons dans le cadre de frottement de type Coulomb, le coefficient de frottement est identifié à partir d'essais de compression en matrice. Des travaux sur la friction poudre/matrice montrent une dépendance du frottement à la densité relative [44]. Dans le cas d'un frottement sec, le coefficient de frottement est relativement constant à partir de 50 % de densité relative. Le cadre de la modélisation sera présenté dans la deuxième section de ce chapitre. Le domaine de calcul à mailler et la description des éléments finis sont d'abord abordés. Puisqu'il s'agit de modélisation numérique éléments finis, il est nécessaire de définir la méthode d'intégration et les différentes approches liées à cette méthode. La simulation est conduite en utilisant le code de calcul éléments finis Abaqus explicite en analyse quasi-statique. Comme le calcul explicite est conditionnellement stable, le choix de l'incrément de temps sera étudié ainsi que le temps de calcul.

Sommaire

IV.1 Modèle de comportement	103
IV.1.1 Modèle de Drucker-Prager/Cap et paramètres	103
IV.1.2 Procédure d'identification des propriétés élastiques et des paramètres du modèle Drucker Prager / Cap	107
IV.2 Simulation du régime quasi-statique par ALE	111
IV.2.1 Équilibre quasi-statique	111
IV.2.2 Intégration temporelle	122
IV.2.3 Choix du "Mass scaling"	124

Introduction

Différentes études [27, 29] ont montré que les paramètres et propriétés les plus influant sur les qualités des compacts sont :

- la vitesse de la vis d'alimentation qui est liée au débit d'alimentation de la vis.
- la vitesse des rouleaux
- le frottement entre la poudre et la paroi des rouleaux

Les propriétés des compacts sont fortement dépendantes de ces variables. Pour progresser dans l'optimisation de ces paramètres et l'amélioration des propriétés des compacts comme la densité, la pression entre les rouleaux et l'homogénéité, des essais avec des rouleaux instrumentés et surtout des études par modélisation ont été réalisés. Certains des modèles utilisés pour les études par modélisation sont faciles à utiliser et leur emploi ne demande pas beaucoup d'essais sur la poudre. C'est le cas du modèle de Johanson qui est l'un des plus utilisés dans la littérature. Cependant, des écarts entre les résultats prévus par le modèle et les mesures des essais ont été observés. Cela est dû à l'utilisation d'un comportement simple de la poudre et aux fortes hypothèses considérées dans le modèle [54]. Pour une meilleure représentation du comportement de la poudre et les interactions des paramètres du procédé, la modélisation par la méthode des éléments finis a été utilisée. La mise en œuvre d'un travail de modélisation par éléments finis nécessite l'utilisation d'un modèle de comportement adapté pour décrire les mécanismes de déformation du matériau utilisé. Pour ce qui concerne les milieux granulaires, on trouve plusieurs modèles capables de décrire le comportement global du milieu. On peut citer par exemple les modèles de Drucker-Prager/Cap, de Cam-Clay, de Mohr-Coulomb, etc. Ces modèles sont de type élastoplastique (car le comportement des poudres présente des propriétés élastiques et plastiques) et sont souvent utilisés dans le cas de l'approche continue. Les

modèles précédemment cités ont été en général formulés pour étudier le comportement des matériaux granulaires et des sols. Le modèle de Drucker-Prager/Cap est désigné dans la littérature comme l'un des modèles qui rend compte le mieux le comportement des poudres [9, 21, 45, 55]. Dans le cadre de la modélisation par éléments finis du compactage à rouleaux, Dec [20] et Lecompte [35] ont mis à profit le modèle de Drucker-Prager. Cette modélisation leur a permis d'analyser la compaction de poudre par presse à rouleaux en deux dimensions. Ils ont utilisé un système d'alimentation constant en imposant à l'entrée une pression uniforme.

Comme dans d'autres travaux réalisés sur la compression des poudres (compression en matrice et compression à rouleaux) [26, 45, 53, 61], le modèle de Drucker-Prager/Cap sera utilisé dans cette étude pour rendre compte de ses possibilités à prédire les observations expérimentales.

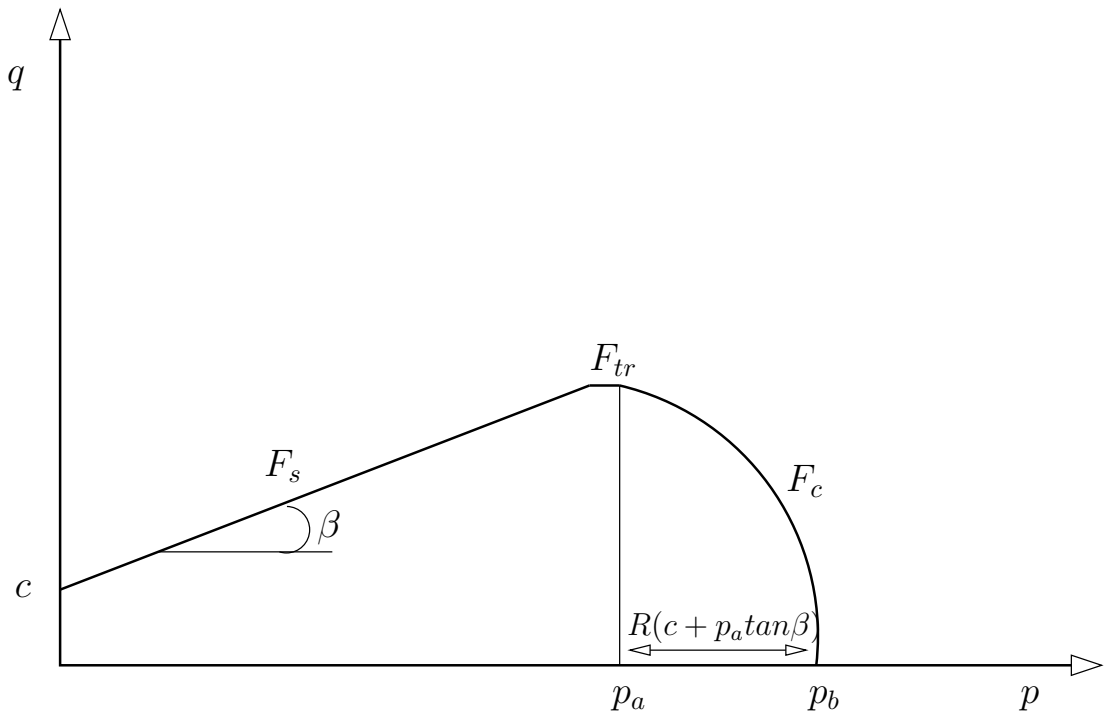
IV.1 Modèle de comportement de poudres et identification des paramètres

IV.1.1 Modèle de Drucker-Prager/Cap et paramètres

Le modèle de comportement de Drucker-Prager/Cap (Cap-Model) est un modèle élastoplastique de type Cap comme le modèle Cam-Clay. Il est basé sur le modèle de Drucker-Prager appliqué au comportement des sols auquel on a ajouté une fermeture (cap). L'ajout du cap fournit un mécanisme de durcissement inélastique pour tenir compte de la compaction plastique. Le modèle traduit la relation entre l'état de contrainte de la poudre et son état de déformation. C'est l'une des lois de comportement les plus utilisées pour décrire le comportement élastique et le comportement irréversible de la poudre lorsque celle-ci est soumise à un chargement. Le critère qui marque ce changement de comportement est le critère de plasticité (seuil entre les domaines de comportement élastique et plastique dans le plan des contraintes). Les fonctions qui définissent le critère de plasticité sont les fonctions de charge F_s , F_{tr} et F_c présentées sur la figure IV.1. Sur cette figure, les trois fonctions sont représentées dans le plan des contraintes isotropes p (pression hydrostatique) et des contraintes déviatoires q (contrainte équivalente de Von-Mises). Les contraintes p et q sont exprimées en fonction du tenseur de contrainte σ et du tenseur déviatoire associé $\tilde{\sigma} = \sigma - p I_d$ avec I_d l'identité par :

$$p = \frac{1}{3} \text{tr}(\sigma)$$

$$q = \sqrt{\frac{3}{2} \text{tr}(\tilde{\sigma} : \tilde{\sigma})}$$


 FIG. IV.1: Surfaces de charge du modèle de Drucker-Prager/Cap dans le plan (p, q)

Les variables c et β de la figure IV.1 sont la cohésion de la poudre et l'angle de frottement interne respectivement. Le paramètre R est l'excentricité de l'ellipse et il définit la forme du cap. Elle est calculée à partir des pressions P_a et P_b par

$$R = \frac{p_b - p_a}{c + p_a \tan \beta}$$

p_a , pression moyenne de transition [9], est un paramètre évolutif relié à la fonction de durcissement p_b . Cette dernière varie avec la déformation plastique volumique.

Le modèle se compose d'une droite de rupture F_s (ou surface de rupture), d'une surface elliptique F_c appelée Cap et d'une surface de transition F_{tr} pour raccorder les deux surfaces de manière régulière.

IV.1.1.1 Surface de charge

La surface définie par $F(p, q) = 0$ définit la surface de charge (enveloppe de F). $F(p, q)$ est une fonction convexe de p et q vérifiant $F(p, q) \leq 0$ [9, 33, 55]. Cette surface est décomposée en trois surfaces :

- ◆ la surface de rupture F_s représente l'état de contrainte critique. Elle représente la droite de rupture de Drucker-Prager qui est utilisée en mécanique des roches. En particulier la contrainte de rupture diamétrale et uniaxiale appartiennent à F_s .

- ◆ la surface du cap qui traduit l'état de densification de la poudre. La fonction de charge F_c est une portion d'ellipse qui intercepte la droite de rupture et l'axe isotrope. La position du Cap dépend de l'état de consolidation de la poudre et augmente avec la densité relative. Le Cap F_c représente la contrainte limite de compression sous différents niveaux de cisaillement. La contrainte maximale en compression en matrice appartient au Cap.
- ◆ la surface de transition définie par la fonction F_{tr} est présente pour raccorder les deux surfaces précédentes de manière régulière (lisse).

Les trois surfaces précitées sont définies par les équations suivantes :

$$F_s = q - p \tan \beta - c = 0 \quad (\text{IV.1})$$

$$F_c = \sqrt{(p - p_a)^2 + \left(\frac{Rq}{1 + \eta - \eta/\cos \beta}\right)^2} - R(c + p_a \tan \beta) = 0 \quad (\text{IV.2})$$

$$F_{tr} = \sqrt{(p - p_a)^2 + (q - (1 - \eta/\cos \beta)(c + p_a \tan \beta))^2} - \eta(c + p_a \tan \beta) = 0 \quad (\text{IV.3})$$

$$\text{Avec } p_a = \frac{P_b - Rc}{1 + R \tan \beta} \quad (\text{IV.4})$$

et η est le coefficient de raccordement rendant lisse la transition entre les surfaces F_s et F_c . L'état de contrainte de la poudre sous charge évolue et peut atteindre le seuil de plasticité entraînant une déformation du milieu. L'incrément de déformation plastique $d\epsilon^p$ est définie par ([9]) :

$$d\epsilon_{ij}^p = d\lambda \left(\frac{\partial G(p, q)}{\partial p}, \frac{\partial G(p, q)}{\partial q} \right)$$

$d\lambda$ est une grandeur scalaire positive, G le potentiel d'écoulement. L'incrément de déformation plastique est appelé aussi vecteur d'écoulement plastique.

IV.1.1.2 Loi d'écoulement

Comme on vient de le souligner la loi d'écoulement est définie par le potentiel d'écoulement. Le potentiel d'écoulement défini sur la surface du cap est noté G_c . Celle de la surface de rupture est G_s . On a :

$$G_s = \sqrt{((p_a - p) \tan \beta)^2 + \left(\frac{q}{1 + \eta - \eta/\cos \beta}\right)^2} \quad (\text{IV.5})$$

$$G_c = \sqrt{(p - p_a)^2 + \left(\frac{Rq}{1 + \eta - \eta/\cos \beta}\right)^2} - R(c + p_a \tan \beta) \quad (\text{IV.6})$$

On remarque que $G_c = F_c$. L'écoulement est supposé associé (ou normal) et le vecteur écoulement plastique est normal à la surface de charge. En revanche la loi d'écoulement est non associée sur la surface de transition et sur la surface de rupture. L'évolution de la déformation irréversible n'est pas normale à la surface de charge F_s . Ce comportement est typique de celui des poudres qui présentent une augmentation de volume sous l'effet du cisaillement (dilatance).

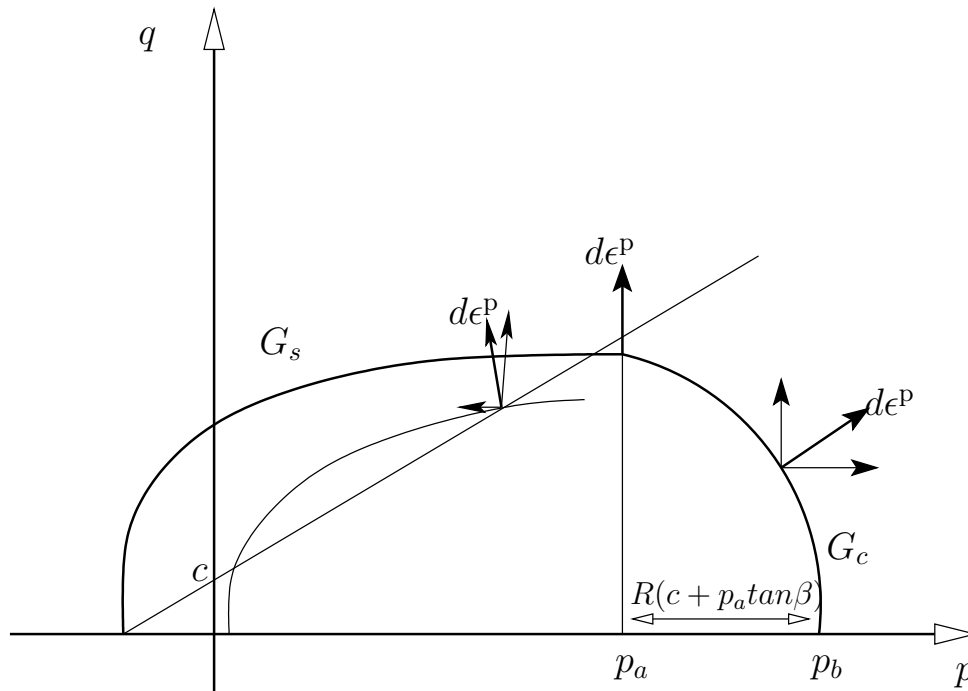


FIG. IV.2: Surfaces potentielles du modèle de Drucker-Prager/Cap dans le plan (p, q)

Remarque

Un chargement qui fait passer l'état de contrainte au-delà de la droite de rupture entraîne la rupture dans le lit de poudre. Par contre si l'état de contrainte dépasse le Cap, la poudre se densifie. À l'intérieur de la zone délimitée par la surface de charge, le comportement de la poudre est élastique. Autrement dit si $F(p, q) < 0$ alors on se trouve dans le domaine de comportement élastique. Par contre pour le cas $F(p, q) = 0$ on se situe sur la surface de charge et le comportement est irréversible. Les paramètres qui interviennent dans les différentes fonctions de charges et différents potentiels d'écoulements sont reliés à la poudre et sont à identifier.

IV.1.2 Procédure d'identification des propriétés élastiques et des paramètres du modèle Drucker Prager / Cap

Le modèle de Drucker-Prager/Cap est souvent utilisé pour étudier le comportement de poudres en compression [9, 20, 33, 35, 55]. Dans le chapitre II, les propriétés élastiques en fonction de la densité relative ont été caractérisées. Le frottement de type Coulomb a été aussi estimé à partir d'essais de compression en matrice. Il reste à identifier les propriétés de la surface de charge et de son évolution. C'est l'objet du paragraphe suivant.

IV.1.2.1 Identifications des paramètres du Cap modèle

L'identification des paramètres du modèle Drucker Prager/Cap est faite classiquement à partir d'essais triaxiaux (compression hydrostatique, compression triaxiale avec chargement proportionnel, ...) [22, 11]. Ces tests sont souvent complexes et sont adaptés pour les poudres métalliques ou céramiques. Pour les poudres pharmaceutiques, une autre procédure, moins complète que la première mais plus facile à mettre en œuvre est préconisée.

IV.1.2.2 Cohésion c et angle de frottement β

Pour la détermination de l'angle de frottement et la cohésion en fonction de la densité, des essais de rupture diamétrale et rupture uniaxiale sur des compacts obtenus par compression en matrice à différentes densités relatives ont été réalisés. Ces deux essais se traduisent par deux droites de rupture dans l'espace (p,q) . ces droites coupent la droite de Drucker Prager en deux points qui la détermine. La cohésion correspond alors à la contrainte équivalente pour une pression hydrostatique nulle et l'angle de frottement correspond à la pente de la droite (voir figure IV.3).

Essai de rupture en compression simple

L'état de contrainte d'un essai de rupture en compression simple sur un compact cylindrique est décrit par $\sigma_{11} = \sigma_{ru}$ et $\sigma_{ij} = 0$ pour $i, j > 1$. La pression hydrostatique p et la contrainte équivalente q sont reliées par :

$$p = \frac{\sigma_{ru}}{3} \quad \text{et} \quad q = \sigma_{ru} \quad \implies \quad q = 3p \quad (\text{IV.7})$$

σ_{ru} est la contrainte de rupture en compression simple.

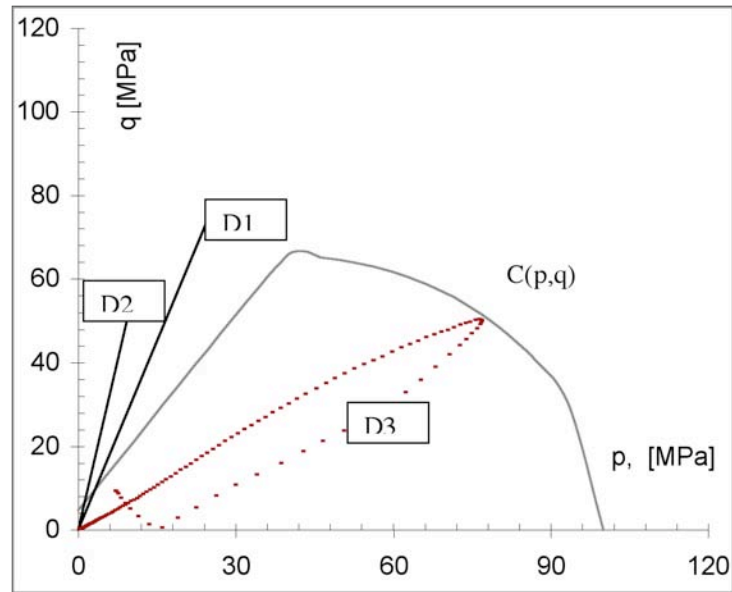


FIG. IV.3: Représentation des essais de rupture avec le modèle de Drucker-Prager/Cap dans le plan (p, q) . D1 : rupture diamétrale, D2 : rupture uniaxiale et D3 : compression en matrice

Essai de rupture diamétrale

Pour la rupture diamétrale d'un comprimé cylindrique, la pression et la contrainte équivalente sont reliées à la contrainte de rupture diamétrale σ_{rd} par :

$$p = \frac{2\sigma_{rd}}{3} \quad \text{et} \quad q = \sqrt{13}\sigma_{rd} \implies q = \frac{3}{2}\sqrt{13}p \quad (\text{IV.8})$$

Les essais de rupture uniaxiale et de rupture diamétrale définissent deux points A et B dans le plan (p, q) . Pour chaque densité relative, les points A et B sont calculés et la cohésion et l'angle de frottement évalués. Les résultats de la cohésion en fonction de la densité relative de poudre Avicel PH102 sont représentés sur les figures IV.4. Cependant les résultats de l'angle de frottement issus de cette méthodologie varient de 70° à 65° avec la densité relative. Ces valeurs semblent importantes si l'on se rappelle que l'angle de frottement pour la poudre à faible densité a été mesuré à l'aide d'une cellule annulaire et sa valeur est de l'ordre de 45° . Les angles obtenus sont similaires à ceux obtenus pour des poudres métalliques [55] et pour d'autres poudres pharmaceutiques [33]. Nous reviendrons sur cette mesure dans le paragraphe qui suit.

Fonction de durcissement P_b et excentricité R

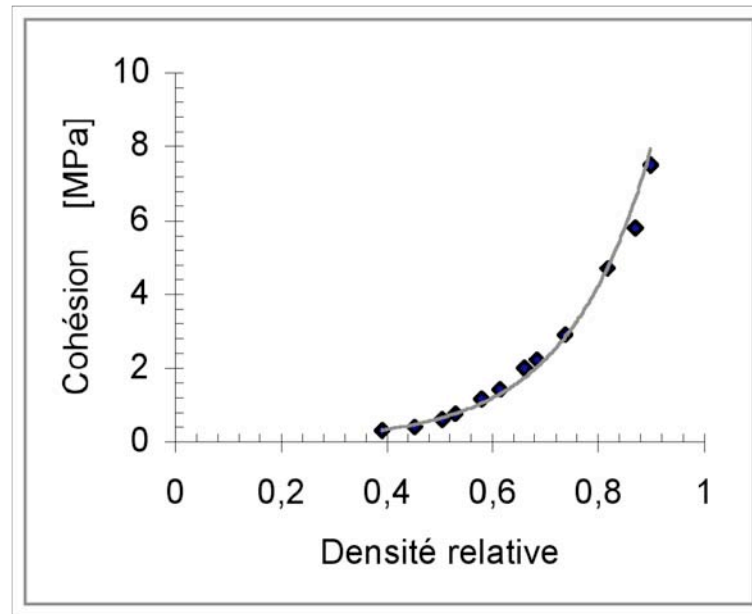


FIG. IV.4: Évolution de la cohésion en fonction de la densité relative

Les paramètres de la surface de charge P_b (fonction de durcissement) qui évoluent avec la déformation volumique irréversible et l'excentricité R du Cap qui évolue en fonction de la densité relative sont déterminés à partir des mesures en compression en matrice. La matrice étant équipée d'une jauge de déformation calibrée en contrainte permet de relier la pression axiale à la pression radiale.

Méthodologie d'identification de P_b et R

Des essais de compressions en matrice sur une masse de poudres de 0.35 g de poudres d'Avicel 102 ont été effectués à différentes densités relatives. Les pressions et déplacements axiaux ainsi que la pression radiale ont été enregistrés. Les grandeurs suivantes ont été calculées à partir de σ_z (pression axiale) et σ_r (pression radiale) :

- ◆ la déformation volumique irréversible :

$$\epsilon_{vol}^{ir} = \epsilon_z - \frac{\epsilon_z}{E} \quad (IV.9)$$

- ◆ la pression hydrostatique :

$$p = \frac{\sigma_z + 2\sigma_r}{3} \quad (IV.10)$$

- ◆ la contrainte équivalente :

$$q = \sigma_z - \sigma_r \quad (IV.11)$$

Pour chaque densité relative ρ_r le point $C(p,q)$ sur la surface du cap résultant de la compression en matrice intercepte le Cap. $C(p,q)$ vérifie l'équation de la surface F_c :

$$F_c = \sqrt{(p - p_a)^2 + \left(\frac{Rq}{1 + \eta - \eta/\cos\beta}\right)^2} - R(c + p_a \tan\beta) = 0$$

où le paramètre η définit un raccordement régulier des surfaces de charge F_s et F_c . Pour simplifier les calculs, nous avons pris $(1 + \eta - \eta/\cos\beta \approx 1)$. L'équation de la surface F_c devient :

$$F_c = (p - p_a)^2 + (Rq)^2 - R^2(c + p_a \tan\beta)^2 = 0 \quad (\text{IV.12})$$

Application de la loi d'écoulement normale en $C(p,q)$:

Le vecteur incrément de déformation irréversible $d\epsilon^{ir}$ est perpendiculaire à la surface F_c . Dans le plan (ϵ_p, ϵ_q) , on peut décomposer le vecteur incrément de déformation $d\epsilon^{ir}$ en une composante volumique $d\epsilon_{vol}$ et une composante déviatoire $d\epsilon_q$:

$$d\epsilon_{vol} = d\epsilon_z + 2d\epsilon_r \quad (\text{IV.13})$$

$$d\epsilon_q = \frac{2}{3}(d\epsilon_z - d\epsilon_r) \quad (\text{IV.14})$$

où $d\epsilon_r$ est l'incrément de déformation radiale et $d\epsilon_z$ est l'incrément de déformation axiale. En compression en matrice, la déformation radiale est négligeable devant la déformation axiale. D'où :

$$\frac{d\epsilon_q}{d\epsilon_p} = \frac{2}{3} \quad (\text{IV.15})$$

L'équation IV.15 montre que la pente de la normale à la surface du Cap au point $C(p,q)$ est égale à $\frac{2}{3}$. Par conséquent, la pente de la tangente au Cap au point C est égale à $-\frac{3}{2}$ soit :

$$\frac{dq}{dp} = -\frac{3}{2} = -\frac{p - p_a}{R^2q} \quad (\text{IV.16})$$

En combinant les équations IV.12 et IV.16, on obtient le polynôme suivant :

$$\left(\frac{2 \tan^2 \beta}{3q}\right) p_a^2 + \left(\frac{4c \tan \beta}{3q} + 1\right) p_a + \left(\frac{2c^2}{3q} - \frac{2}{3}q - p\right) = 0 \quad (\text{IV.17})$$

La résolution de l'équation IV.17 permet de déterminer le paramètre p_a . L'excentricité R est déduite de la relation IV.16 et par suite la fonction de durcissement p_b est calculée par la relation IV.12 en posant $q = 0$ et $p = p_b$. En général, la fonction de durcissement p_b et l'excentricité R augmentent avec la densité relative. Pour résoudre IV.17, l'évolution de l'angle de frottement β en fonction de la densité relative est nécessaire.

En utilisant l'angle de frottement et la cohésion obtenus précédemment (65° à 70°), p_a , p_b et R ont été calculés. Cependant, la superposition du trajet de chargement en compression en matrice et la surface de charge montre que le cycle charge décharge est à l'intérieur de la surface et que son maximum n'est pas sur le Cap (voir figure IV.7). C'est à partir de ce constat que l'on a modifié l'angle de frottement de manière à respecter la contrainte "le point maximum du cycle expérimental charge décharge appartient au Cap". Finalement, on obtient l'évolution de l'angle de frottement avec la densité relative qui est représentée dans la figure IV.5. Pour la fonction de durcissement et l'excentricité, les évolutions ob-

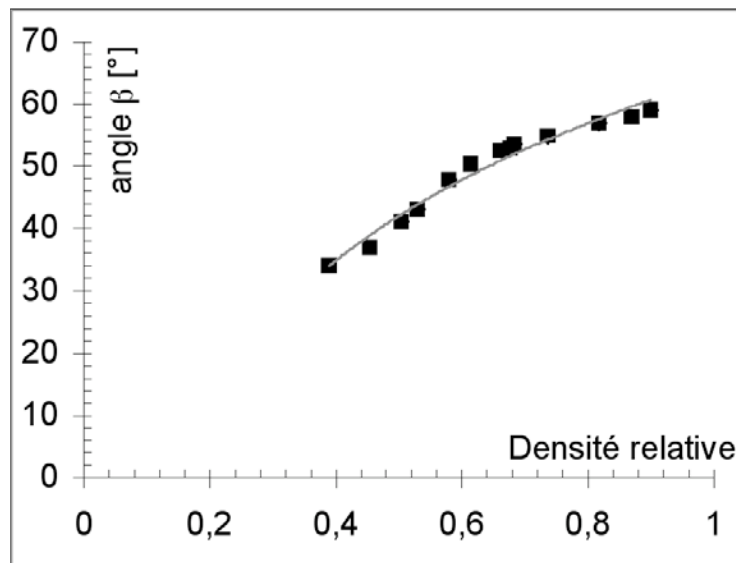


FIG. IV.5: Évolution de l'angle β en fonction de la densité relative

tenues sont représentées dans la figure IV.6. Ces évolutions ont été étendues aux faibles densités relatives par lissage.

Finalement, l'évolution de la surface de charge avec la densité relative est représentée dans la figure IV.7. Les courbes charge décharge résultantes de la compression en matrice sont tracées en pointillés.

IV.2 Simulation du régime quasi-statique par une méthode de type Euler Lagrange Arbitraire (ALE)

IV.2.1 Équilibre quasi-statique

Expérimentalement, après le démarrage de la presse à rouleaux où des mécanismes transitoires sont générés, le fonctionnement ultérieur correspond plutôt à un régime sta-

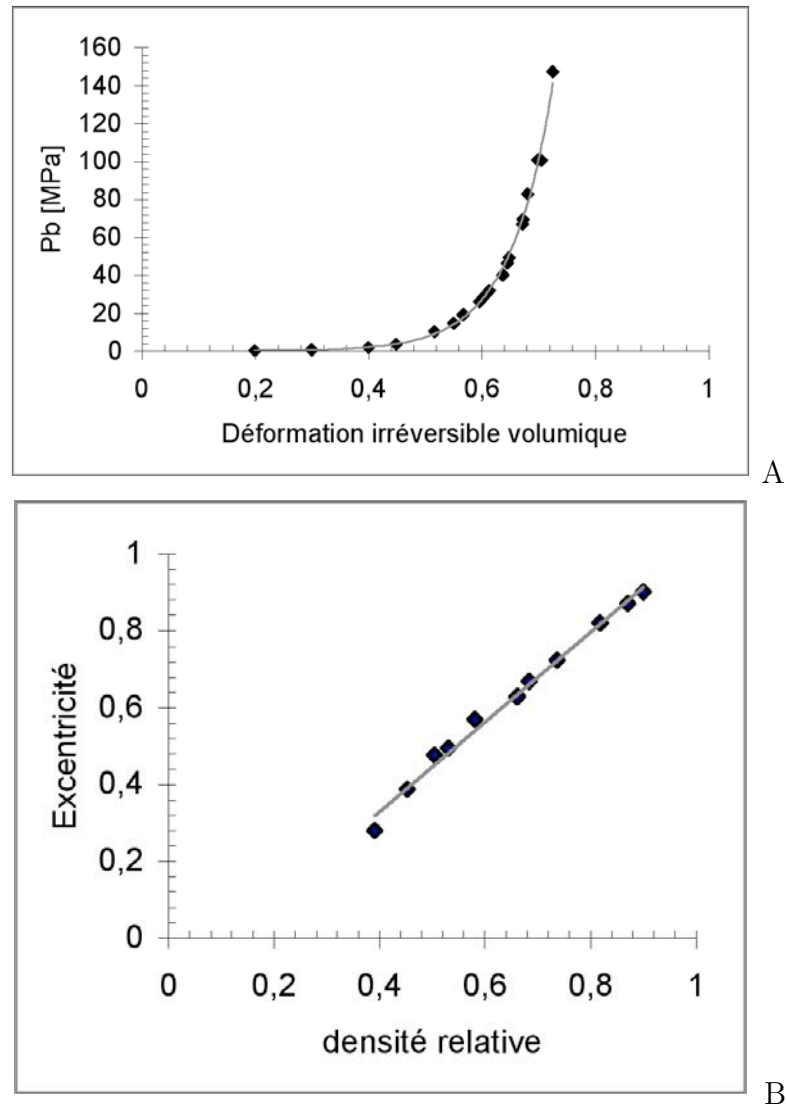


FIG. IV.6: Évolution de la fonction de durcissement en fonction de la déformation volumique et évolution de l'excentricité pour différentes densités relatives.

bilisé (régime permanent) puisque, sans modification des paramètres du procédé, le rendement de la presse est stable. À l'échelle locale dans la zone de compactage entre les rouleaux, le comportement de poudres est très peu dépendant de la vitesse de déformation et les accélérations peuvent être négligées. Par ailleurs, dans la zone de compactage (zone entre les rouleaux), les volumes élémentaires de poudres subissent un chargement progressif où les forces appliquées évoluent lentement de manière à considérer les effets dynamiques négligeables. Le paramètre "temps" considéré est un paramètre de chargement et non pas un temps réel. On peut alors considéré que, à chaque "instant" du procédé, le lit de poudre est en équilibre. C'est donc l'hypothèse de l'équilibre quasi statique qui semble représenter ce processus.

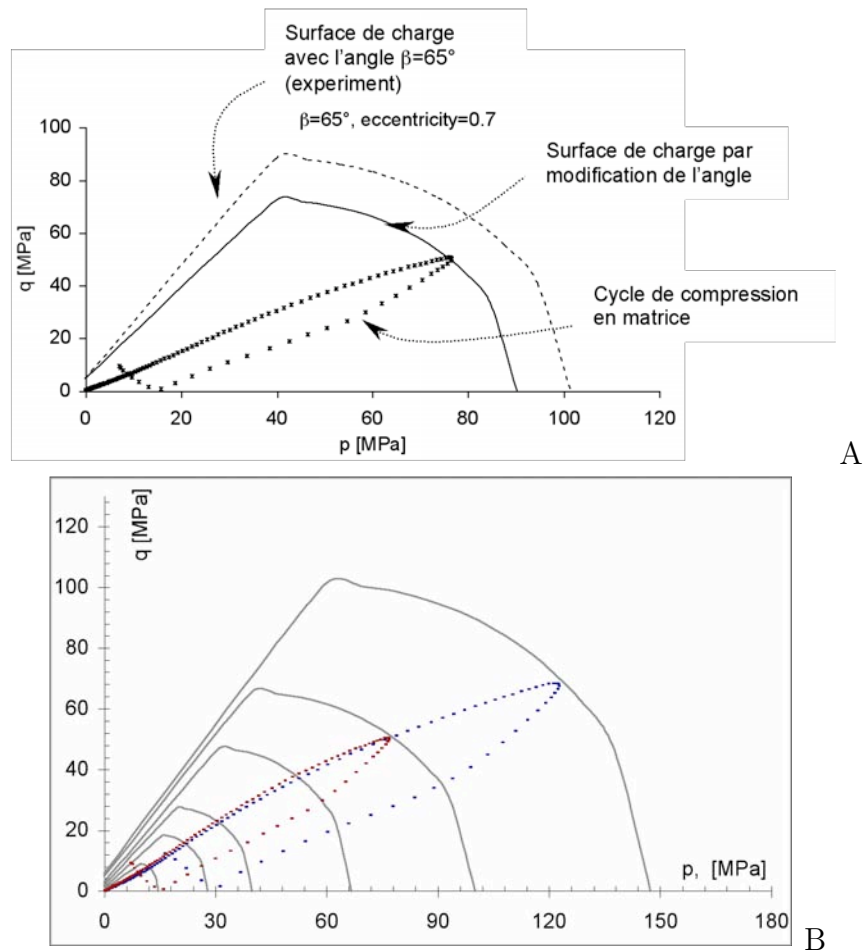


FIG. IV.7: Courbes de charges et décharge représentées dans le plan (p,q)

Dans ce travail de modélisation, nous avons donc choisi de s'intéresser au comportement quasi-statique de poudres pharmaceutiques durant le cycle de compactage à rouleaux. Le but étant d'analyser les capacités du modèle à prédire le comportement de la poudre dans le compactage à rouleaux.

IV.2.1.1 Équations intervenant dans l'équilibre quasi-statique

Dans le concept des modèles de type élastoplastique, l'incrément de déformation totale $\delta\epsilon = (\delta\epsilon_{ij})$ se décompose en un incrément de déformation élastique $\delta\epsilon_{el}$ et un incrément de déformation irréversible $\delta\epsilon_{ir}$:

$$\delta\epsilon = \delta\epsilon_{el} + \delta\epsilon_{ir} \quad (IV.18)$$

Le comportement élastique étant supposé linéaire et dépendant de l'état de densité actuelle ρ connue du milieu (discrétisation explicite des propriétés mécaniques) :

$$\delta\sigma = D(\rho)\delta\epsilon_{el} \quad (\text{IV.19})$$

où $D = D_{ijkl}^{el}$ est le tenseur d'élasticité défini par :

$$D_{ijkl}^{el} = \frac{E(\rho)}{1 + \nu(\rho)} \left[\frac{1}{2}(\delta_{ik}\delta_{jl} + \delta_{il}\delta_{jk}) + \frac{\nu(\rho)}{1 - 2\nu(\rho)}\delta_{ij}\delta_{kl} \right] \quad (\text{IV.20})$$

Le lit de poudre occupe un domaine Ω de frontière $\partial\Omega = \Gamma$. L'équilibre incrémental s'écrit :

$$\frac{\partial\delta\sigma_{ij}}{\partial x_j}(t) = 0 \quad (\text{IV.21})$$

où $\delta\sigma = (\delta\sigma_{ij})$ est l'incrément du tenseur des contraintes de Cauchy. L'incrément du vecteur de forces volumiques (gravité) étant négligé puisque l'alimentation des rouleaux en poudre se fait par une vis sans fin horizontale.

Comme la déformation d'un lit de poudre peut atteindre 80%, on se placera dans le cadre des grandes déformations. L'incrément de déformation ($\delta\epsilon_{ij}$) est alors relié aux incréments de déplacements (δu_i) par :

$$\delta\epsilon_{ij} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial\delta u_i}{\partial x_j} + \frac{\partial\delta u_j}{\partial x_i} + \frac{\partial\delta u_k}{\partial x_i} \frac{\partial\delta u_k}{\partial x_j} \right) \quad (\text{IV.22})$$

La non-linéarité du comportement du compactage de poudre réside dans l'incrément de déformation irréversible $\delta\epsilon_{ir}$. Cet incrément est décrit d'une part par la fonction de charge qui distingue le comportement élastique du comportement irréversible et d'autre part, par le critère d'écoulement qui donne la direction et le module de $\delta\epsilon_{ir}$.

Conservation de la masse

Dans le contexte d'une analyse par éléments finis de type Euler Lagrange Arbitraire (ALE) qui sera développée plus loin, il est important de conserver la masse du système lors d'éventuel remaillage adaptatif. L'équation de la conservation de la masse décrit l'évolution de la masse volumique en respectant la vitesse des particules v :

$$\frac{\partial\rho}{\partial t} + \frac{\partial}{\partial x_j}(\rho v_j) = 0 \quad (\text{IV.23})$$

Dans l'approche Euler Lagrange Arbitraire, la vitesse convective des particules est définie comme étant la vitesse des particules moins la vitesse du maillage relativement au repère de référence. Cette vitesse convective est utilisée dans la projection des variables d'un maillage adaptatif sur un autre. En particulier, cette notion de vitesse convective permet de conserver la masse globale du système pour assurer l'indépendance entre le remaillage automatique et les grandeurs physiques.

La connaissance de la masse volumique élément par éléments permet aussi de réactualiser les propriétés élastiques et la surface de charge.

Aux équations précédentes, s'ajoutent les équations du comportement mécanique de la poudre en compression (paragraphe IV.2.1.2). Les conditions aux limites, conditions de contact, de frottement et conditions initiales sont présentées ci-dessous dans le cadre de l'approche ALE.

IV.2.1.2 Généralités sur la méthode ALE

Nous emploierons pour la suite du travail le terme anglais ALE qui est l'abréviation de Arbitrary Lagrangian Eulérien. L'analyse ALE est souvent employée dans la simulation des procédés de mise en forme. Elle combine les avantages des formulations Lagrangienne et Eulérienne en introduisant un domaine dit de "référence" permettant de suivre l'évolution du domaine dans lequel s'écoule la matière [15].

Le formalisme lagrangien utilise un maillage lié à la matière. Chaque nœud du maillage reste collé à une particule matérielle au cours de l'analyse. Tout se passe comme si on est collé à une particule matériel donnée et on étudie l'évolution temporelle des propriétés de cette particule au cours de son évolution [38]. Cela facilite le suivi d'une frontière mobile car les nœuds de la frontière restent fixés sur celle-ci. Ce type d'analyse est souvent utilisé en mécanique des solides. Cependant une grande déformation du matériau cause d'importantes altérations au niveau du maillage (forte distorsion des éléments du maillage) conduisant à de mauvaises solutions ou à l'arrêt des calculs.

Le formalisme eulérien est généralement employé en mécanique des fluides et le maillage considéré est fixe. Cette formulation gère mal les problèmes à frontières mobiles dû au fait que les nœuds sont fixés alors que les bordures de la matière peuvent varier au cours du temps. Contrairement au cas lagrangien, l'analyse eulérienne permet d'éviter d'importants problèmes de distorsion dans les simulations où de grandes déformations du matériau peuvent se produire. Pour bénéficier des avantages de l'analyse lagrangienne et eulérienne, la formulation mixte ALE qui combine les deux méthodes a été adoptée.

La formulation ALE combine les dispositifs de l'analyse lagrangienne pure et de l'analyse

eulérienne pure. Elle est souvent utilisée dans les problèmes transitoires, les problèmes introduisant des vitesses élevées et de grandes déformations [41]. C'est une technique de maillage adaptative qui consiste à régulariser le maillage afin d'améliorer la qualité géométrique des mailles. Généralement le maillage adaptatif garde, malgré une large déformation matérielle, un maillage de bonne qualité en permettant aux mailles de se déplacer indépendamment du matériel. De plus le mouvement des mailles peut être choisi de façon arbitraire [41]. La topologie d'origine des mailles est conservée dans toute l'analyse ce qui permet d'éviter la destruction ou la création d'éléments. Sur la figure IV.8 sont présentés les problèmes liés à l'analyse eulérienne et lagrangienne ainsi que les avantages que procure la formulation ALE. D'après Buyuk [13], le domaine ALE peut être complètement lagrangien, complètement eulérien ou utilise une formulation mixte. En effet dans une formulation ALE, la vitesse de la particule \tilde{v} par rapport au système de référence ALE ou de calcul (système de référence ni fixe dans l'espace, ni attaché au corps) appelée aussi vitesse convective est définie par :

$$\tilde{v} = v - \hat{v} \quad (\text{IV.24})$$

v est la vitesse de la particule par rapport au système de référence spatial, \hat{v} représente la vitesse du maillage par rapport au système de référence spatial. Si $\hat{v} = 0$, on retrouve le cas eulérien et si $\hat{v} = v$, on est dans le cas lagrangien. Cependant au cours de la simulation, l'évolution des calculs ne s'effectue pas de façon alternée. La progression du calcul est présentée ci-dessous.

Étape numérique

Numériquement on peut diviser la formulation ALE en trois étapes [1, 30, 41, 58] :

- ◆ Une première étape correspondante à l'analyse lagrangienne où les mailles se déplacent avec la matière. L'avancement des vitesses est déterminé de façon explicite en utilisant les coordonnées des mailles. La position précédente des mailles est enregistrée pour garder la topologie initiale.
- ◆ La deuxième étape consiste aux calculs des forces et gradients de pression par itération implicite des équations d'équilibre et des équations d'état pour déterminer les nouvelles vitesses.
- ◆ Les variables qui décrivent l'état du matériau (contrainte, densité, énergie interne, ...) sont ensuite transférées de l'ancien maillage vers le maillage régularisé par convection.



A : Formulation eulérienne (non coïncidence des frontières)



B : Formulation lagrangienne (distorsions)



C : Formulation ALE

FIG. IV.8: Évolution du corps étudié par rapport au maillage [38]

L'actualisation des variables en passant de l'ancien maillage au nouveau conserve les variables par élément au sens de l'intégrale, ainsi la valeur de la solution reste inchangée suite au remaillage adaptatif.

L'utilisation d'un algorithme conservatif pour projeter la densité et l'énergie interne sur le nouveau maillage entraîne automatiquement une conservation de la masse et l'énergie pour le maillage adaptatif.

Pour projeter les variables sur le maillage adaptatif, deux méthodes sont préconisées : (i)

une méthode du second ordre basée sur les travaux de Van Leer [60] (méthode par défaut dans Abaqus) et (ii) une méthode du premier ordre. Cette dernière méthode a tendance à entraîner une diffusion numérique quand le remaillage est fréquent. Dans un incrément de maillage adaptatif, un nouveau maillage plus lisse est créé en balayant de façon itérative les mailles du domaine. Pendant chaque balayage, des noeuds sont relocalisés à partir des positions courantes des noeuds et éléments voisins pour réduire les distorsions. Si la fréquence ou le nombre de balayage du maillage est très petit, la déformation excessive des éléments peut mettre fin à l'analyse avant que les mailles ne soient repositionnées. Si malgré la distorsion le calcul continue, la solution recherchée sera généralement moins précise que celle qui pourrait être obtenue avec un maillage de meilleure qualité.

Définition de la géométrie et des conditions aux limites et initiales

L'approximation du régime quasi-statique par une méthode de type Euler Lagrange Arbitraire, utilise une approche par volume de contrôle dans lequel la poudre entre dans le domaine par une frontière Eulérienne et en sort par l'action du rouleau. Dans cette analyse, la géométrie utilisée pour la poudre est celle qui correspond à la forme de la solution en régime quasi-stationnaire. Le domaine Eulérien qui décrit la géométrie initiale est représenté dans la figure IV.9. Le domaine occupé par la poudre a une longueur de 34 mm, une largeur de 38 mm et une hauteur variable permettant la mise en contact avec le rouleau de rayon 50 mm. Ce domaine correspondra au maillage Eulérien fixe durant toute l'analyse.

Choix du type d'éléments finis et maillage

Le maillage du domaine est effectué en utilisant des éléments continus de huit nœuds avec

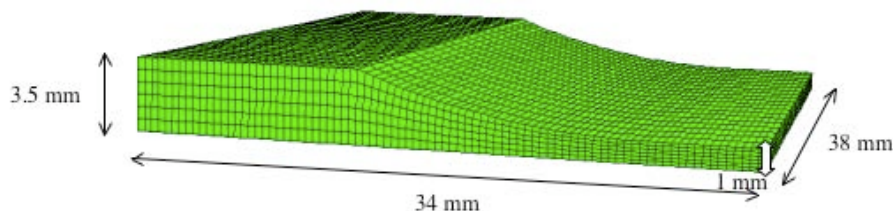


FIG. IV.9: Géométrie du lit de poudre

intégration réduite (C3D8R). Pour ce type d'élément le calcul des grandeurs se fait aux nœuds. La détermination de ces grandeurs aux points distincts des nœuds s'effectue par interpolation linéaire. Le domaine maillé comprend $85 \times 7 \times 38$ (22610) éléments répartis

de façon uniforme sur l'ensemble de la géométrie. Le rouleau est considéré comme un corps rigide et les dimensions sont exactement celles des rouleaux de la presse (diamètre de 100 mm avec 38 mm de largeur). C'est un solide indéformable dont le déplacement se fait en bloc. Le mouvement du rouleau est de ce fait ramené au mouvement d'un point appelé nœud de référence. Le choix de considérer les rouleaux comme un corps rigide permet de diminuer le temps de simulation car le comportement mécanique des rouleaux ne sera pas pris en compte. Toutes les grandeurs obtenues sur le rouleau sont relevées à ce point.

Définition de frontières pour les conditions aux limites

Après le maillage Eulérien, un autre maillage Lagrangien (maillage adaptatif) est défini pour le volume de poudre.

Sur le contour du domaine se superposent le maillage Eulérien et Lagrangien. C'est pour cela, il est important d'assurer une cohérence entre les deux maillages pour la définition des conditions aux limites sur de telles régions qui peuvent être de type Lagrangiennes ou Eulériennes.

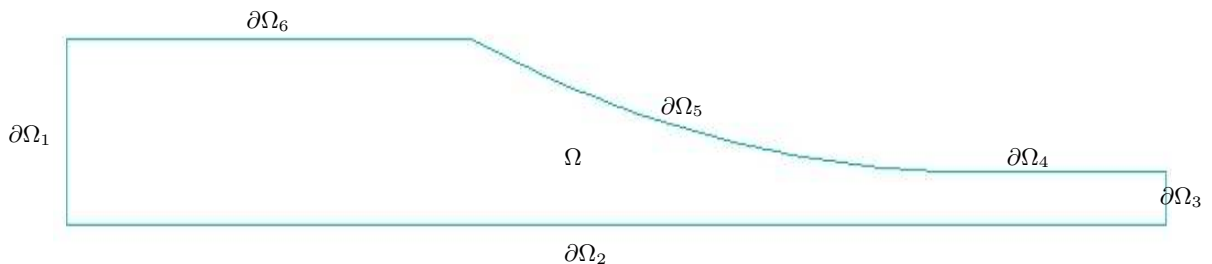


FIG. IV.10: les conditions aux limites appliquées sur la poudre

Plan de symétrie $y = 0$

Le compactage à rouleaux se fait à l'aide de deux rouleaux symétriquement disposés. Nous supposons que le comportement de la poudre est similaire vu par la poudre de chaque côté du rouleau. Suite à cette remarque, une condition de symétrie selon le plan $y = 0$ a été considérée. La condition de symétrie (plan $y = 0$) est définie par une condition aux limites de type Lagrangienne.

$$u_n = 0 \quad \text{sur} \quad \partial\Omega_2$$

Sur la surface libre (figure IV.10 aucune force n'est appliquée sur la poudre ce qui se traduit par

$$\sigma.n = 0 \quad \text{sur} \quad \partial\Omega_4 \cup \partial\Omega_6$$

Type de surface de contact entre la poudre et le rouleau

La surface de contact $\partial\Omega_5$ avec le rouleau est considérée comme une frontière Lagrangienne avec une condition de type glissement. Les mailles de cette région sont contraintes de se déplacer avec la poudre dans la direction normale au rouleau et sont libres de se déplacer dans le sens tangentiel.

Condition de contact et de frottement

Dans la version explicite du code de calcul Abaqus, le contact peut être modélisé, pour cette simulation, en utilisant un algorithme de contact sans pénalisation ou un algorithme de contact avec pénalisation.

La méthode de pénalisation est modélisée en considérant une variable de pénétration h_p . La pénétration h_p est définie par :

$$h_p = (X_A - X_B) > 0$$

Avec A un point du matériau déformable et X_A son abscisse. X_B est l'abscisse du point B qui est le projeté orthogonal de A sur le corps rigide. La force de contact en un instant t peut être déterminée à partir de la force de contact à l'instant précédent par l'expression :

$$F^t = F^{(t-\Delta t)} + k h_p^t$$

Où k est le coefficient de pénalisation.

La méthode sans pénalisation nécessite la définition de surface maître et surface esclave. Les nœuds de la surface esclave ne peuvent pas pénétrer la surface maître et les conditions aux limites sont appliquées sur ces nœuds. Avec un maillage grossier, de nombreuses pénétrations entre nœuds et surfaces sont fréquentes. Pour réduire ces pénétrations on raffine le maillage.

Type de surface à l'entrée de la poudre et à la sortie du compact

À l'entrée du domaine une frontière Eulérienne a été définie pour assurer un écoulement de poudre vers le domaine en considérant une condition de type pression imposée ou de

débit imposé. Compte tenu de la présence du maillage adaptatif, les mailles de la frontière à l'entrée du domaine doivent être fixées spatialement. L'application de ces contraintes normales et tangentielles aux mailles de la frontière Eulérienne assure à la poudre de transiter au travers comme un fluide. Le maillage adaptatif sur cette frontière veille sur la qualité du maillage. Cependant, la poudre qui s'écoule à travers cette frontière doit avoir les mêmes propriétés que le matériau dans le maillage adaptatif.

Les conditions sont appliquées à deux échelles : une échelle géométrique intégrant les conditions aux limites au niveau des interfaces du domaine. Et une échelle matière regroupant les conditions aux limites directement appliquées à la poudre.

IV.2.1.3 Conditions aux limites sur le maillage

Pour garder la géométrie du domaine présenté sur la figure IV.9 (maillage fixe), des contraintes sont imposées sur les déplacements des nœuds frontières du maillage. Ces contraintes empêchent les frontières de suivre les mouvements de la matière. Pour le rouleau, un déplacement nul est imposé à tous les degrés de liberté sauf sur le degré de liberté qui permet une rotation autour de l'axe z . Sur la presse de laboratoire, les rouleaux subissent deux mouvements : un mouvement de rotation autour de l'axe et un mouvement vertical ou horizontal pour moduler l'entrefer. Le fait d'imposer, dans le cas de la simulation, un déplacement vertical nul permet de maintenir fixe le rouleau et garder un entrefer constant pendant toute la durée de la simulation. Avec ces conditions imposées sur le rouleau, on élimine les variations de l'entrefer qui sont possibles expérimentalement. Cependant lors des essais, nous avons considéré une pression hydraulique élevée pour assurer un entrefer constant. Le choix d'éliminer l'apport de la pression hydraulique ne change pas grand-chose à la simulation du procédé. En effet, dans le chapitre bibliographique sous section I.5.1 on avait montré à travers les résultats de la littérature que l'influence de la pression hydraulique est moins importante que celle des vitesses.

IV.2.1.4 Conditions aux limites pour l'alimentation en poudre

Les conditions aux limites qui sont imposées au système ont été discutées au chapitre III. Il s'agit de la pression d'alimentation et du débit de la vis sans fin. Le débit d'alimentation massique Q_m a été défini à partir de la vitesse d'entrée de la poudre par la formule :

$$Q_m = V_p \rho S_{ec} \quad (\text{IV.25})$$

Dans cette équation, ρ est la masse volumique (densité apparente) et la variable V_p désigne la vitesse d'entrée de la poudre à travers la section $S_{ec} = \partial\Omega_1$.

L'ordre de grandeur de la condition aux limites de type pression imposée a été évalué à partir du modèle sur la vis combiné aux résultats des essais (chapitre III, section III.3). Ces conditions aux limites sont appliquées à l'entrée du maillage sur la frontière $\partial\Omega_1$ de la figure IV.10. La position de cette frontière est fixe et sa surface ne varie pas durant toute l'analyse. Cela est rendu possible grâce aux conditions aux limites appliquées sur le maillage. La matière passe ainsi à travers les mailles.

En prenant en compte les conditions aux limites imposées sur le maillage et la poudre, la frontière du lit de poudre $\partial\Omega$ a été divisée en cinq petites frontières comme indiqué sur le graphe IV.10. La sortie du compact se fait aussi à travers une frontière Eulérienne définie de manière identique que celle par où entre la poudre, à part qu'aucune contrainte tangentielle n'est appliquée sur les mailles. Ceci permet de simuler le gonflement éventuel du compact suite au retour élastique lorsque le compact n'est plus sous charge.

IV.2.1.5 Condition initiale

La condition initiale concerne l'état du domaine au début de la simulation. Les éléments du maillage sont supposés initialement non vides du fait de l'utilisation de l'analyse ALE. Une condition initiale sur la densité apparente est appliquée à tout le domaine de calcul. La densité apparente de l'Avicel PH102 est d'environ 0.27 g/cm^3 .

IV.2.2 Intégration temporelle

La modélisation numérique par éléments finis est basée sur l'intégration des équations qui décrivent le comportement d'un système. Ces équations n'ont pas en général de solution analytique et on a recours à la recherche d'une solution numérique approchée. La recherche de cette solution numérique approchée commence par une discrétisation des équations (transformation des variables continues en des variables discrètes) qui aboutit à des schémas numériques. Dans ces schémas, le calcul de la solution à un instant donné s'effectue en fonction de la solution à d'autres instants. La simplicité du calcul dépend de la façon dont le schéma a été formulé. On peut obtenir après discrétisation une formulation explicite ou implicite.

L'intégration explicite permet de déterminer la solution à un instant donnée en fonction des états précédents connus. On aboutit à un système explicite du calcul de l'approximation.

Dans le cas d'une formulation implicite l'état présent de la solution dépend non seulement des états précédents mais aussi de l'état actuel de la solution. Pour résoudre le problème

on utilise souvent un algorithme itératif pour approcher la solution.

Dans cette thèse, la simulation numérique du compactage à rouleaux sera abordée en utilisant l'intégration explicite pour les raisons évoquées ci-dessous.

IV.2.2.1 Intégration explicite

L'intégration explicite est plus adaptée aux problèmes de contact. La procédure de résolution se fait en utilisant la règle des différences finies (centrées ou décentrées) pour intégrer les équations du mouvement explicitement par rapport au temps. L'avantage est que, par cette méthode, on n'introduit pas la matrice de rigidité globale qu'on trouve dans la méthode implicite. Au début d'un incrément, le programme résout un problème d'équilibre dynamique, qui énonce que la matrice de masse nodale, M , multipliée par les accélérations nodales, \ddot{u} , égale les forces nodales totales (différence entre les forces extérieures appliquées, P , et les forces internes élémentaires, I) :

$$M\ddot{u} = P - I \quad (\text{IV.26})$$

Cette équation est obtenue après une discrétisation spatiale par la méthode des éléments finis. L'équation IV.26 donne au début de l'incrément courant t celle ci :

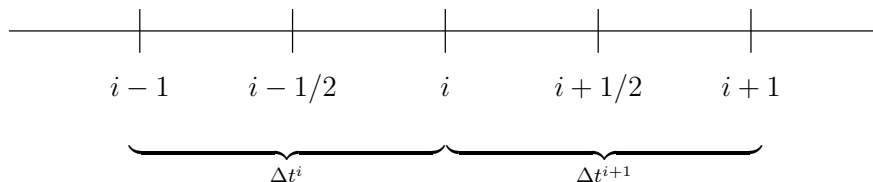
$$\ddot{u}|_{(t)} = (M)^{-1}\Delta(P - I)|_{(t)} \quad (\text{IV.27})$$

M représente la matrice de masse. Cette matrice de masse M est diagonale ou diagonale par bloc ce qui rend les calculs plus simples et la simulation moins coûteuse.

Avec la règle des différences centrées, on calcule les vitesses \dot{u} à partir des accélérations \ddot{u} par :

$$\dot{u}|_{(t+\frac{\Delta t}{2})} = \dot{u}|_{(t-\frac{\Delta t}{2})} + \frac{\Delta t|_{(t+\Delta t)} + \Delta t|_{(t)}}{2}\ddot{u}|_{(t)} \quad (\text{IV.28})$$

L'équation IV.28 est obtenue de la façon suivante :



Avec cette discrétisation, on obtient les équations suivantes :

$$\begin{aligned} \dot{u}|_{(t+\frac{\Delta t}{2})} &= \dot{u}|_t + \frac{\Delta t|_{(t+\Delta t)}}{2}\ddot{u}|_{(t)} \\ \dot{u}|_{(t-\frac{\Delta t}{2})} &= \dot{u}|_t - \frac{\Delta t|_t}{2}\ddot{u}|_{(t)} \end{aligned}$$

La différence membre à membre donne bien l'équation IV.28 :

$$\dot{u}|_{(t+\frac{\Delta t}{2})} = \dot{u}|_{(t-\frac{\Delta t}{2})} + \frac{\Delta t|_{(t+\Delta t)} + \Delta t|_{(t)}}{2} \ddot{u}|_{(t)}$$

Les vitesses sont intégrées par rapport au temps pour déterminer les déplacements.

$$\begin{aligned} u|_{(t+\Delta t)} &= u|_{t+\frac{\Delta t}{2}} + \frac{\Delta t|_{(t+\Delta t)}}{2} \dot{u}|_{t+\frac{\Delta t}{2}} \\ u|_{(t)} &= u|_{t+\frac{\Delta t}{2}} - \frac{\Delta t|_{(t+\Delta t)}}{2} \dot{u}|_{t+\frac{\Delta t}{2}} \end{aligned}$$

Puis, par différence, on obtient l'équation cherchée :

$$u|_{(t+\Delta t)} = u|_{(t)} + \Delta t|_{(t+\Delta t)} \dot{u}|_{(t+\frac{\Delta t}{2})} \quad (\text{IV.29})$$

On a finalement les deux équations pour calculer les déplacements.

Remarque : La procédure de départ doit être initialisée, c'est-à-dire qu'il faut que $\dot{u}_{0-\frac{1}{2}}$ soit déterminée.

IV.2.3 Choix du "Mass scaling"

Le calcul élément fini avec la méthode explicite est conditionnellement stable c'est-à-dire qu'il existe un seuil sur le pas de temps (ou incrément de temps) au delà duquel le résultat n'est pas garanti. Ce seuil est la limite de stabilité pour le modèle et est appelé incrément de temps stable. Il faut trouver la limite de stabilité pour assurer la convergence de la méthode. C'est une condition qui lie l'incrément de temps, au domaine de calcul et aux propriétés du matériau. Cet incrément de temps stable est déterminé à partir des incréments de temps élémentaires (pour chaque élément du maillage) et doit vérifier :

$$\Delta t \leq \min \left(\frac{L_e}{c_d} \right) \quad (\text{IV.30})$$

L_e représente la dimension caractéristique d'un élément du maillage, elle est calculée en prenant le minimum sur l'ensemble des dimensions des éléments du maillage. La variable c_d est la vitesse de propagation des ondes dans le milieu. Elle dépend des propriétés du matériau en l'occurrence de la densité ρ et du module de young E . La variable c_d est obtenue à partir de l'expression suivante :

$$c_d = \sqrt{\frac{E}{\rho}}$$

Et l'incrément de temps stable doit vérifier finalement l'équation IV.2.3

$$\Delta t \leq \min \left(L_e \sqrt{\frac{\rho}{E}} \right) \quad (\text{IV.31})$$

Cette condition sur le pas de temps fait que la durée d'un calcul peut prendre beaucoup de temps si le maillage est fin. Pour réduire ce temps on peut modifier artificiellement les propriétés du matériau particulièrement la densité sans pour autant altérer considérablement les résultats. C'est le concept de mise à l'échelle, de l'anglais "mass scaling". Dans la suite, nous emploierons l'expression "mass scaling". Il consiste à modifier la densité du matériau (en augmentant virtuellement la masse à certains endroits) en la multipliant par un facteur f ce qui réduit le nombre d'incrément de N_{br} à N_{br}/f [1] pour exécuter la même analyse, le temps de simulation est par conséquent divisé par f . En d'autres termes c'est un moyen d'accélérer les événements sans transformer l'état d'équilibre statique en état d'équilibre dynamique auquel cas les forces d'inertie deviennent dominantes. L'augmentation du facteur f diminue le temps de calcul mais entraîne des irrégularités sur les résultats. Nous avons effectué des simulations pour dix facteurs de "mass scaling" afin de se rendre compte des gains de temps possible. Les valeurs sont représentées dans le tableau IV.1.

Le gain de temps est quasiment nul à partir d'un facteur $f = 6000$ (la deuxième partie du

Tab. IV.1: Les temps CPU (Control Process Unit) pour dix facteurs mass scaling variants de 500 à 20000 : cas pression imposée P_0 et cas vitesse imposée V_p

	Facteurs mass scaling	Temps CPU (P_0)	Temps CPU (V_p)
1	500	53 mn	56 mn
2	1000	38 mn	41 mn
3	2000	28 mn	34 mn
4	4000	25 mn	28 mn
5	6000	24 mn	26 mn
6	8000	23 mn 30 s	25 mn 30 s
7	10000	23 mn	25 mn
8	14000	23 mn	24 mn
9	18000	23 mn	24 mn
10	20000	23 mn	24 mn

tableau). Puisque l'intérêt du mass scaling est de réduire le temps de simulation tout en gardant négligeable l'effet sur le comportement dynamique global du modèle, nous limiterons notre choix à la première partie du tableau. Ce choix dépendra de l'effet du facteur

f sur les résultats de la simulation. Pour ces résultats, il sera question essentiellement de l'influence de f sur les différentes énergies calculées au cours de la simulation. Un certain nombre de règles relatives aux énergies doivent être vérifiées pour garantir la stabilité numérique des résultats [6].

- ◆ La simulation étant faite en procédure quasi-statique, l'énergie cinétique E_C du matériau déformable ne doit pas, en règle générale, dépasser une certaine fraction de son énergie interne E_I à travers tout le système.
- ◆ Comme les vitesses sont relativement faibles, l'ordre de grandeur de l'énergie cinétique doit être petit et l'énergie visqueuse dissipée $E_{V_{D_i}}$ est normalement faible.
- ◆ L'énergie due aux travaux des forces appliquées E_W est sensiblement égale à l'énergie interne du système.
- ◆ Enfin les différentes énergies calculées au cours de la simulation ne doivent pas osciller de façon considérable.

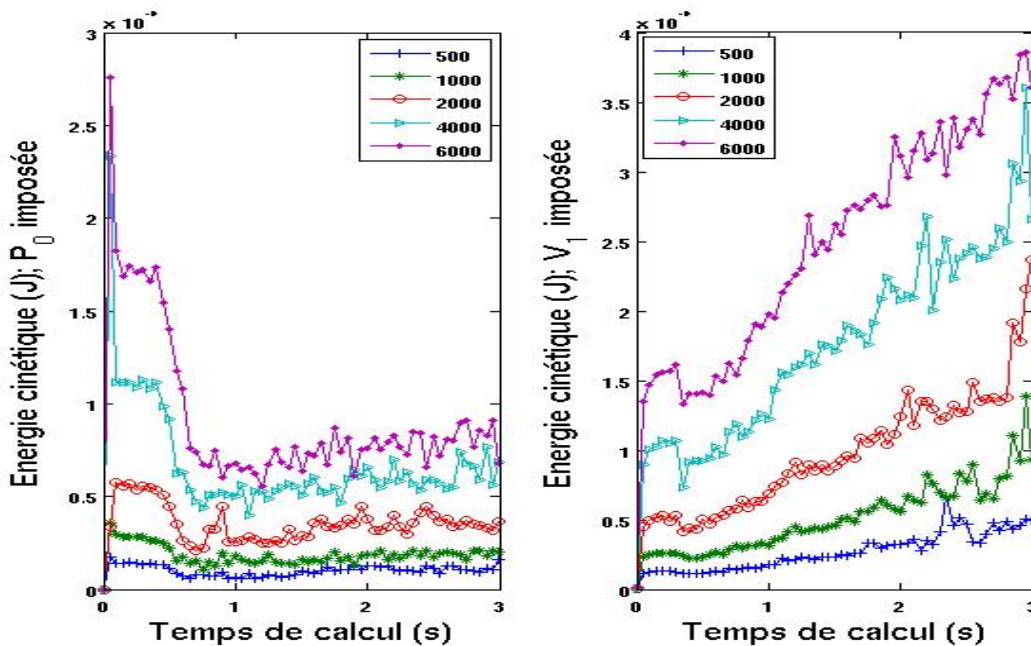


FIG. IV.11: Courbes de l'énergie cinétique pour différents facteurs de mass scaling : à pression imposée à gauche et à débit imposé à droite comme condition d'entrée

Sur la figure IV.11, sont représentées les courbes de l'énergie cinétique pour cinq facteurs de mass scaling pris dans la première partie du tableau IV.1. Ces courbes correspondent aux énergies calculées pendant toute la durée de la simulation. Les simulations sont effectuées pour les deux types de condition imposée à l'entrée des rouleaux : pression imposée et vitesse imposée. Le graphe IV.11 montre que l'énergie cinétique oscille moins pour

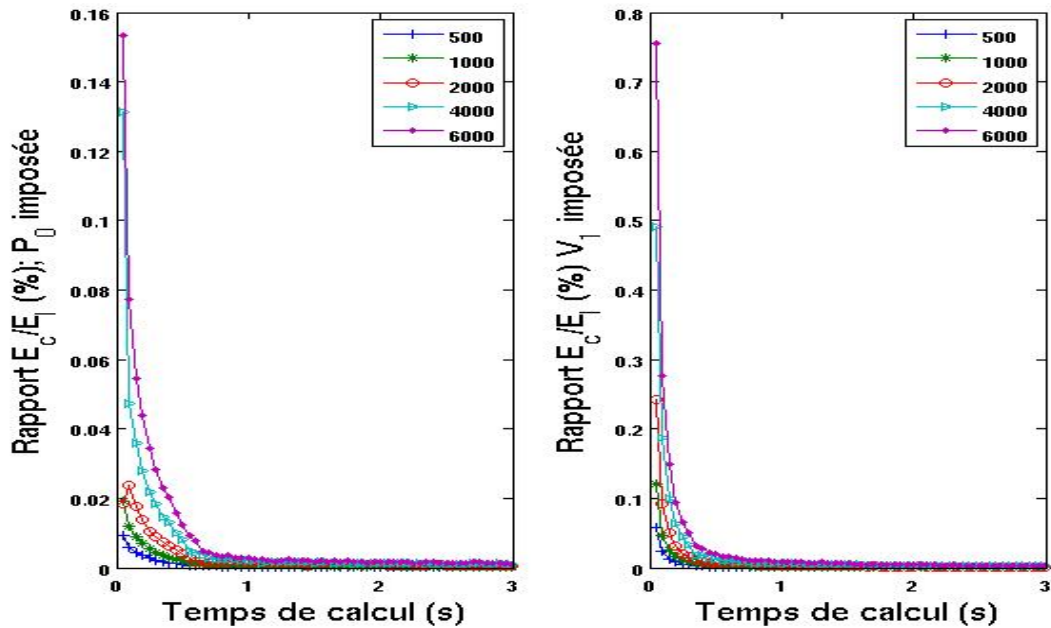


FIG. IV.12: Rapport de l'énergie cinétique sur l'énergie interne (en %) pour différents facteurs de mass scaling

$f = 500$ et $f = 1000$ et pour les facteurs de mass scaling de 2000, 4000 et 6000, l'énergie cinétique oscille beaucoup. Le caractère oscillant est accentué lorsque le facteur f augmente ce qui constitue une autre raison de limiter l'étude de l'influence du facteur de mass scaling à la première partie du tableau IV.1. Par ailleurs l'énergie cinétique est presque constante au cours du temps pour les deux premiers facteurs aussi bien à pression imposée qu'à vitesse imposée. Cependant elle varie beaucoup plus pour les autres allant du simple au double voire au triple.

L'explication de ce résultat est que pour les petites valeurs du facteur de mass scaling f , la vitesse reste relativement faible et de plus il n'y a pas d'introduction des effets dynamiques. Ce n'est pas le cas pour les grandes valeurs de f avec lesquelles les effets dynamiques sont ressentis dès les premiers instants de la simulation. D'après Benson et al [6] la transition de la déformation des particules en régime quasi-statique à la déformation des particules en régime dynamique fait introduire l'énergie micro-cinétique (vient des interactions entre les particules) qui n'est pas prise en compte dans le modèle que nous utilisons (modèle macroscopique).

Dans la continuité de l'étude l'influence du facteur mass scaling sur les résultats de la simulation, nous avons représenté sur la figure IV.12 le pourcentage du rapport de l'énergie cinétique par l'énergie interne. Le but est de voir si la première condition est vérifiée c'est-à-dire que l'énergie cinétique est petite devant l'énergie interne. D'après la figure

IV.12 le rapport de l'énergie cinétique par l'énergie interne est effectivement très faible pour les facteurs de 500 et 1000 avec moins de 0.02 % à pression imposée et moins de 0.15 % à vitesse imposée. Il apparaît clair que le choix sera fait sur ces deux facteurs de mass scaling ($f = 500$ et $f = 1000$) pour la suite des calculs. Pour ces deux facteurs, des comparaisons supplémentaires seront faites afin de choisir un facteur adéquat.

L'un des critères que nous voulons vérifier sur les énergies est la comparaison de l'énergie interne à celle qui est due aux travaux des forces appliquées. La figure IV.13 retrace les deux énergies pour $f = 500$ et $f = 1000$ à pression et débit imposés (on rappelle la condition d'entrée débit imposée est équivalente à celle pression imposée). Sur chaque graphe de la figure IV.13, on a représenté quatre courbes : deux courbes pour l'énergie interne avec $f = 500$ et $f = 1000$ et deux courbes pour l'énergie due aux travaux des forces appliquées ($f = 500$ et $f = 1000$). Deux faits sont à remarquer :

1. Les énergies internes pour $f = 500$ et $f = 1000$ sont identiques aussi bien à pression imposée qu'à débit imposé. Il en est de même pour les énergies dues aux forces appliquées.
2. Il en ressort aussi de cette même figure que l'énergie interne est sensiblement égale à celle des forces appliquées.

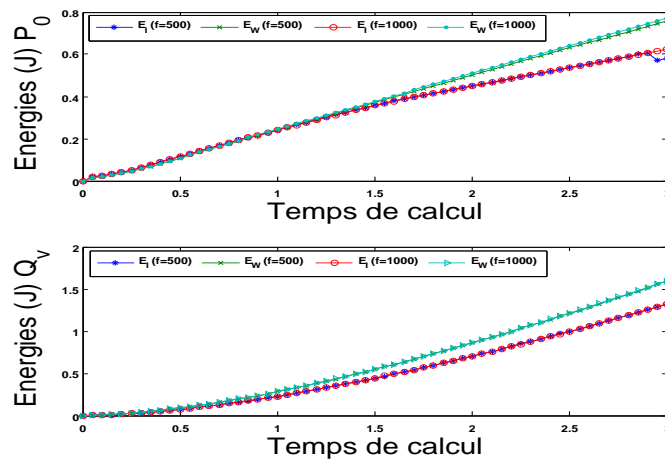


FIG. IV.13: Comparaison des énergies internes et énergies des travaux des forces appliquées pour $f = 500$ et 1000

Cette tendance sur l'égalité des résultats à $f = 500$ et $f = 1000$ se confirme sur les graphes de la figure IV.14. Sur cette figure sont affichées pour chacun des quatre graphes les courbes correspondant à l'énergie visqueuse dissipée E_{VDi} , à l'énergie de frottement dissipée E_{FDi} , à l'énergie plastique dissipée E_{PDi} , à l'énergie de déformation E_{DeP} et à l'énergie totale E_T . Les courbes sont presque identiques à pression imposée et cela est vérifié aussi à débit imposé. Pour tous les graphes, les différentes énergies ne présentent pas de fortes oscillations. L'énergie visqueuse dissipée E_{VDi} et l'énergie de déformation E_{DeP} sont quasiment nulles durant toute la durée de la simulation. L'énergie de frottement dissipée E_{FDi} n'est pas nulle mais elle est négligeable devant l'énergie plastique dissipée. L'énergie totale E_T est calculée à partir des autres énergies par la formule

$$E_T = E_I + E_C + E_{FDi} + E_{VDi} - E_W$$

Elle n'est pas constante mais varie faiblement et est proche de zéro avec des valeurs de -0.25 à débit imposé et -0.1 à pression imposée. Ces remarques prouvent que les deux facteurs de mass scaling ($f = 500$ et $f = 1000$) n'ont pas affecté de façon négative les résultats. En conclusion le choix est porté sur le facteur de mass scaling $f = 1000$ puisque d'après le tableau IV.1 on gagne quelques minutes en simulation. Ces quelques minutes sont importantes car il faut le dire ces comparaisons sont effectuées en 2D pour être appliqué par la suite dans le cas 3D. Cette différence de temps pourrait augmenter considérablement pour la simulation 3D.

Conclusion

Dans ce chapitre, le modèle de Drucker-Prager/Cap pour le comportement de poudre en compactage à rouleaux a été considéré et ses paramètres ont été identifiés pour la cellulose microcristalline. Le régime quasi-stationnaire du compactage à rouleaux a été analysé en 3D par éléments finis à l'aide de la méthode Euler-Lagrange Arbitraire (ALE) implémentée dans le code commercial Abaqus.

Le modèle de Drucker-Prager/Cap permet de suivre la variation des propriétés mécaniques de la poudre en fonction de la densité relative. Les mécanismes de densification sont pris en compte dans le modèle. La procédure d'identification des paramètres est réalisée à partir d'essais expérimentaux.

Le frottement de coulomb a été considéré dans le comportement de l'interface poudre-rouleau. Le coefficient de frottement a été identifié à partir d'essais de compression en matrice et sa valeur est relativement constante sur un grand intervalle de densité relative. L'analyse ALE utilisée pour cette méthode explicite a l'avantage de combiner les formu-

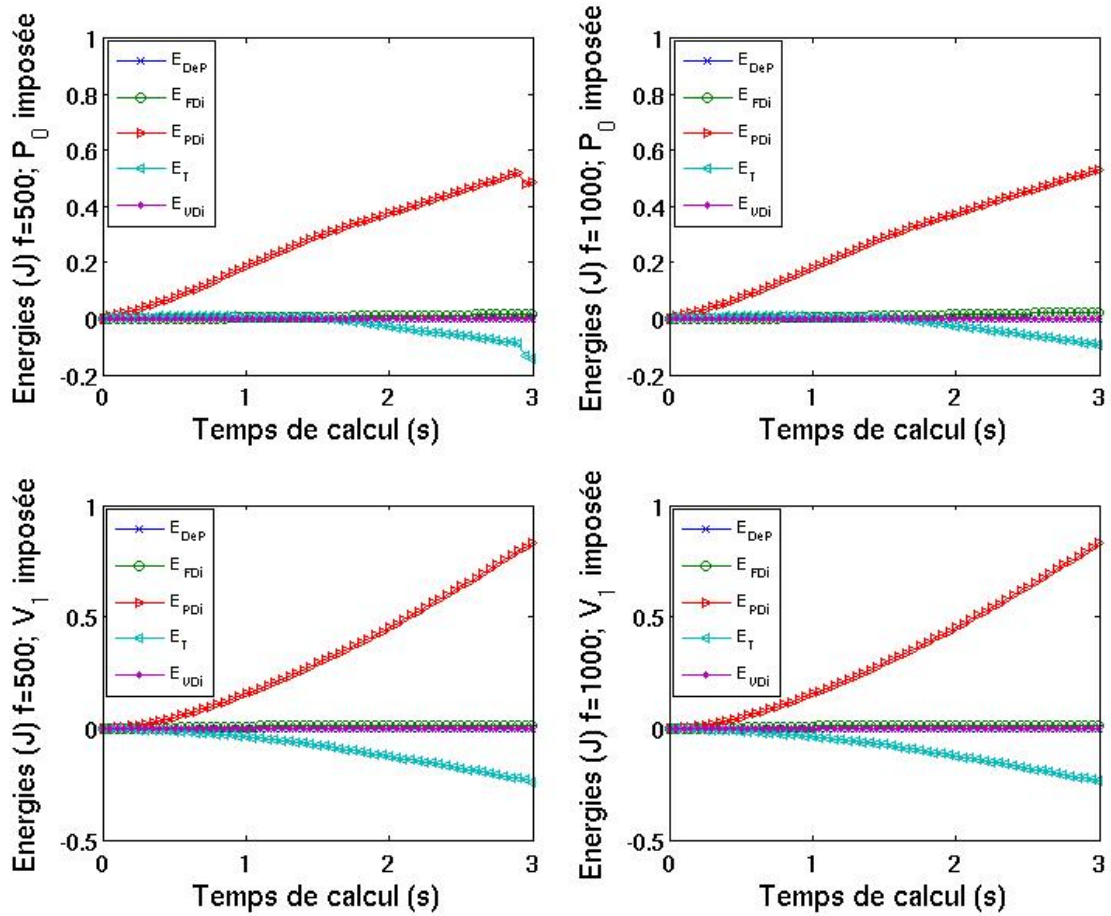


FIG. IV.14: Courbes des énergies pour des facteurs de mass scaling de 500 et 1000

lations lagrangienne et eulérienne de ce fait permet d'éviter les sévères distorsions des mailles mais de bien gérer les problèmes des frontières. Par ailleurs l'utilisation de l'intégration explicite impose des limites sur le pas temps qui fait augmenter le temps de calcul. Le concept de "mass scaling" a été mis à profit pour effectuer la simulation 3D à des durées de calcul raisonnables. Le facteur de "mass scaling" $f = 1000$ présente un bon compromis entre le désir d'accélérer la durée de simulation et le souci d'obtenir une solution numériquement précise et stable (non altérée par les effets de "mass scaling").

Chapitre V

Les résultats

Résumé

Avec la modélisation numérique tridimensionnelle par éléments finis du compactage de poudres, les distributions de la contrainte normale et de la contrainte de cisaillement ainsi que la vitesse horizontale au niveau de la surface de contact poudre-rouleau sont analysées pour une alimentation "type débit imposé" et une alimentation "type pression imposée". La représentation de la vitesse horizontale de la poudre en compression a permis d'estimer l'angle de grippage α à 11.88° . Avec la même poudre et en utilisant la méthode de Johanson l'angle de grippage α a été calculé et sa valeur est égale à 11.44° .

L'analyse des effets de l'alimentation sur la distribution de la pression montre une augmentation de la pression dans la zone de compaction avec la vitesse de la vis et avec la pression d'alimentation. Cette augmentation de la pression avec la vitesse de la vis est vérifiée aussi à travers les essais de compactage réalisés sur la presse. Les résultats sur l'influence des propriétés de la poudre comme la densité apparente et le coefficient de frottement par simulation montrent une dépendance de la pression au coefficient de frottement.

La distribution des propriétés de la plaquette (densité et pression) n'est pas uniforme sur la largeur de la plaquette. À pression d'alimentation uniforme et constante, la plaquette est plus dense au centre et la pression y est plus élevée. Pour une alimentation non uniforme, la distribution des propriétés n'est pas non plus homogène. Cependant la densité et la pression ne sont pas forcément plus élevées au centre de la plaquette.

Sommaire

V.1 Prédictions des grandeurs physiques de compactage	134
V.1.1 Distribution des contraintes normale et de cisaillement	134
V.1.2 Vitesse horizontale de la poudre et vitesse linéaire du rouleau .	136
V.1.3 Estimation de l'angle de pincement α (nip angle)	138
V.1.4 Influence de quelques paramètres et propriétés	139
V.2 Propriétés de la plaquette dans le sens de la largeur	145
V.2.1 Résultats avec la condition aux limites "pression imposée" . . .	145
V.2.2 Résultats avec la condition aux limites "vitesse imposée" . . .	146
V.2.3 Origine de l'hétérogénéité	149
V.3 Investigation : effet de P_0 non constante	150

Introduction

Les résultats numériques présentés dans ce chapitre correspondent aux résultats de la simulation numérique par éléments finis du problème de compactage en trois dimensions. Trois objectifs sont visés :

1. Montrer que les résultats dans la direction du compactage sont comparables à ceux obtenus par Dec et al. [20] lors de la simulation en deux dimensions du compactage en supposant une pression d'alimentation constante,
2. Analyser les prédictions des propriétés des compacts et de l'homogénéité résultante de l'écoulement et la densification de la poudre durant le compactage dans la largeur du compact. Ces prédictions seront ensuite confrontées aux différentes constatations expérimentales proposées dans la littérature [35, 39, 51, 57].
3. Enfin, nous discutons la comparaison entre les essais au laboratoire et les prédictions par modélisation numérique en termes de distribution de pressions de compactage et de densité dans l'épaisseur du compact.

Les résultats de la simulation en trois dimensions sont obtenus avec un entrefer de 2 mm (1 mm en symétrie). Les calculs ont été effectués en appliquant une condition aux limites d'entrée type pression ou vitesse imposée. La condition d'entrée à vitesse imposée est équivalente à la condition d'entrée à débit imposé. Pour une vitesse V_p de poudre à l'entrée et une densité apparente ρ , le débit massique correspondant est

$$Q_m = V_p \rho S_e$$

avec S_e la section à l'entrée de la poudre.

Un premier travail a été effectué pour comparer les résultats obtenus aux différentes conclusions de la littérature par modélisation et par essais. L'avantage de la simulation en trois dimensions est l'accès aux propriétés hors axe (sur la largeur) de la poudre en compaction mais aussi de celles de la plaquette. La distribution de la densité et de la pression depuis la zone de compaction jusqu'à l'angle neutre sera étudiée.

En pratique, l'alimentation des rouleaux par une vis sans fin n'est pas effectuée de façon homogène et constante à cause de la géométrie de la vis. La pression à l'entrée des rouleaux n'est donc pas uniforme et il en est de même pour le débit. Une investigation au niveau de la condition aux limites de l'alimentation est effectuée pour prendre en compte cet aspect.

V.1 Prédiction des grandeurs physiques de compactage

L'entraînement et la densification de la poudre entre les rouleaux sont caractérisés par les vitesses relatives entre le rouleau et la poudre, par la pression de compactage et sa distribution et aussi par les conditions de glissement qui sont le reflet du cisaillement entre la poudre et le rouleau. L'analyse de ces grandeurs renseigne sur le processus de densification d'une poudre et sur la qualité des compacts. En particulier, l'angle de grippe, l'angle où la pression (contrainte principale maximale) atteint son maximum ainsi que le changement de sens de la contrainte tangentielle (cisaillement) peuvent se déduire des grandeurs précitées.

V.1.1 Distribution des contraintes normale et de cisaillement

Nous avons choisi d'analyser la contrainte principale maximale et la contrainte tangentielle (cisaillement) au niveau de la surface du compact en contact avec le rouleau. Dans la suite on parlera de pression ou de contrainte principale et de cisaillement ou de contrainte de cisaillement. Sur les figures V.1 et V.2 sont représentées les prédictions de la distribution de la pression et du cisaillement pour les deux conditions d'alimentation en poudre : pression d'alimentation imposée et débit de la poudre (vitesse et densité données) imposé. La pression et le cisaillement présentés correspondent aux grandeurs au niveau de la surface de la plaquette de poudre et non sur la surface du rouleau. En effet, une différence existe à la sortie de la plaquette où après relâchement élastique, la pression résiduelle dans la plaquette est non nulle, alors qu'elle l'est au niveau du rouleau. Le coefficient de frottement μ entre la poudre et la paroi des rouleaux est de 0.35, la vitesse d'alimentation V_p est égale à 0.03 m/s pour le cas vitesse imposée et la pression d'alimentation P_0 est 1

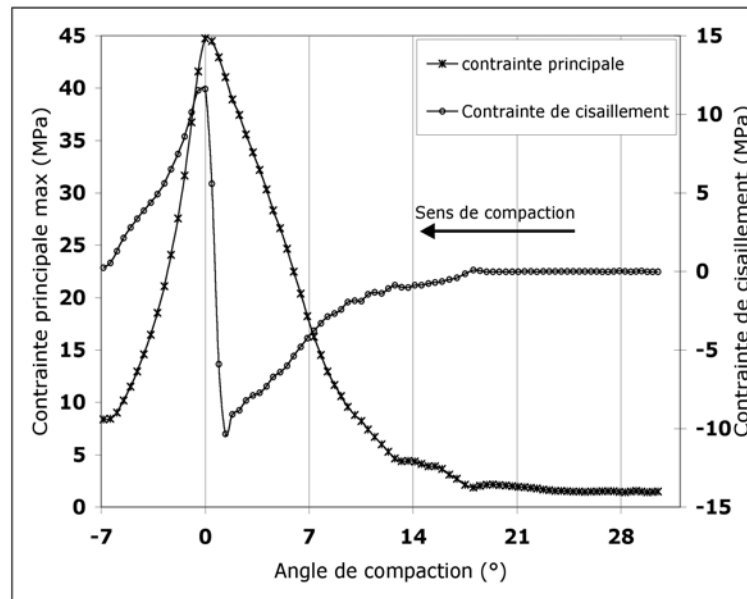


FIG. V.1: Contrainte principale maximale et contrainte de cisaillement dans les éléments finis au contact avec le rouleau dans la direction de compactage (condition d'alimentation : "pression (P_0) imposée" au milieu de la plaquette)

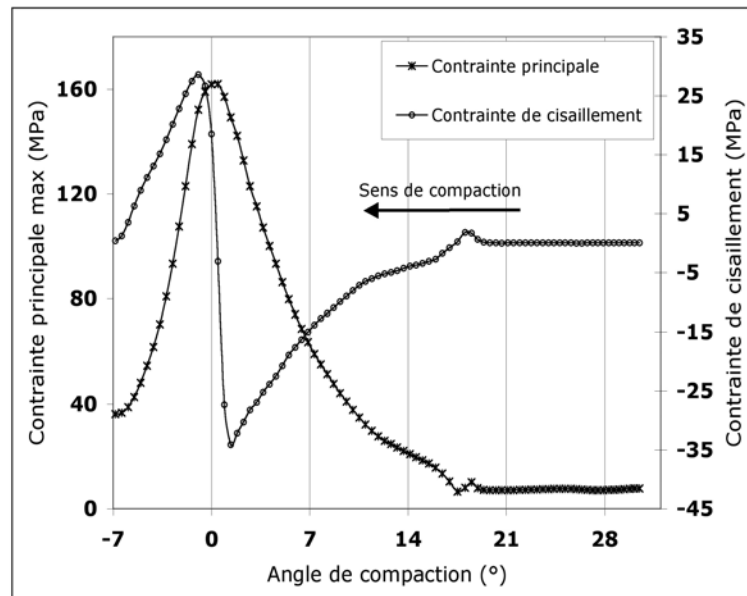


FIG. V.2: Contrainte principale maximale et contrainte de cisaillement dans les éléments finis au contact avec le rouleau dans la direction de compactage (condition d'alimentation : "vitesse V_p imposée" au milieu de la plaquette)

MPa pour le cas pression imposée. La vitesse de rotation du rouleau est de 5.6 tours/mn qui correspond à une vitesse linéaire de 0.029 m/s. Le profil des courbes obtenues à pression imposée est moins régulier que celui des courbes à vitesse imposée. On explique cette différence par le fait qu'à vitesse imposée il y a un transport de poudre jusqu'aux rouleaux

alors qu'à pression imposée c'est seulement l'entrée du domaine qui subit l'alimentation de façon continue. Cependant malgré cette différence on retrouve les grandes phases des profils de pression et de cisaillement décrites dans la littérature. L'angle de contact de la poudre avec les rouleaux est localisé à la position angulaire de $18,3^\circ$ environ. Dans la zone de compression correspondant à la zone pour laquelle $\theta > 0$, la pression augmente progressivement jusqu'à atteindre la pression maximale à l'angle $\theta_{max} = 2^\circ$. Cet angle est repéré avant l'angle neutre $\theta = 0$. La pression maximale obtenue à la position angulaire θ_{max} est 160 MPa à vitesse imposée et de 45 MPa à pression imposée. La pression décroît dans la zone d'éjection jusqu'à une valeur minimale (32.5 MPa à V_p imposée et 8 MPa à P_0 imposée). Après l'éjection, la pression au sein de la plaquette reste relativement élevée. Cela est dû au fait qu'il existe encore une pression résiduelle dans la plaquette. Quant à la courbe de la contrainte tangentielle (contrainte de cisaillement), elle a globalement la même allure que celles rencontrées dans la littérature. Elle atteint sa valeur minimale un peu avant le point où la pression maximale est observée à l'angle θ_{max} et sa valeur maximale est obtenue à 2° ou 3° après cet angle. Le changement de signe du cisaillement est dû à la différence de vitesse entre la poudre transportée et la vitesse linéaire du rouleau. Le fait que la contrainte de cisaillement soit négative dans la zone de compression traduit l'idée que le rouleau avance plus vite que la poudre. C'est cette différence de vitesse qui assure l'entraînement de la poudre. Par ailleurs, dans la phase d'éjection, la plaquette est expulsée par les rouleaux avec une vitesse supérieure à celle des rouleaux.

Il est à noter que même si l'allure des distributions de pressions et du cisaillement est similaire pour les conditions : "pression d'alimentation imposée" ou "débit d'alimentation imposé", il existe tout de même une différence au niveau des valeurs maximales et minimales atteintes. Pour le cas du débit imposé, la pression atteint son maximum à 160 MPa, alors qu'elle est de 45 MPa pour le cas "pression imposée". Pour ce qui concerne le cisaillement, on retrouve aussi des différences même si le frottement est le même pour les types de conditions. Dans le cas de la condition "pression imposée", le cisaillement est entre -10 et 12 MPa alors qu'il est entre -32 et 30 MPa pour le cas "débit imposé". Ces différences renforcent l'idée que le choix du type d'alimentation est discutable.

V.1.2 Vitesse horizontale de la poudre et vitesse linéaire du rouleau

La vitesse horizontale de la poudre en contact avec le rouleau est très difficile à obtenir à partir des mesures. Cette vitesse est beaucoup plus accessible avec la simulation numérique. La connaissance de la vitesse relative entre la poudre et le rouleau est un moyen d'identifier la position angulaire à laquelle la poudre rentre en contact avec le rouleau et la

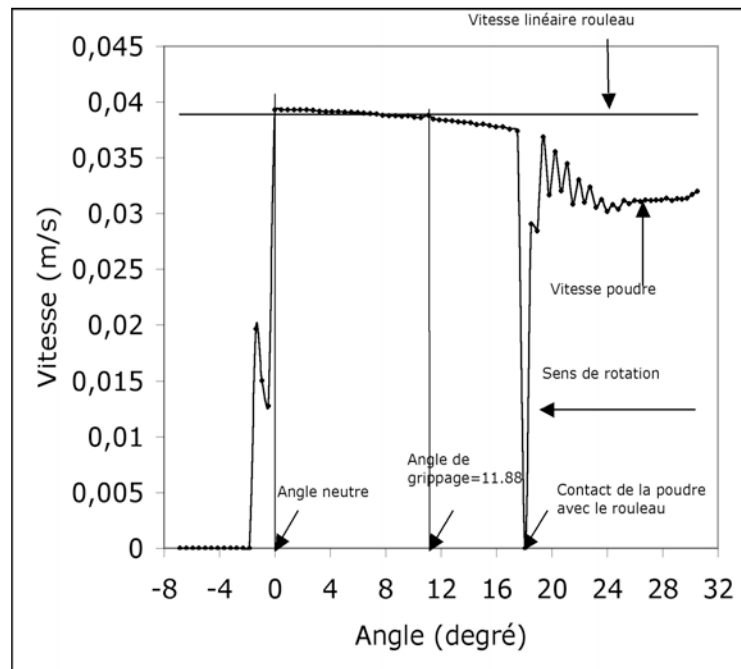


FIG. V.3: Vitesse de la poudre en compaction et vitesse linéaire du rouleau, $\mu = 0.35$

position où la vitesse linéaire du rouleau devient égale à la vitesse horizontale de la poudre. Cette dernière position marque le changement dans la densification de la poudre. Comme on peut le constater sur la figure V.3, l'angle de contact entre la poudre et le rouleau se situe à un peu plus que 18° où la vitesse de la poudre chute à zéro. À partir de cette position, le rouleau entraîne la poudre par glissement. La vitesse linéaire du rouleau est alors supérieure à celle de la poudre. Vient ensuite la position où la vitesse de la poudre et la vitesse linéaire deviennent égales. Cette transition marque l'angle de grippage et le début de l'augmentation de la pression qui assure la densification de la poudre en atteignant son maximum. Juste avant l'angle neutre, l'éjection de la plaquette commence. On constate une augmentation de la vitesse de la plaquette qui dépasse la vitesse linéaire du rouleau qui marque l'étape de l'éjection. Dans les travaux de Dec et al. [20], la représentation des isovaleurs de la vitesse horizontale montre aussi une augmentation de la vitesse de la plaquette avant l'angle neutre. Ceci est en accord avec l'idée que l'on se fait de l'éjection du compact.

Remarque

La chute de la vitesse à l'entrée du rouleau (angle 18°) n'a pas de réalité physique et est probablement due à un problème numérique (tailles des mailles et pas de temps).

V.1.3 Estimation de l'angle de pincement α (nip angle)

Dans ce paragraphe, nous cherchons à estimer l'angle de pincement de deux manières. La première qui fait suite au paragraphe précédent est issue de l'analyse de la vitesse linéaire du rouleau et de la vitesse horizontale de la poudre (simulation numérique). La seconde est issue des travaux de Johanson où l'angle de pincement est obtenu à partir des profils de gradients de pressions avec et sans condition de glissement entre la poudre et le rouleau (voir figure V.4).

V.1.3.1 Estimation de α à partir du calcul par éléments finis

La vitesse linéaire du rouleau V_l est calculée à partir de la vitesse angulaire V_r et du rayon du rouleau R_r par

$$V_l = 2 \pi R_r V_r$$

Le calcul par éléments finis fournit la vitesse horizontale V_h de la poudre en contact avec le rouleau. En traçant les deux vitesses V_l et V_h en fonction de l'angle de rotation comme sur la figure V.3, on déduit une valeur approchée de l'angle de pincement qui vaut 11.88° .

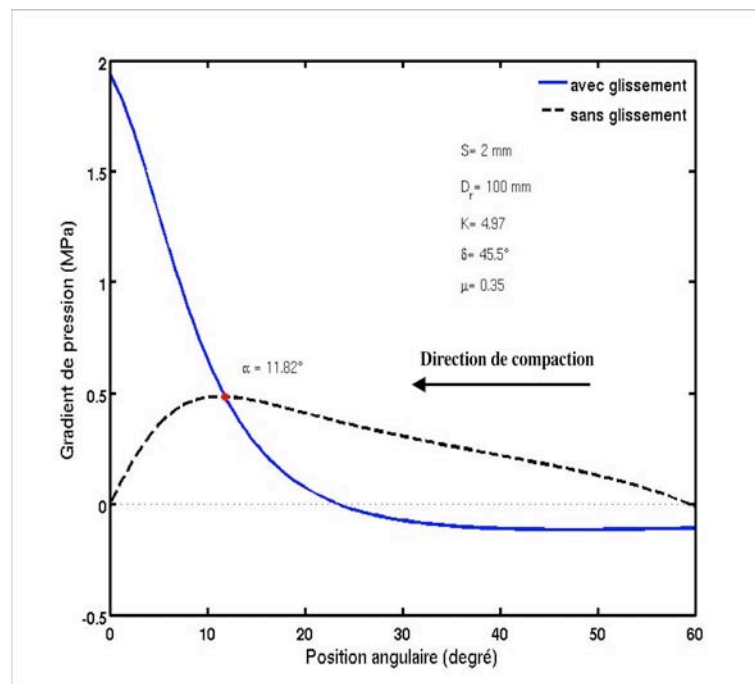


FIG. V.4: Détermination de l'angle de pincement à partir du modèle de Johanson

V.1.3.2 Estimation de α à partir du modèle de Johanson

Dans le modèle de Johanson [32] (cf paragraphe I.9.3), la distribution de pression entre les rouleaux est obtenue à partir de deux profils de pressions résultants de la résolution du modèle de Johanson en considérant un contact glissant et un contact collant entre la poudre et le rouleau (voir figure V.4). Le point d'intersection entre ces deux constitue le changement de régime entre le cas glissant et collant. Ce point est déterminé exactement en égalisant les gradients de pressions.

En utilisant le modèle de Johanson et en considérant les propriétés de poudre et les dimensions des rouleaux utilisés dans la simulation numérique par éléments finis, on aboutit à un angle de pincement de 11.82° .

Grâce à ces deux méthodes d'estimation de l'angle de pincement, les valeurs obtenues sont très proches (11.82° et 11.88°). Cependant, dans le cas du calcul par éléments finis, la précision de la définition du contact numérique entre le rouleau et la poudre dépend de l'algorithme mis en place (méthode de pénalisation "méthode approchée" ou méthode de Lagrange "méthode exacte"). Nous avons comparé les résultats des vitesses en utilisant ces deux techniques et nous n'avons pas constaté de différence notable.

V.1.4 Influence de quelques paramètres et propriétés

V.1.4.1 Effet de la vitesse et de la pression d'alimentation à vitesse de rouleau constante

Un des avantages de l'utilisation de la vis sans fin dans le procédé de compaction est la possibilité de moduler le débit d'alimentation. Les autres paramètres étant fixés, on peut augmenter ou diminuer les paramètres de l'alimentation. L'influence des paramètres du procédé et des propriétés des poudres est largement discutée du point de vue expérience [36, 43, 48, 51]. Dans le cas présent l'influence de l'alimentation est étudiée en simulation 3D et les résultats sont présentés sur les figures V.5 et V.6.

Sur ces figures (figures V.5 et V.6) sont représentées les courbes de pression obtenues pour trois vitesses différentes et trois pressions différentes appliquées à l'entrée. L'augmentation de la vitesse qui traduit celle du débit crée une augmentation de la pression maximale entre les rouleaux. Le même résultat est observé pour l'augmentation de la pression d'alimentation. Sur ces mêmes figures, il apparaît que la largeur de la courbe de pression (appelée amplitude par Michel [43]) augmente avec la vitesse et la pression d'alimentation. Les résultats sur l'effet de la pression d'alimentation sur la distribution de pression entre les rouleaux ont déjà été montrés en simulation 2D par Dec et al. [20].

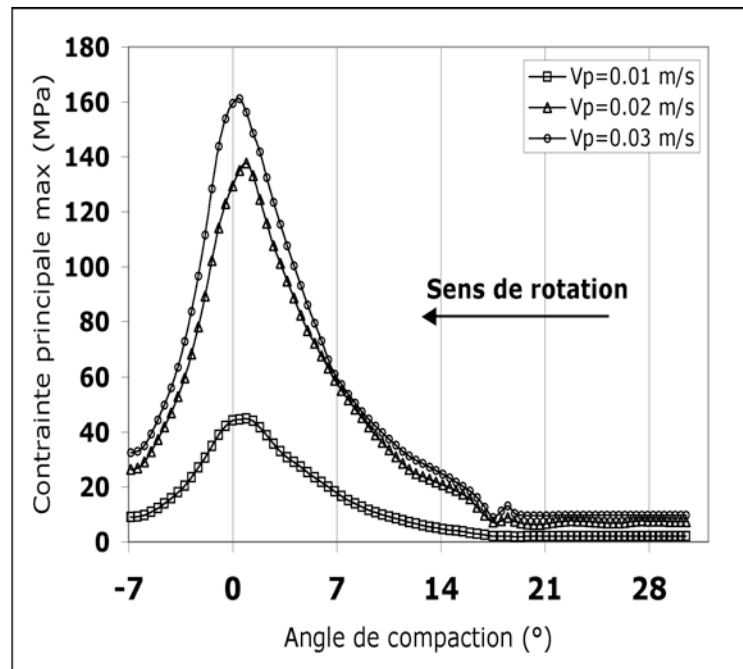


FIG. V.5: Effet de la variation de la vitesse d'alimentation sur la distribution de pression entre les rouleaux (simulation)

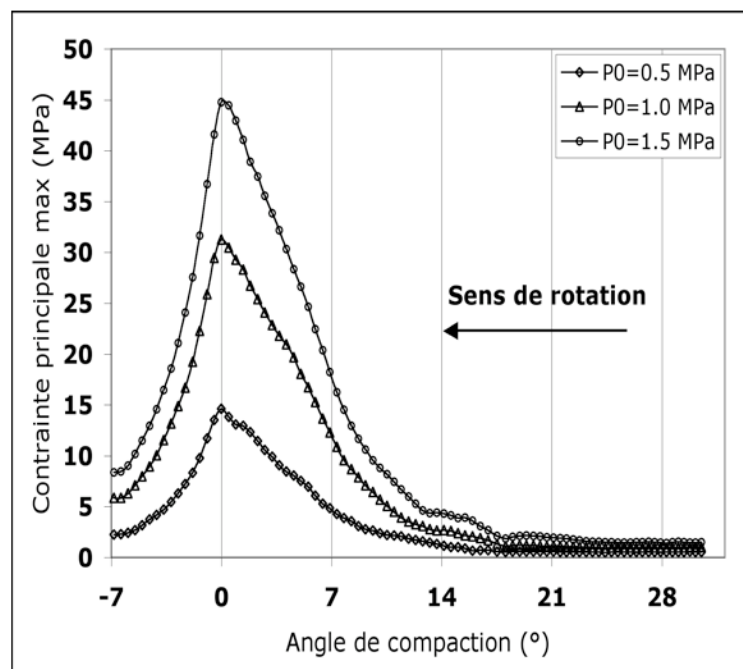


FIG. V.6: Effet de la variation de la pression d'alimentation sur la distribution de pression entre les rouleaux (simulation)

Les résultats pour la vitesse d'alimentation vont dans le même sens que ceux qui sont trouvés par essais dans les précédents travaux. Nous avons aussi effectué des essais sur la

presse pour cette influence de la vitesse d'entrée de la poudre. Ces essais ont été réalisés en faisant varier la vitesse de la vitesse d'alimentation (les autres paramètres sont fixes). Les courbes sont affichées sur la figure V.7. Ces essais corroborent les résultats qu'on a trouvés par simulation. Si on augmente la pression ou le débit d'alimentation, le début de

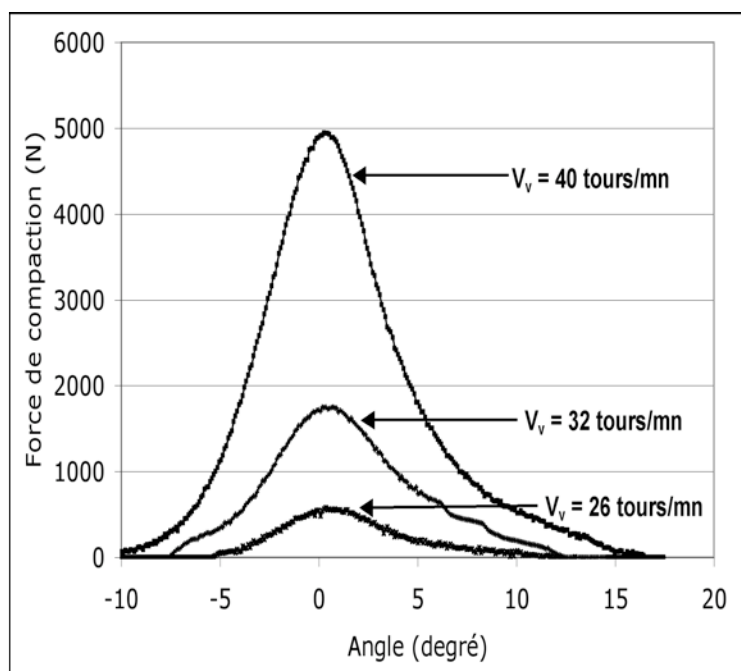


FIG. V.7: Effet de la variation de la vitesse de la vis d'alimentation sur la distribution de pression entre les rouleaux (mesures : pressions parasites à l'éjection éliminées, $V_r = 4.5$ tours/mn)

la densification commence plus tôt (l'état de contrainte de la poudre est élevé dès l'angle de contact) et l'éjection est retardée.

Comme dans la littérature (en simulation 2D [20, 37] et essais [43, 48, 51]), la pression maximale entre les rouleaux est atteinte avant l'angle neutre. Ce résultat bien connu dans le procédé n'apparaît pas de façon nette en pression imposée mais bien visible à vitesse imposée.

V.1.4.2 Remarque

Lors de l'éjection du compact, le capteur indique force non nulle alors que le compact n'est plus en contact avec le rouleau. Dans la figure V.7, cette force parasite a été manuellement éliminée.

V.1.4.3 Influence de la densité apparente initiale

Afin d'analyser l'influence de la densité initiale de la poudre sur le comportement en compression, nous avons simulé la variation de la densité apparente de la poudre. Les autres propriétés du modèle ont été conservées. Cette simulation est effectuée d'une part à pression imposée comme condition d'entrée de la poudre et d'autre part à vitesse imposée. Les résultats ne montrent pas une sensibilité de la pression entre les rouleaux à la densité initiale. La figure V.8 contient les résultats obtenus à vitesse imposée. Cela

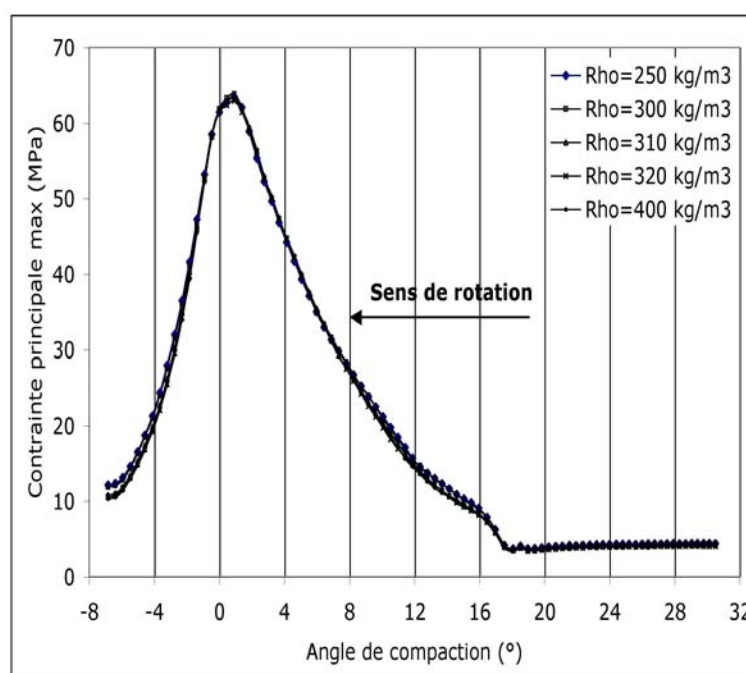


FIG. V.8: Résultats de la simulation sur l'influence de la densité apparente initiale sur la pression : simulation effectuée avec cinq densités apparentes initiales à vitesse imposée comme condition d'entrée de la poudre.

est dû au fait que les propriétés élastiques, les propriétés de durcissement et la pression d'alimentation n'ont pas été changées. Quelle que soit la densité apparente choisie, ces propriétés restent directement liées à la densité relative qui n'a pas changé.

Cependant des changements ont été observés sur la densité de la poudre en compression. Sur la figure V.9, l'effet de l'augmentation de la densité apparente se voit très clairement. Comme la pression entre les rouleaux, la densité de la plaquette diminue après l'angle neutre. Cela est probablement dû au gonflement de la plaquette (c'est-à-dire à un retour élastique) qui ne subit plus la pression des rouleaux. Le gonflement de la plaquette après compression entraîne l'augmentation du volume et crée la baisse de la densité. On a remarqué aussi ce phénomène expérimentalement en comparant les épaisseurs des plaquettes à l'entrefer. Les plaquettes mesurées ont des épaisseurs plus grands que la valeur de l'entre-

fer enregistrée sur l'ordinateur même en tenant compte de la légère augmentation due à la pression de la poudre.

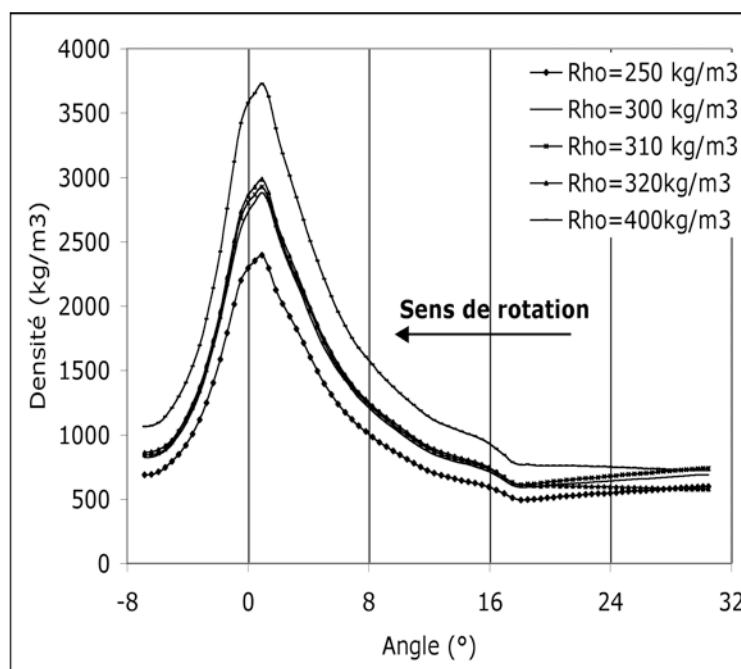


FIG. V.9: Résultats de la simulation sur l'influence de la densité apparente initiale sur la densité du compact : simulation effectuée avec cinq densités apparentes initiales à vitesse imposée comme condition d'entrée de la poudre.

V.1.4.4 Influence du coefficient de frottement

Le frottement entre la poudre et les parois des rouleaux fait partie des paramètres déterminants dans le procédé. Nous avons étudié l'effet du coefficient sur la distribution de la pression entre les rouleaux. La figure V.10 montre que la pression augmente avec le coefficient de frottement. Cependant on a observé un effet inverse en augmentant le coefficient de frottement jusqu'à 0.5. Sur la figure V.11 sont représentées les courbes de pression à l'angle neutre en fonction de cinq coefficients de frottement poudre-paroi du rouleaux. La pression maximale entre les rouleaux baisse à partir de $\mu = 0.45$. Les pressions maximales au centre de la plaquette obtenues avec des coefficients de 0.3, 0.35 et 0.4 sont proches de 150 MPa. Les valeurs des pressions maximales calculées à partir des coefficients de frottement de 0.45 et 0.5 sur la même partie de la plaquette sont au tour de 110 MPa. Cette observation est aussi valable dans la modélisation de Johanson [5]. En effet, à partir d'un coefficient de frottement supérieur à 0.4, l'angle de grippage augmente. Cela favorise une plus grande surface de contact entre le rouleau et la poudre. Par ailleurs, l'augmentation de la force appliquée par les rouleaux est faible devant l'augmentation de

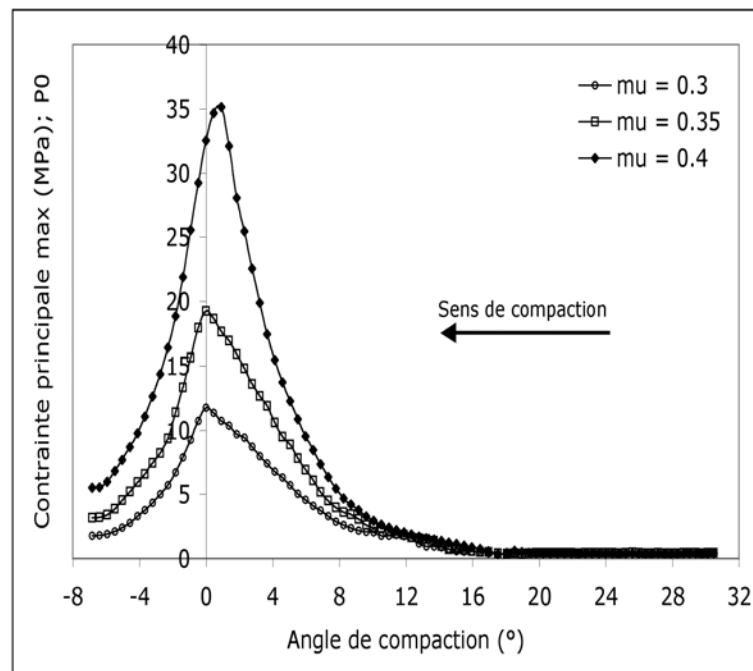


FIG. V.10: Effet du frottement poudre-paroi sur la distribution de pression entre les rouleaux à pression imposée

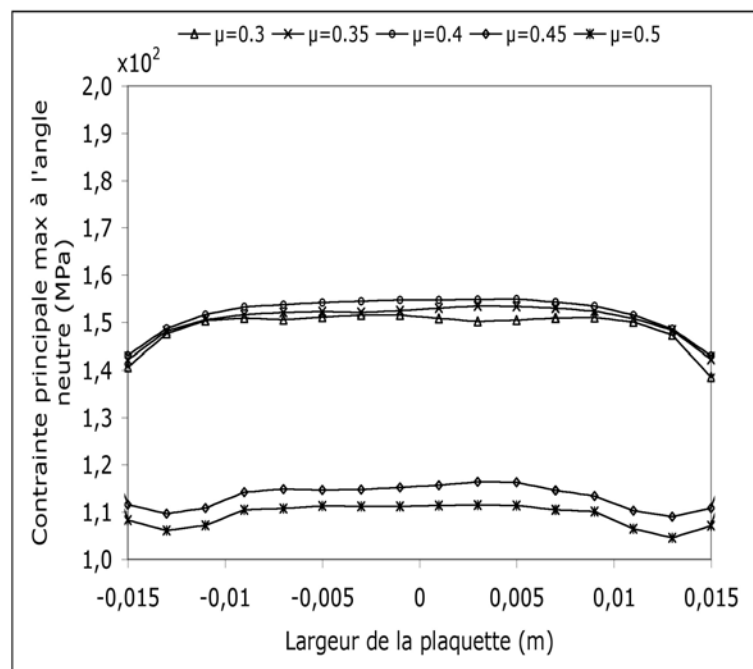


FIG. V.11: Effet du frottement poudre-paroi sur la pression maximale : pressions relevées sur la largeur de la plaquette à l'angle neutre (cas vitesse imposée)

la surface de contact. Le rapport force/surface de contact diminue à partir d'un coefficient supérieur à 0.4.

V.2 Propriétés de la plaquette dans le sens de la largeur

Comme on l'a souligné dans l'étude bibliographique, plusieurs études ont rapporté des résultats prouvant l'hétérogénéité des propriétés de la plaquette. Cette hétérogénéité est différente selon que l'alimentation est uniforme ou non. Dans le cadre de cette étude, le travail est réalisé en se plaçant dans le cas où la répartition de la matière à l'entrée des rouleaux est uniforme comme dans le cas d'une alimentation à piston. Nous avons effectué les calculs en imposant à l'entrée des conditions aux limites uniformes de type pression et vitesse. Ces conditions sont uniformes en espace c'est-à-dire appliquées de façon égale sur toute la section mais aussi uniforme pendant toute la durée du calcul (uniforme en temps). On se propose ensuite d'étudier les propriétés des compacts en largeur dans toute la zone de compaction. Dans cette partie, l'accent est mis sur la distribution des grandeurs comme la pression, la densité et les déplacements de la poudre en compaction. Ces différentes grandeurs seront présentées dans la zone de déformation de la poudre c'est-à-dire depuis l'entrée de la poudre dans la zone d'alimentation jusqu'à la sortie à l'angle neutre.

V.2.1 Résultats avec la condition aux limites "pression imposée "

V.2.1.1 *Distribution de la pression sur la largeur de la plaquette ($\theta = 0$)*

La figure V.12 montre la distribution de pression dans la largeur de la plaquette et à la surface de contact avec les rouleaux. La pression n'est donc pas uniforme dans le sens de la largeur de la plaquette. Elle est très élevée aux extrémités de la plaquette. L'explication à cette différence vient des conditions aux limites utilisées qui se traduisent par une frontière non poreuse sur les côtés latéraux des rouleaux. La vitesse transversale des particules est nulle à la frontière et favorise l'accumulation de matière à ce niveau. Cette condition est en accord avec la configuration de la presse. En effet des plaques sont disposées des deux côtés des rouleaux pour éviter que la poudre s'échappe latéralement. En ne tenant pas compte des effets de bord, on remarque que la pression est plus élevée au centre de la plaquette avec un maximum obtenu au milieu de la plaquette.

V.2.1.2 *Distribution de la densité sur la largeur de la plaquette ($\theta = 0$)*

La courbe de la distribution de densité le long de la largeur du compact est représentée sur la figure V.13. La distribution de la densité sur la plaquette est plus régulière que celle

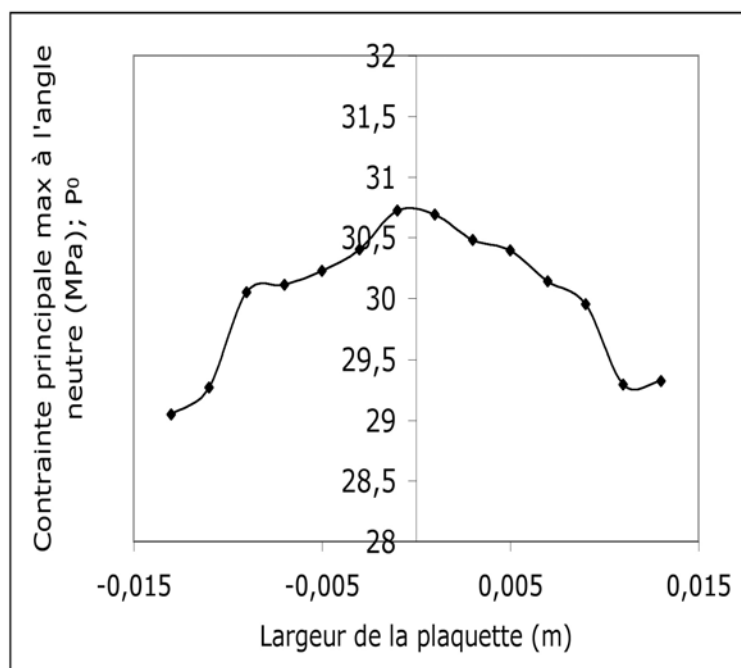


FIG. V.12: Distribution de la pression dans le sens de la largeur à pression imposée ($P_0 = 1.0$ MPa)

de la pression. Cependant les mêmes effets de bord sont constatés aux extrémités de la plaquette. Mis à part ces effets de bord, la densité est sensiblement constante sur une bonne partie de la plaquette. Elle est plus élevée au centre et diminue quand on s'éloigne du milieu du compact. Le profil de la densité est symétrique sur toute la largeur du compact.

V.2.2 Résultats avec la condition aux limites "vitesse imposée "

V.2.2.1 Distribution de la pression sur la largeur de la plaquette ($\theta = 0$)

Sur la figure V.12, la distribution de la pression sur la largeur de la plaquette est représentée. La pression est presque constante au centre (zone qui s'étend en partant du milieu sur 10 mm à gauche et sur 7 mm à droite). Là aussi on constate que la pression n'est pas symétrique par rapport au milieu même si on remarque une nette amélioration comparativement à ce qui est observé sur la figure V.12. L'écart relatif entre la pression maximale relevée au centre et la pression minimale pour le cas "vitesse imposée" (figure V.14) est quasiment égale au même écart pour le cas "pression imposée". En effet, l'écart relatif pour V_p imposée est de 0.95 et il est de 0.94 pour P_0 imposée. Donc même si la presse est plus constante à V_p imposée qu'à P_0 imposée, la différence entre le centre et les avant - bords reste la même.

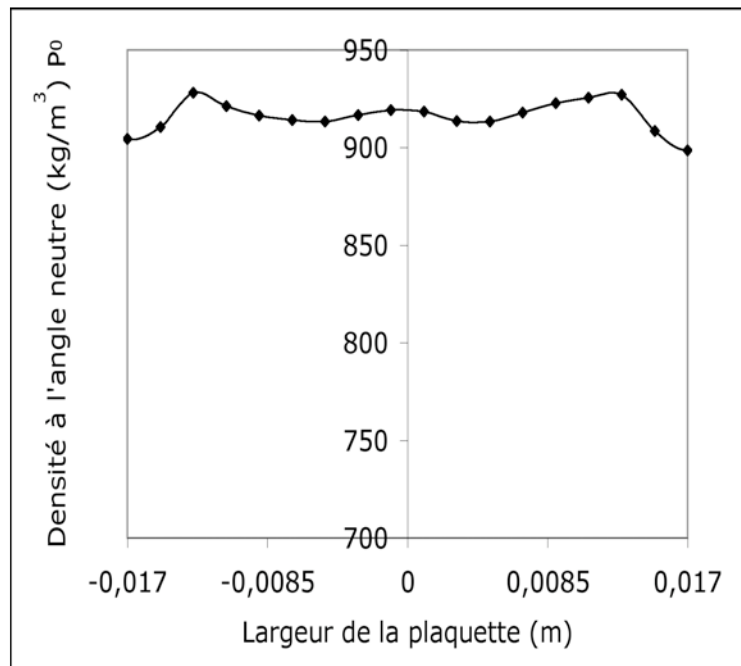


FIG. V.13: Distribution de la densité dans le sens de la largeur à pression imposée ($P_0 = 1.0 \text{ MPa}$)

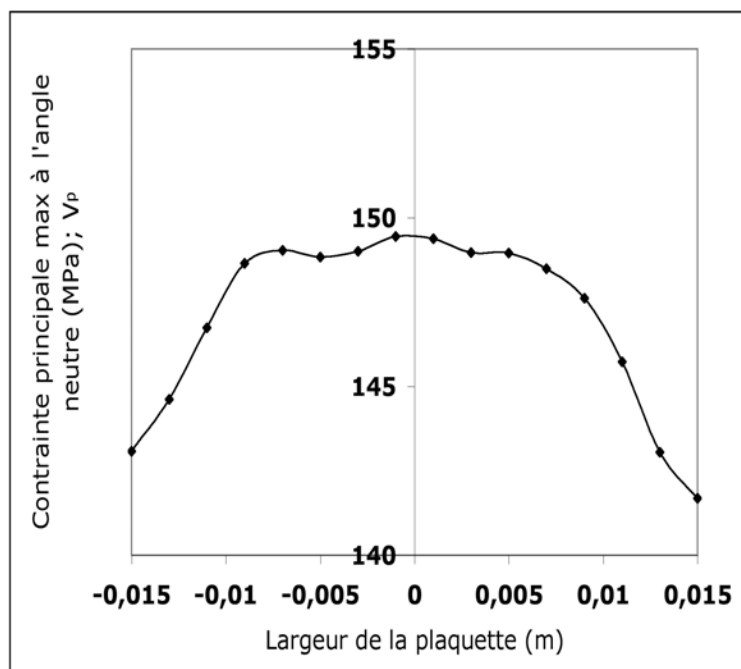


FIG. V.14: Distribution de la pression dans le sens de la largeur à vitesse imposée ($V_p = 0.02 \text{ m/s}$)

V.2.2.2 Distribution de la densité sur la largeur de la plaquette ($\theta = 0$)

La figure V.15 montre la distribution de la densité sur la largeur de la plaquette. La densité est constante sur une grande partie de la largeur environ 20 mm. La partie marquée par les effets de bord ne s'étend que sur une petite portion de 4 mm de part et d'autre du centre.

Ces remarques sont aussi vérifiées sur la distribution de la densité. Dans le cas où la condition aux limites est de type pression imposée, on a des tendances similaires mais moins régulières. Les résultats obtenus sur la distribution de la pression et de la densité vont dans le même sens que ceux obtenus à partir des essais réalisés par Tundermann et al [57] sur la densité et par Lubjuhn et al [39] sur la pression. Simon a montré à partir d'essais effectués par une alimentation à piston (alimentation uniforme) que la pression est plus importante au milieu de façon constante [51]. Les résultats de Lecompte donnent aussi une pression élevée au centre de la plaquette [37].

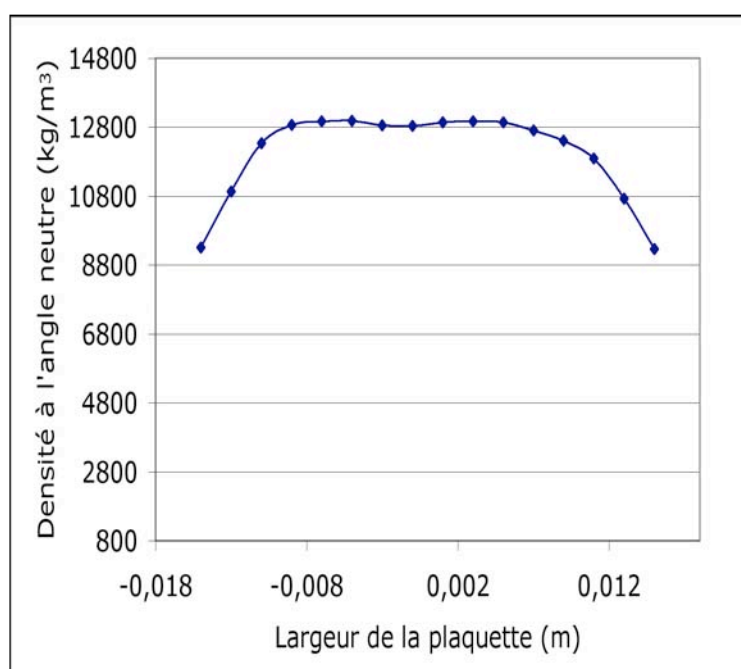


FIG. V.15: Distribution de la densité dans le sens de la largeur à vitesse imposée ($V_p = 0.02$ m/s)

Remarque

Contrairement aux résultats de la densité à pression P_0 imposée, les résultats de la figure V.15 (vitesse imposée) présentent des valeurs de densité qui dépassent la valeur théorique de la poudre (1600 kg/m³) ; ce que nous n'avons pas pu expliquer lors de l'achè-

vement de ce rapport. Des investigations ultérieures seront considérées pour apporter une réponse à ce sujet.

V.2.3 Origine de l'hétérogénéité

Les résultats de la simulation ont permis de voir que la poudre entre les rouleaux n'est pas étalée de la même façon. En effet, le profil de déplacement de la poudre en compaction dans la direction de la largeur (composante z du déplacement) laisse apparaître une déviation de la matière vers les cotés de la plaquette (figure V.16). Il existe donc deux directions d'écoulement de la poudre en compaction. Un écoulement orienté dans le sens de la compaction qui est le résultat de la rotation des rouleaux. Et un deuxième écoulement vers les côtés dans la direction normale au sens de compaction. Le déplacement latéral de

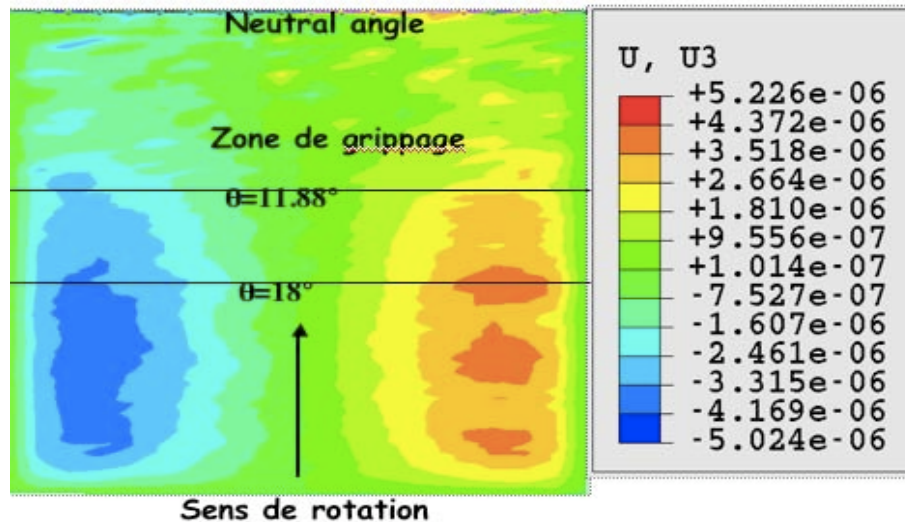


FIG. V.16: Isovaleurs de la 3ème composante de la vitesse entre les rouleaux : vitesse imposée à l'entrée

la poudre est plus marqué au début de la compaction. À partir de l'angle de grippage, le déplacement latéral est de plus en plus faible dans le compact. La poudre devient plus dense et plus cohésive et se déplace collée aux rouleaux empêchant le mouvement latéral. La poudre tend donc vers un état plus homogène quand elle s'approche de l'angle neutre. Le déplacement latéral reste nul au centre de la plaquette ce qui signifie que la partie centrale ne subit pas de perte de matière au profit des côtés.

Pour mieux comprendre ce résultat observé sur la poudre dans l'entrefer, nous avons considéré le profil de la pression avant l'angle neutre. La répartition de la pression a été analysée dans la largeur de la plaquette. Cette analyse est effectuée à deux positions angulaires différentes comme indiquer sur la figure V.17 : à 10° avant l'angle neutre et à l'angle neutre. La pression est moins homogène avant l'angle neutre. L'écart relatif observé sur la

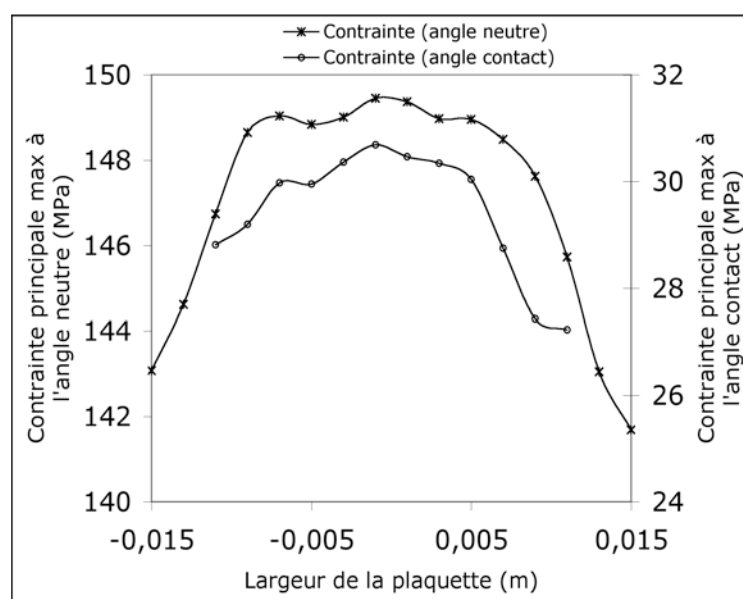


FIG. V.17: Distribution de la pression à l'angle neutre ($\theta = 0$) et au début de la zone d'adhésion ($\theta = 10$)

pression est plus élevé dans la zone située avant l'angle neutre (zone d'adhésion). Cet écart est de 0.89 à l'angle neutre contre 0.96 dans la zone d'adhésion. Il traduit la mauvaise répartition de la poudre dans les zones de compaction.

Ce résultat montre que, même à condition d'alimentation uniforme, la poudre n'est pas répartie de façon homogène dans l'entrefer. Cette mauvaise répartition est visible avant même l'angle de contact entre la poudre et le rouleau (voir figure V.16). Les rouleaux jouent donc un second rôle de répartition de la matière sur toute la largeur. Les causes de l'hétérogénéité sont dues, en plus du système d'alimentation, à un problème d'écoulement entre les rouleaux.

V.3 Investigation sur l'effet de pressions d'alimentation non constantes

On a pu voir à partir de la simulation à débit constant et uniforme et aussi à pression constante et uniforme que la densité et la pression sont plus importantes au centre et faibles vers les côtés en ne tenant pas compte des effets de bord. La pression et la densité sont aussi constantes sur une grande partie de la largeur de la plaquette. Nous avons voulu connaître la répartition de ces grandeurs dans le cas où les conditions d'entrée de la poudre ne sont pas uniformes et constantes. Une condition non uniforme est appliquée à l'entrée. La section rectangulaire d'entrée de la poudre est divisée en quatre sous sections comme

sur le schéma V.19. Une vitesse V_g plus élevée est imposée à l'une des sous sections et une même vitesse V_f sur les trois autres sous sections pendant une durée donnée ($V_g > V_f$). Ensuite la vitesse V_g appliquée à la section adjacente en tournant dans le sens contraire des aiguilles d'une montre. Le temps pour changer d'une sous section à une autre est

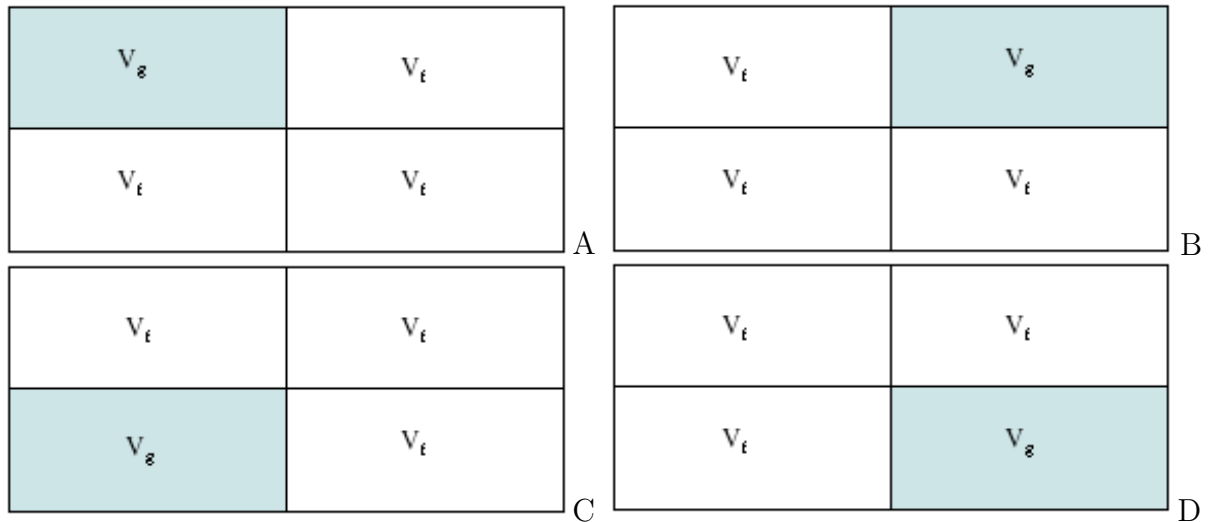


FIG. V.18: surface des rouleaux et compacts correspondants. A : vitesse appliquée en haut à gauche (HG). B : vitesse appliquée en haut à droite (HD). C : vitesse appliquée en bas à gauche (BG). D : vitesse appliquée en bas à droite (BD).

fixé à 0.26 seconde pendant toute la durée de l'analyse. C'est-à-dire que la vitesse de rotation est constante et il faut 0.26 seconde pour balayer une sous section. En regardant les profils de déplacement au cours de la simulation, on remarque que (figure V.19) le déplacement latéral de la poudre n'est pas toujours symétrique comme on l'a vu dans le cas de l'alimentation uniforme. Pendant un certain temps, le déplacement vers les extrémités de la plaquette est important d'un seul côté. Ensuite c'est le côté opposé qui devient le siège de grands déplacements latéraux. Ces déplacements latéraux asymétriques occupent toute la moitié de la plaquette. Le côté où le déplacement latéral est faible correspond à la sous section sur laquelle a été imposée la plus forte condition d'entrée. Ce qui veut dire que ce côté abrite une plus grande quantité de poudres et durant le procédé, la poudre se déplace vers le côté opposé qui est moins chargé. Cette hétérogénéité créée par le système d'alimentation imposé se poursuit jusqu'après l'angle de grippage (angle d'adhésion) où l'on n'observe plus de déplacement latéral. Il apparaît aussi que, pendant des instants, le déplacement latéral est symétrique. On observe cette symétrie entre deux moments où le déplacement est asymétrique mais elle se produit aussi vers la fin de la simulation. Le fait que le déplacement latéral soit symétrique vers la fin du calcul peut aider à penser que la distribution de pression et de densité dans la plaquette est constante et symétrique. Mais la représentation graphique des profils de ces grandeurs laisse apparaître des différences.

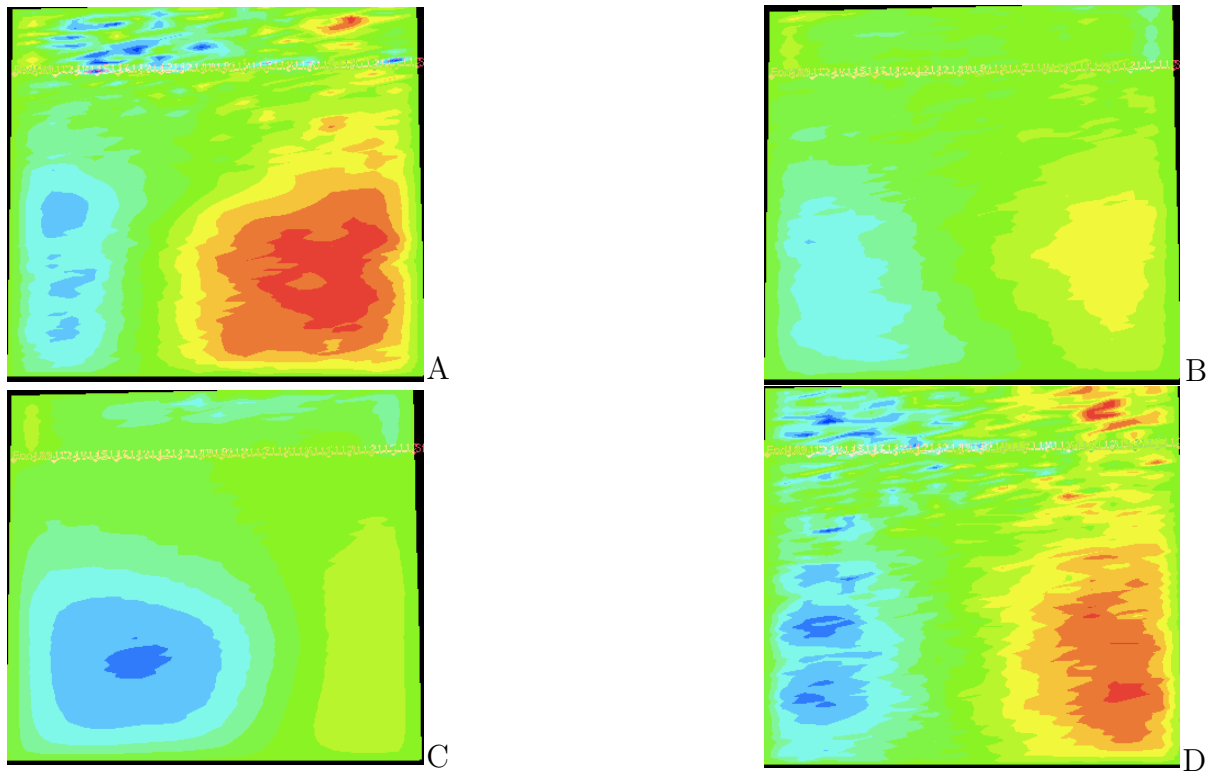


FIG. V.19: Isovaleurs de la vitesse horizontale à la surface de contact de la plaquette. A : vitesse appliquée en haut à gauche (HG). B : vitesse appliquée en haut à droite (HD). C : vitesse appliquée en bas à gauche (BG). D : vitesse appliquée en bas à droite (BD).

Les profils ont été obtenus en procédant de la façon suivante. La simulation est effectuée jusqu'à atteindre le régime permanent (où les différentes grandeurs varient très peu). À partir du moment où ce régime est atteint, les valeurs de la pression et de la densité sont récupérées à différents instants à l'angle neutre sur la largeur de la plaquette. À l'angle neutre, la poudre est bien compactée et se présente sous forme de bande. Elle représente la plaquette à cette position angulaire. Les courbes sont présentées sur la figure V.20. Sur cette figure, les extrémités de la plaquette ne sont pas représentées pour ne pas s'intéresser aux effets de bord. Les pressions ont été enregistrées aux temps t_i ($i=1,2,3,4,5,6,7$) avec des intervalles de temps de 0.15 seconde. Le temps correspondant à ces mesures (0.9 seconde) est inférieur au temps nécessaire pour effectuer une rotation complète qui est de 1.4 secondes. Contrairement à ce qui a été observé lorsqu'on impose une condition d'entrée uniforme et constante, la pression n'est pas toujours constante et symétrique sur la largeur de la plaquette. Les pressions relevées aux premiers instants montrent que la pression est plus élevée d'un seul côté de la plaquette. Cette différence disparaît progressivement au fil du temps et au temps t_7 la pression est presque uniforme comme dans le cas d'une alimentation uniforme. Mais la courbe de pression obtenue à l'instant suivant (t_8) est moins régulière et présente une petite augmentation au milieu de la plaquette. Par contre

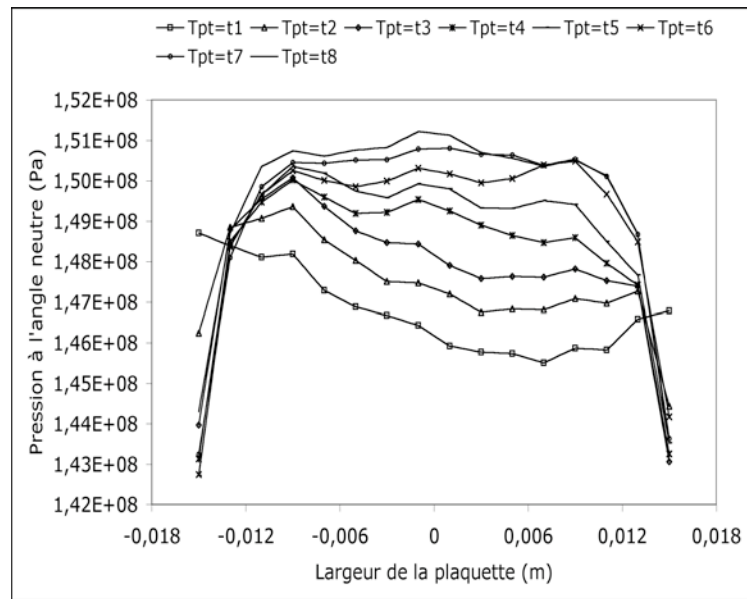


FIG. V.20: Effet de la variation de la vitesse d'entrée sur la pression à l'angle neutre ($\theta = 0$) pour des instants différents

l'effet de la variation de l'alimentation ne crée pas une grande différence sur la distribution de la densité. Mais par rapport au cas alimentation uniforme, la densité sur la largeur n'est ni uniforme ni symétrique. On a présenté les courbes sur la figure V.21-A pour des densités prélevées à quatre instants distincts. Sur la figure V.21-B est tracé le profil de la densité

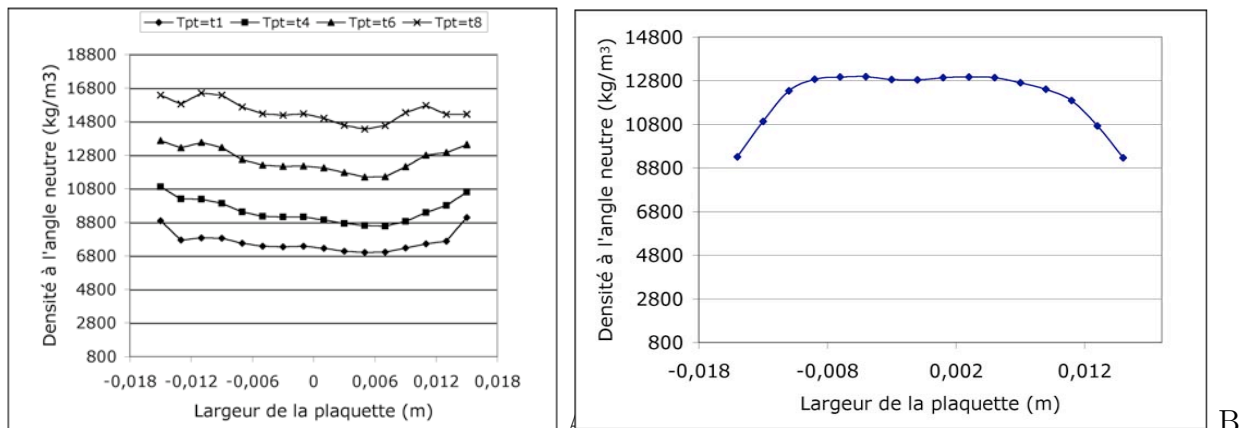


FIG. V.21: Effet de la variation de l'alimentation sur la densité à l'angle neutre ($\theta = 0$) à quatre instants distincts

pour une alimentation uniforme. Pour ce type d'alimentation, la densité est symétrique et apparaît plus uniforme. La mauvaise répartition de la densité ou de la pression à l'entrée des rouleaux due au système d'alimentation utilisé crée une hétérogénéité plus accentuée dans la plaquette.

Conclusion

La modélisation en trois dimensions du compactage à rouleaux par la méthode des éléments finis a été développée pour étudier les propriétés des plaquettes. La comparaison aux résultats de la littérature montre que cette simulation est réaliste et représente bien le procédé.

L'influence de certaines propriétés de la poudre et de certains paramètres du procédé a pu être étudié. Il est donc possible de réaliser une étude d'optimisation "paramètres procédé-propriétés de poudres" en combinant les logiciels de simulation Abaqus et Matlab. Mais, à cause de la durée des calculs en trois dimensions, la réalisation d'un calcul d'optimisation doit être effectué en parallèle (par exemple avec MPI dans Abaqus).

L'étude de l'hétérogénéité de la plaquette à condition d'alimentation uniforme a pu montrer l'existence de deux zones : avant et après l'angle de grippage (nip angle). Dans la zone avant le nip angle, la mauvaise répartition de la poudre crée le déplacement latéral de la poudre. La distribution de la densité et de la pression sur la largeur de la plaquette n'est ni constante ni symétrique. Dans la zone après le nip angle, la poudre est plus dense et reste coller aux rouleaux. La distribution est plus homogène à l'exception des deux extrémités où la pression et la densité sont très élevées. Sur une grande partie de la largeur, les deux propriétés sont symétriques et constantes.

Conclusion Générale et perspectives

Conclusion Générale

Le travail réalisé dans cette thèse a concerné deux aspects du procédé de compactage : l'aspect expérimental et l'aspect modélisation.

Du point de vue expérimental, un travail sur l'instrumentation du rouleau pour mesurer la distribution de la force de compaction dans l'entrefer est effectué. Cette instrumentation du rouleau consiste à placer les capteurs dans une rainure créée dans le rouleau de telle sorte que les capteurs ne débouchent pas sur la surface du rouleau. Cette instrumentation a permis de mesurer l'évolution de la force de compression et aussi des autres paramètres du procédé. Un capteur de position installé sur l'axe du rouleau a permis de d'évaluer l'angle de compaction. Plusieurs essais ont été réalisés en particulier sur la poudre Avicel PH102. La relation vitesse de vis-vitesse du rouleau a été caractérisée pour assurer la formation de compacts avec une bonne tenue mécanique. L'effet de différents paramètres du procédé (vitesse vis, vitesse rouleau) sur la pression de compactage et la qualité du compact a été analysé et les résultats sont cohérents avec les données de la littérature. Le capteur de pression mesure bien la pression maximale entre les rouleaux et présente cependant des pressions parasites non nulles lorsque le compact quitte l'entrefer. Ceci est une conséquence directe de l'usinage de la rainure dans le rouleau qui correspond à une singularité géométrique.

Il a été montré, comme dans les travaux précédents sur le compactage à rouleaux, que l'alimentation par vis engendre des hétérogénéités dans le compact. Des techniques de caractérisation de l'hétérogénéité des compacts fabriqués à l'aide de la presse sont utilisées pour voir la distribution des propriétés de la plaquette. Les analyses par transmission lumineuse sur les compacts révèlent une périodicité dans la plaquette matérialisée par des régions sombres. Les méthodes de caractérisations comme l'indentation et l'analyse topographique de surface n'ont pas permis de relier cette périodicité à la distribution de densité. L'étude réalisée sur des comprimés découpés dans la plaquette par porosimétrie à

mercure montre que la porosité est plus élevée sur les côtés qu'au centre de la plaquette.

En ce qui concerne l'aspect modélisation, nous avons commencé par évaluer la pression d'alimentation qui est souvent employée comme condition aux limites dans les modèles du procédé. Une étude basée sur la modélisation de la vis et des essais de compactage sur la presse KOMAREK B050PH a permis d'estimer un ordre de grandeur de la pression d'alimentation pour la poudre Avicel PH102.

La modélisation numérique par éléments finis 3D a été mise en place en utilisant le logiciel commercial Abaqus. Le modèle d'élastoplasticité de Drucker-Prager/Cap est utilisé pour décrire le comportement de la poudre en compression. Les paramètres du modèle ont été identifiés à partir d'essais de compression en matrice, de rupture axiale et diamétrale. Les propriétés élastiques ont été obtenues à partir d'essais de compression uni axiale. Les paramètres du modèle ainsi que les propriétés élastiques évoluent avec la densité relative. Par ailleurs, le frottement de Coulomb a été considéré et le coefficient de frottement a été obtenu à l'aide de mesures de compression en matrice.

Une simulation 3D par éléments finis a été mise en place à l'aide du logiciel commercial Abaqus. L'approche Euler-Lagrange Arbitraire (ALE) a été considérée pour résoudre le problème aux limites du compactage à rouleaux.

La simulation 3D par éléments finis a donné accès aux propriétés du compact dans sa largeur, en particulier la distribution de densité et l'évolution du déplacement de particules dans la zone de compactage. Par ailleurs, il a été possible d'estimer la pression de compactage et la contrainte tangentielle entre la poudre et le rouleau. Ces prédictions correspondent aux mesures proposées dans la littérature. D'autres analyses ont permis de calculer l'angle de grippage et l'effet de la condition d'entrée de la poudre sur les résultats.

Perspectives

La suite de ce travail peut être destinée à l'amélioration de l'instrumentation de la presse. On avait souligné que la zone de compaction mesurée par les capteurs est plus large que d'habitude due à la rainure du rouleau. Une étude de calibrage en amont et en aval de la zone de compaction pourrait offrir une solution pour éliminer les réponses des capteurs hors zone de compaction.

Il sera aussi intéressant de comprendre pourquoi la périodicité observée sur la plaquette par transmission lumineuse n'a pas été confirmée par des essais d'indentation et de porosimétrie à mercure.

On peut également s'intéresser à l'influence de certaines propriétés élastiques comme le

module de Young, l'angle de frottement, l'excentricité, etc sur la distribution des propriétés des compacts.

En fin, un travail plus complexe est d'introduire dans la simulation l'effet de l'alimentation par la vis soit par modélisation de la vis soit en utilisant un profil de pression ou de débit correspondant à celui de la vis.

Bibliographie

- [1] Abaqus analysis user's manuel ; version 6.7.
- [2] <http://www.microdef.com>.
- [3] *Cours sur les milieux granulaires de Olivier Pouliquen ; école d'été : Porquerolle, 2006.*
- [4] I. AYDIN, B. J. BRISCOE, and K. Y. SANLITURK. The internal form of compacted ceramic components : a comparison of a finite element modelling with experiment. *Powder Technology*, (89) :239–254, 1996.
- [5] M. BALICKI. Nomerical methods for predicting roll press powder compaction parameters. Master's thesis, Ecole des mines d'Albi-Carmaux, 2003.
- [6] D. J. BENSON, V. F. NESTERENKO, F. JONSDOTTIR, and M. A. MEYERS. Quasi-static and dynamic regimes of granular material deformation under impulse loading. *Journal Mechanics Physics Solids*, 45(11/12) :1955–1999, 1997.
- [7] G. BINDHUMADHAVAN, J. P. K. SEVILLE, M. J. ADAMS, R. W. GREENWOOD, and S. FITZPATRICK. Roll compaction of a pharmaceutical excipient : Experimental validation of rolling theory for granular solids. *Chemical Engineering Science*, 60 :3891–3897, 2005.
- [8] K. BISWAS. Comparison of various plasticity models for metal powder compaction processes. *Materials Processing Technology*, (166) :107–115, 2005.
- [9] V. BONNEFOY. *Modélisation du comportement de poudres métalliques et céramiques en compression*. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Grenoble, 11 2001.
- [10] M. BORTOLAMASI and J. FOTTNER. Design and sizing of screw feeders. *International Congress for Particle Technology*, 2001.
- [11] P. R. BREWIN, O. COUBE, P. DOREMUS, and J. H. TWEED. *Modelling of Powder Die Compaction*. Springer london ltd, 2007.

- [12] J . M. BULTMANN. Multiple compaction of microcrystalline cellulose in a roller compactor. *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics*, 54 :59–64, 2002.
- [13] M. BUYUK, C-D. S. KAN, N. E. BEDEWI, A. DURMUS, and S. ULKU. Moving beyond the finite elements, a comparison between the finite element methods and meshless methods for a ballistic impact simulation. In *8th International LS-DYNA Users Conference*.
- [14] S. C.DEEVI. Powder processing of feal sheets by roll compaction. *Intermetallics*, 8 :679–685, 2000.
- [15] P. CELLE, S. DRAPIER, and J-M. BERGHEAU. Contribution à l'étude de l'écoulement dans un milieu compressible. Technical report, École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, 1999.
- [16] A. P. CHEKMAREV, P. A. KLIMENKO, and G. A. VINOGRADOV. Investigation of specific pressure, specific friction and the coefficient of friction during metal powder rolling. *Soviet Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, pages 112–115, 1963.
- [17] R. CONDOTTA. *Coulabilité des poudres cohésives : mesures aux faibles contraintes, granulaires humides et application à une poudre industrielle*. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Toulouse, 2005.
- [18] H. DANIELA. *Determination of the stress distribution in a specially instrumented roll press during powder compaction*. PhD thesis, Technische Universität München/Weihenstephan, en cours.
- [19] R. T. DEC. Problems with processing of fine powders in roll press. *The institute for briquetting and agglomeration : 24th biennial conference IBA, Philadelphia, Pennsylvania*, 24, 1995.
- [20] R. T. DEC, A. ZAVALIANGOS, and J. C. CUNNINGHAM. Comparison of various modeling methods for analysis of powder compaction in roller press. *Powder Technology*, 130, 2003.
- [21] F. L. DIMAGGIO, M. ASCE, and I. S. SANDLER. Material model for granular soils. *Journal of the Engineering Mechanics Division ; Proceedings of the American Society of Civil Engineers*, pages 935–950, 1971.
- [22] P. DOREMUS and E. PAVIER. Axisymmetric part compaction : Data base for numerical simulation. *International journal of powder metallurgy*, 35(3) :63–69, 1999.

- [23] A. N. FAQIH, A. W. ALEXANDER, F. J. MUZZIO, and M. S. TOMASSONE. A method for predicting hopper flow characteristics of pharmaceutical powders. *Chemical Engineering Science*, (62) :1536–1542, 2007.
- [24] L. FARBER, K. P. HAPGOOD, J. N. MICHAELS, X-Y. FU, R. MEYER M-A. JOHNSON, and F. LI. Unified compaction curve model for tensile strength of tablets made by roller compaction and direct compression. *International Journal of Pharmaceutics*, (346) :17–24, 2008.
- [25] F. FREITAG, K. REINCKE, J. RUNGE, W. GRELLMANN, and P. KLEEINEBUDDE. How do roll compaction/dry granulation affect the tableting behaviour of inorganic materials? microhardness of ribbons and mercury porosimetry measurements of tablets. *European Journal of Pharmaceutical Sciences*, 22 :325–333, 2004.
- [26] G. FRENNING. Analysis of pharmaceutical powder compaction using multiplicative hyperelasto-plastic theory. *Powder Technology*, (172) :103–112, 2007.
- [27] E. GOIDIN-JÉRÔME, A. DELACOURTE, J.C.GUYOT, F. DEHONT, and P.HERVIEU. Modifications des propriétés d’une poudre à l’aide d’un compacteur-granulateur. influence des différents réglages. In *S.T.P. PHARMA SCIENCES 2 (4)*, pages 320–324, 1992.
- [28] Michael G. HERTING and Peter KLEINEBUDDE. Roll compaction/dry granulation : Effect of raw material particle size on granule and tablet properties. *International Journal of Pharmaceutics*, 2007.
- [29] P. HERVIEU, F. DEHONT, E. JÉRÔME, A. DELACOURTE, and J.C. GUYOT. Granulation of pharmaceutical powders by compaction an experimental study. *Drug Development and Industrial Pharmacy*, 1(20) :65–74, 1994.
- [30] C. W. HIRT, A. A. AMSDEN, and J. L. COOK. An arbitrary lagrangian-eulerian computing method for all flow speeds. *Journal of computational physics*, 135 :203–216, 1997.
- [31] S. INGHELBRECHT and J. P.REMON. The roller compaction of different types of lactose. *International Journal of Pharmaceutics*, 166 :135–144, 1998.
- [32] J. R. JOHANSON. A rolling theory for granular solids. *Journal of Applied Mechanics*, 32(4) :842–848, 1965.

- [33] Moulay Saddik KADIRI. *Compression de poudres pharmaceutiques et interaction avec l'outillage, analyse expérimentale et modélisation numérique*. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Toulouse, 2004.
- [34] V. P. KATASHINSKII and G. A. VINOGRADOV. A method of studying specific friction forces and pressures in the rolling of metal powders. *Soviet Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, 4 :91–94, 1965.
- [35] T. LECOMPTE. *Etude expérimentale et numérique de la compression de poudre organique en presse à rouleaux, alimentée par une vis sans fin*. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Grenoble, 2005.
- [36] T. LECOMPTE, P. DOREMUS, G. THOMAS, J.C. LE THIESSE, L.P. CAMBY, J.C. MASTEAU, and L. DEBOVE. Granulation sèche des poudres : influence des paramètres du procédé.
- [37] T. LECOMPTE, P. DOREMUS, G. THOMAS, L. P. CAMBY, J. C. LE THIESSE, J. C. MASTEAU, and L. DEBOVE. Dry granulation of organic powders-dependence of pressure 2d-distribution on different process parameters. *Chemical Engineering Science*, 60 :3933–3940, 2005.
- [38] D. LORNAGE. *Dynamique globale des lignes d'arbres de turbomachines couplées aux fluides environnants, application au cas des lames fluides*. PhD thesis, INSA Lyon, 2001.
- [39] U. LUBJUHN, U. SANDER, and K. SCHÖNERT. Pressure profile in the compression zone of the high-pressure roller mill. *Zement-Kalk-Gips*, (6) :192–199, 1994.
- [40] R.F. MANSA, R.H. BRIDSON, R.W. GREENWOOD, H. BARKER, and J.P.K. SEVILLE. Using intelligent software to predict the effects of formulation and processing parameters on roller compaction. *Powder Technology*, 2007.
- [41] L. G. MARGOLIN. Introduction to "an arbitrary lagrangian-eulerian computing method for all flow speeds ". *Journal of Computational Physics*, 135 :198–202, 1997.
- [42] J. MARINELLI. How to design a volumetric screw feeder. In http://www.powderandbulk.com/pb_services/ask_joe_archive/how_to_design_volumetric_screw_feeder_2.htm.
- [43] Bertrand MICHEL. *Contribution à l'étude de l'agglomération des poudres en presse à rouleaux lisses*. PhD thesis, Université de Technologie de Compiègne, 1994.

- [44] A. MICHRAFY, H. DIARRA, and J. A. DODDS. Compaction behavior of binary mixtures. *Powder Technology*, 2008.
- [45] A. MICHRAFY, D. RINGENBACHER, and P. Tcheroloff. Modelling the compaction behaviour of powders : application to pharmaceutical powders. *Powder Technology*, (127) :257–266, 2002.
- [46] H. MOHAMMED, B. J. BRISCOE, and K. G. PITT. The interrelationship between the compaction behaviour and the mechanical strength of pure pharmaceutical tablets. *Chemical Engineering Science*, 60 :3941–3947, 2005.
- [47] P. A. MOYSEY and M. R. THOMPSON. Modelling the solids inflow and solids conveying of single-screw extruders using the discrete element method. *Powder Technology*, 153 :95–107, 2005.
- [48] Amel PETIT-RENAUD. *Compaction des poudres en presse à rouleaux lisses alimentée par une vis horizontale*. PhD thesis, Université de Technologie de Compiègne, 1998.
- [49] U. SANDER and K. SCHÖNERT. Operational conditions of a screw-feeder-equipped high-pressure roller mill. *Powder Technology*, 105 :282–287, 1999.
- [50] K. SCHÖNERT and U. SANDER. Shear stresses and material slip in high pressure roller mills. *Powder Technology*, 122 :136–144, 2002.
- [51] O. SIMON. *Etude expérimentale de l'interaction. Alimentation-compaction dans une presse à rouleaux lisses alimentée par une vis horizontale*. PhD thesis, Université de technologie de Compiègne, 07 2000.
- [52] O. SIMON and P. GUIGON. Correlation between powder-packing properties and roll press compact heterogeneity. *powder technology*, 130 :257–264, 2003.
- [53] I. C. SINKA, J. C. CUNNINGHAM, and A. ZAVALIANGOS. 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, 2003.
- [54] K. SOMMER and G. HAUSER. Flow and compression properties of feed solids for roll-type presses and extrusion presses. *Powder Technology*, 130 :272–276, 2003.
- [55] F. TOUSSAINT. *Etude expérimentale et simulation numérique de la mise en forme par compression et frittage de poudres*. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Grenoble, 2001.

- [56] J. H. TUNDERMANN and R. E. SINGER. The flow iron powder during roll compaction. *Powder Metallurgy*, pages 261–294, 1968.
- [57] J. H. TUNDERMANN and R. E. SINGER. Deformation and densification during the rolling of metal powders. *Powder Metallurgy*, 12 :219–242, 1969.
- [58] P. VACHAL, R. V. GARIMELLA, and M. J. SHASHKOV. Untangling of 2d meshes in ale simulations. *Journal of Computational Physics*, (196) :627–644, 2004.
- [59] P. J. VAN DER KOOI. Screw feeder design : Proper feeding through well designed pitch increase. In <http://www.bulksolids.nl/uk/76screwdesign.htm>.
- [60] B. VAN LEER. Towards the ultimate conservative difference scheme iii. upstream-centered finite-difference schemes for ideal compressible flow. *Journal of Computational Physics*, 23 :263–275, 1977.
- [61] C. Y. WU, O. M. RUDDY, A. C. BENTHAM, B. C. HANCOCK, S. M. BEST, and J. A. ELLIOTT. Modelling the mechanical behaviour of pharmaceutical powders during compaction. *Powder Technology*, (152) :107–117, 2005.
- [62] Y. YU and P. C. ARNOLD. The influence of screw feeders on bin flow patterns. *Powder technology*, 88 :81–87, 1996.
- [63] Y. YU and P. C. ARNOLD. Theoretical modelling of torque requirements for single screw feeders. *Powder technology*, 93 :151–162, 1997.
- [64] Y. A. YUSOF, A. C. SMITH, and B. J. BRISCOE. Roll compaction of maize powder. *Chemical Engineering Science*, (60) :3919–3931, 2005.

Nomenclature

B	largeur de l'ouverture de la trémie	(mm)
c	cohésion de la poudre	(Pa)
c_d	vitesse de propagation de la contrainte	(m/s)
D	tenseur d'élasticité	
D_r	diamètre des rouleaux	(mm)
D_m	diamètre interne de la matrice	(mm)
d	diamètre actuel du comprimé	(mm)
d_0	diamètre initial du comprimé	(mm)
e_v	épaisseur l'hélice de la vis	(mm)
E	module de Young	(MPa)
E_C	énergie cinétique	(J)
E_I	énergie interne	(J)
E_{VDi}	énergie visqueuse dissipée	(J)
E_W	énergie due aux travaux des forces appliquées	(J)
E_{FDi}	énergie de frottement dissipée	(J)
E_{PDi}	énergie plastique dissipée	(J)
E_{DeP}	énergie de déformation	(J)
E_T	énergie totale	(J)
f	facteur de "mass scalling"	
f_c	contrainte de cohésion (ou résistance à la compression simple)	(Pa)
F_c	surface du Cap	
F_{ca}	force de résistance exerçant sur la surface de l'axe de la vis	(N)
F_{da}	force motrice sur l'ailette arrière	(N)
F_{la}	force de résistance sur l'ailette avant de la vis	(N)
F_{ua}	force de résistance exerçant sur l'interface extérieure de la vis	(N)
F_n	force normale (compression en matrice)	(N)
F_t	force tangentielle à la surface de contact de la matrice	(N)
F^t	force de contact à l'instant t	(N)

F_{ta}	force de résistance sur l'interface du tube de la vis	(N)
F_{tr}	surface de transition	
F_r	force de compactage des rouleaux	(N)
F_s	surface de la droite de rupture	
G	potentiel d'écoulement	
G_c	potentiel d'écoulement sur la surface du Cap	
G_c	potentiel d'écoulement sur la surface de rupture	
h	hauteur actuelle du comprimé	(mm)
h_0	hauteur initiale du comprimé	(mm)
h_p	variable de pénétration pour la méthode de pénalisation	(mm)
I	forces élémentaires	
I_d	tenseur identité	
j	jeu entre l'hélice de lavis la paroi du fourreau	(mm)
K	module de compressibilité	
k	coefficient de pénalisation	
L_e	dimension caractéristique d'un élément du maillage	(mm)
M	matrice de masse nodale	
N	vitesse de révolution de la vis	(tr/min)
N_{br}	nombre d'incrément total de la simulation	
n_p	nombre de pas de la vis	
P	pression hydrostatique	(MPa)
P_0	pression d'alimentation	(Pa)
P_a	pression moyenne de transition	(Pa)
P_b	fonction de durcissement	(Pa)
P_{max}	pression maximale entre les rouleaux	(Pa)
P_v	pas de vis	(mm)
P_t	pente initiale de décharge	(MPa)
q	contrainte équivalente	(MPa)
q_s	facteur de surcharge	(N)
Q	charge appliquée par la poudre de la trémie	(N)
Q_m	débit massique de la vis	(Kg/mn)
Q_v	débit volumique de la vis	(m ³ /s)
R	excentricité de l'ellipse	
R_m	rayon interne de la matrice	(mm)
R_r	rayon des rouleaux	(mm)
R_t	rayon intérieur du tube de la vis	(mm)
R_{ve}	rayon extérieur de l'ellice de la vis	(mm)

R_{vi}	rayon de l'axe de la vis	(mm)
r	rayon élémentaire de l'ellice de la vis	(mm)
S	l'entrefer (ou gap)	(mm)
T	couple total de la vis	(Nm)
T_r	couple maximal des rouleaux	(Nm)
T_p	couple de la vis sur un pas	(Nm)
u	déplacement des particules de poudre	
u_n	déplacement normal des particules de poudre	
\ddot{u}	accélération des particules	(m/s ²)
V_l	vitesse linéaire des rouleaux	(m/s)
V_v	vitesse de rotation de la vis d'alimentation	(tours/mn)
V_r	vitesse de rotation des rouleaux	(tours/mn)
V_{tr}	vitesse tangentielle des rouleaux	(m/s)
$V_p = v = \dot{u}$	vitesse des particules de la poudre (simplement de la poudre)	(m/s)
\hat{v}	vitesse du maillage par rapport au système de référence spacial	(m/s)
\tilde{v}	vitesse convective	(m/s)
W	largeur du rouleau	(mm)

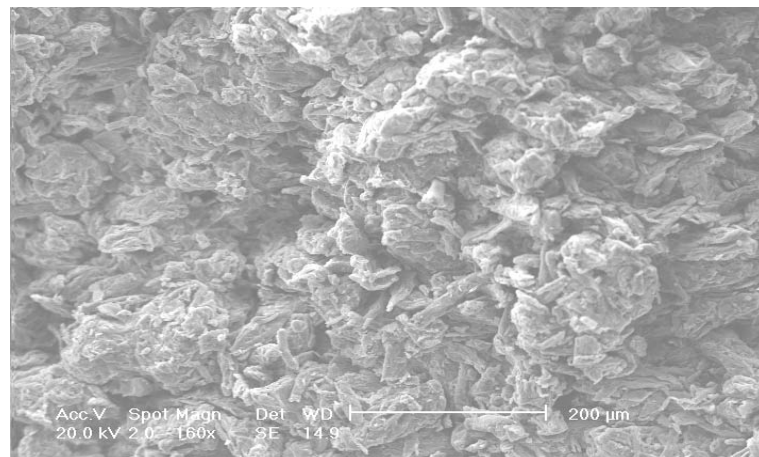
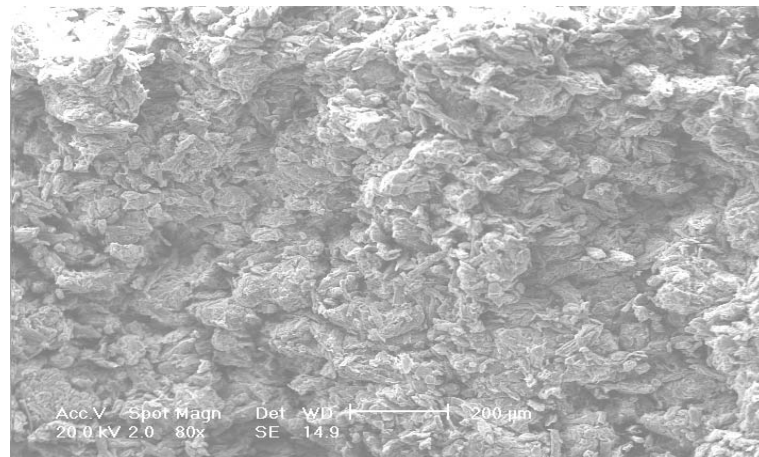
Alphabet grec

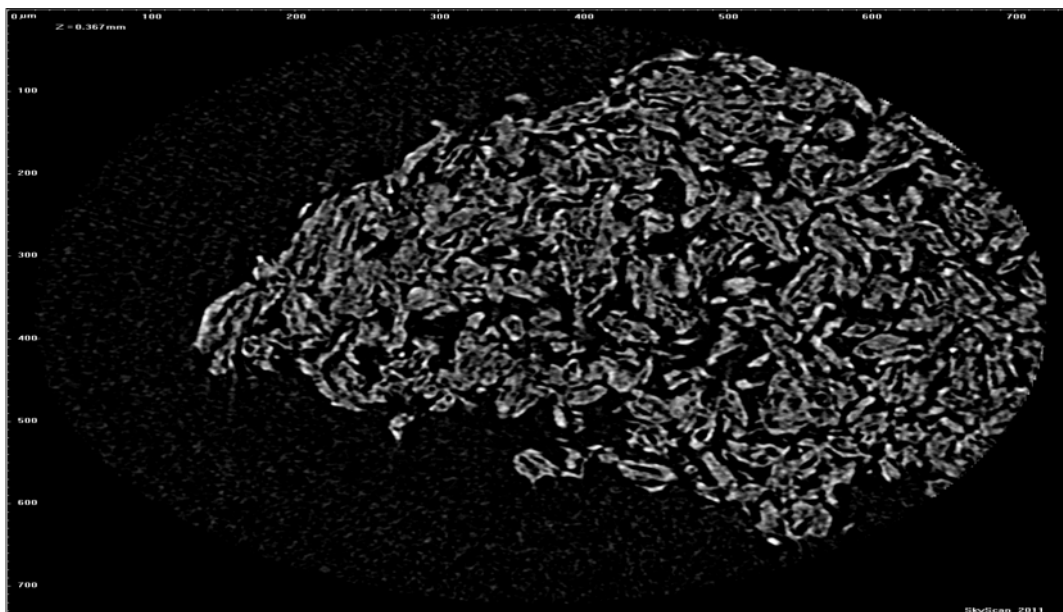
α	angle de grippage (ou de pincement)	(°)
α_c	angle hélicoïdal à l'axe de la vis	(°)
α_h	dimi-angle de la trémie	(°)
β	angle de frottement interne dans le modèle de Drucker-Prager/Cap	
ΔX	déplacement élémentaire	
Δt	incrément de temps stable	(s)
δ	angle de frottement interne	
η	coefficient de raccordement entre les surfaces F_s et F_c	
ϵ_{vol}^{ir}	déformation volumique irréversible	
ϵ^p	déformation plastique	
ϵ_{vol}^p	déformation volumique plastique	
$\delta\epsilon$	incrément de déformation totale	
$d\epsilon^p$	incrément de déformation plastique	
ϵ_r	déformation radiale (transverse)	
ϵ_z	déformation axiale	
ϕ_f	angle de frottement à la paroi des hélices	(°)

ϕ_h	angle de frottement à la paroi de la trémie	(°)
μ	coefficient de frottement	(MPa)
μ_h	coefficient de frottement à la paroi de la trémie	
μ_w	coefficient de frottement dans le tube de la vis	(MPa)
ν	coefficient de Poisson	(MPa)
γ	pois spécifique	(N/m ³)
λ_s	rapport des contraintes	
Ω	domaine du lit de poudre	
$\partial\Omega = \Gamma$	frontière du domaine du lit de poudre	
ρ	masse volumique	(g/cm ³)
ρ_r	densité relative	
σ	contrainte	(Pa)
$\tilde{\sigma}$	tenseur de contrainte déviatoire	
σ_a	contrainte axiale dans la vis	(Pa)
σ_α	contrainte de compression à l'angle α	(Pa)
σ_θ	contrainte de compression à l'angle θ	(Pa)
σ_c	contrainte majeure de consolidation	(Pa)
σ_{cp}	contrepression des rouleaux	(Pa)
σ_0	contrainte normale principale	(Pa)
σ_{0v}	contrainte imposée par la poudre de la trémie	(Pa)
σ_1	contrainte principale majeure	(Pa)
σ_2	contrainte principale mineure	(Pa)
σ_{lu}	pression axiale inférieure du comprimé	(Pa)
σ	contrainte normale	(Pa)
σ_r	pression radiale du comprimé	(Pa)
σ_{ru}	contrainte de rupture en compression simple	(Pa)
σ_{rd}	contrainte de rupture diamétrale	(Pa)
σ_{zu}	pression axiale supérieure du comprimé	(Pa)
τ	contrainte de cisailment	(Pa)
θ	position angulaire entre les rouleaux	(°)
θ_0	angle d'attaque : angle de contact entre la poudre et les rouleaux	(°)
θ_{max}	position angulaire où la pression maximale est mesurée	(°)

Annexe A

Vue de l'Avicel PH102 compacté :
Images obtenues par photo Meb et
par microtomographie





Annexe B

Instrumentation de la presse à rouleaux

B.1 Schéma du montage de l'instrumentation

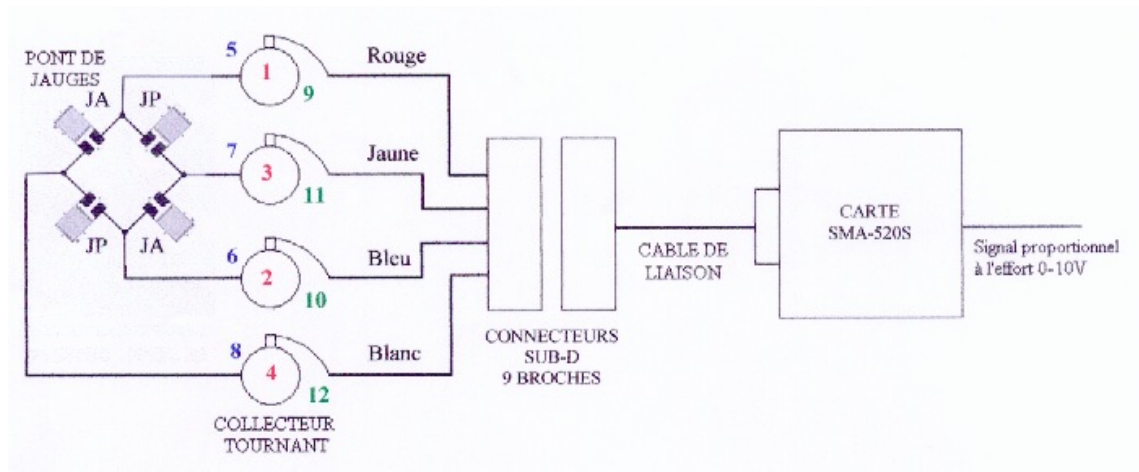


FIG. B.1: Schéma du collecteur tournant de 12 pistes de chez Air Précision

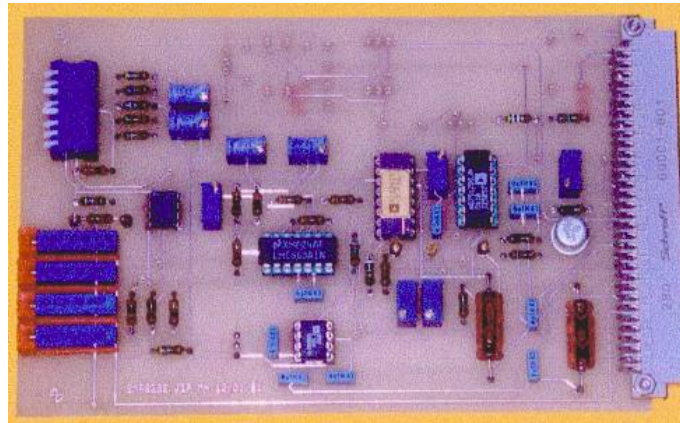


FIG. B.2: Carte de Conditionnement SMA-520S : amplificateur de mesure de grande précision à courant continu pour des mesures analogiques destiné aux capteurs à jauges d'extensométrie montées en pont complet de Wheastone.

B.2 Courbes d'étalonnage en charge et en décharge

Les graphes de cette annexe représentent les courbes d'étalonnage avec les cycles de charge et de décharge pour les trois capteurs. Les courbes sont plus linéaires en charge qu'en décharge.

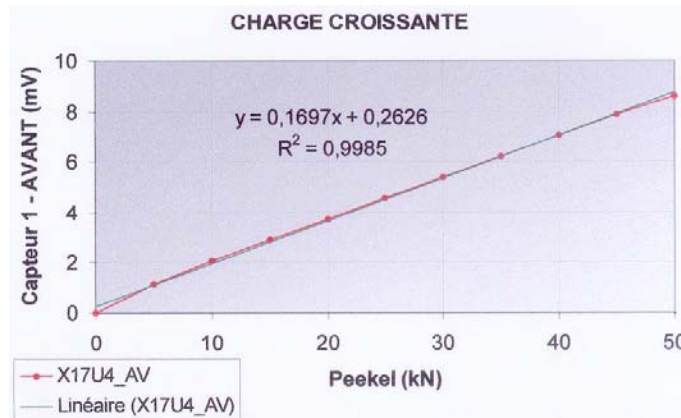


FIG. B.3: Courbes d'étalonnage en charge croissante du capteur avant

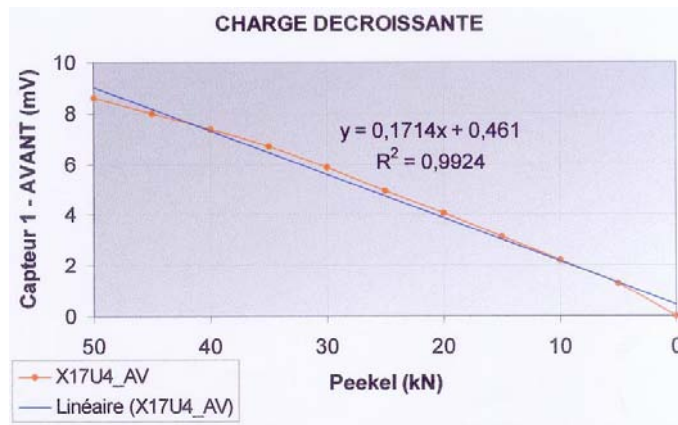


FIG. B.4: Courbes d'étalonnage en décharge croissante du capteur avant

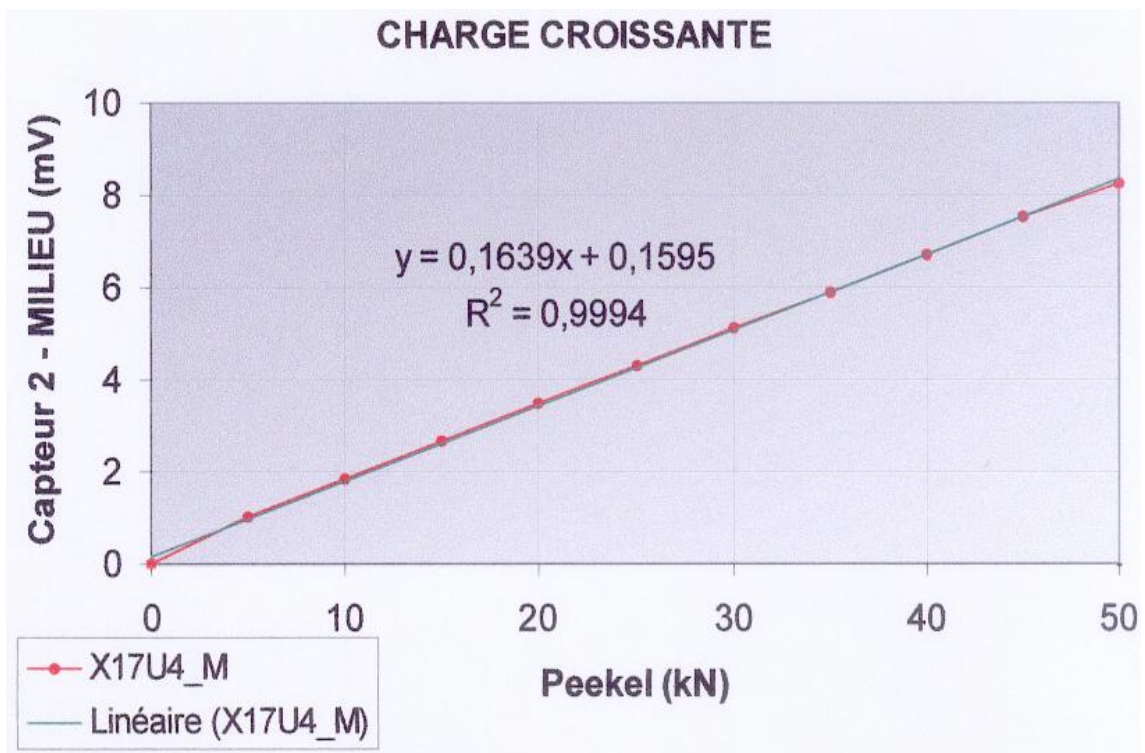


FIG. B.5: Courbes d'étalonnage en charge croissante du capteur milieu

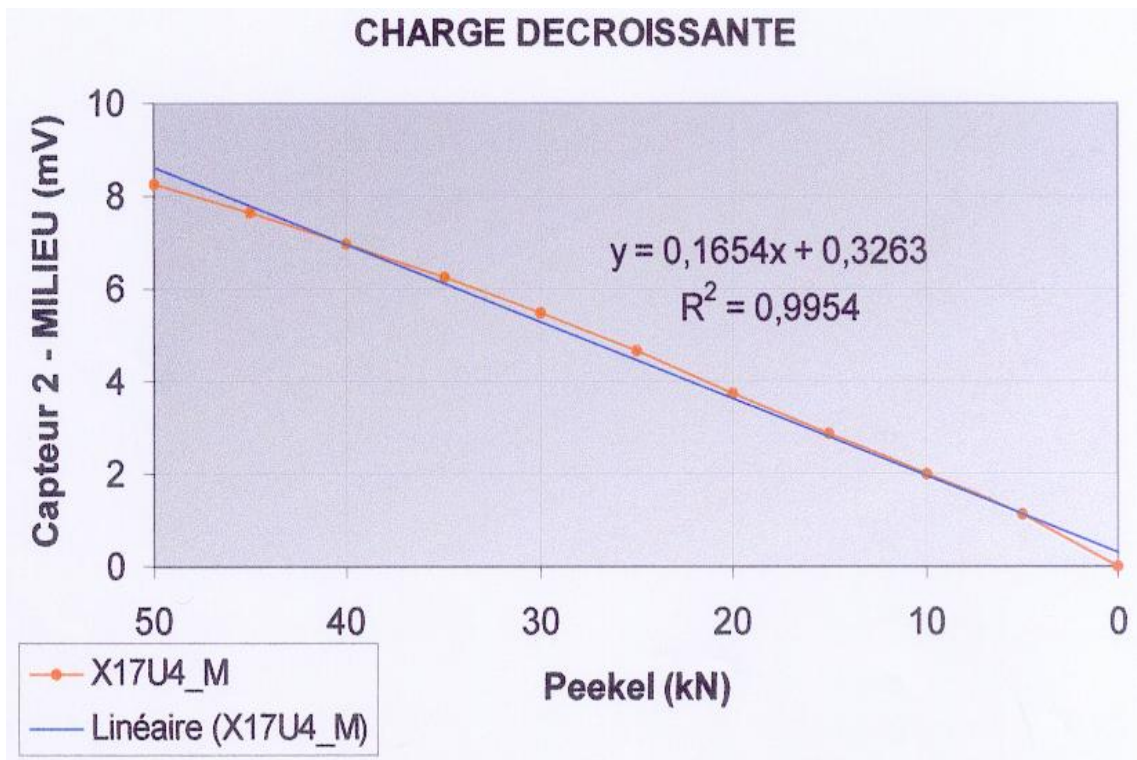


FIG. B.6: Courbes d'étalonnage en décharge croissante du capteur milieu

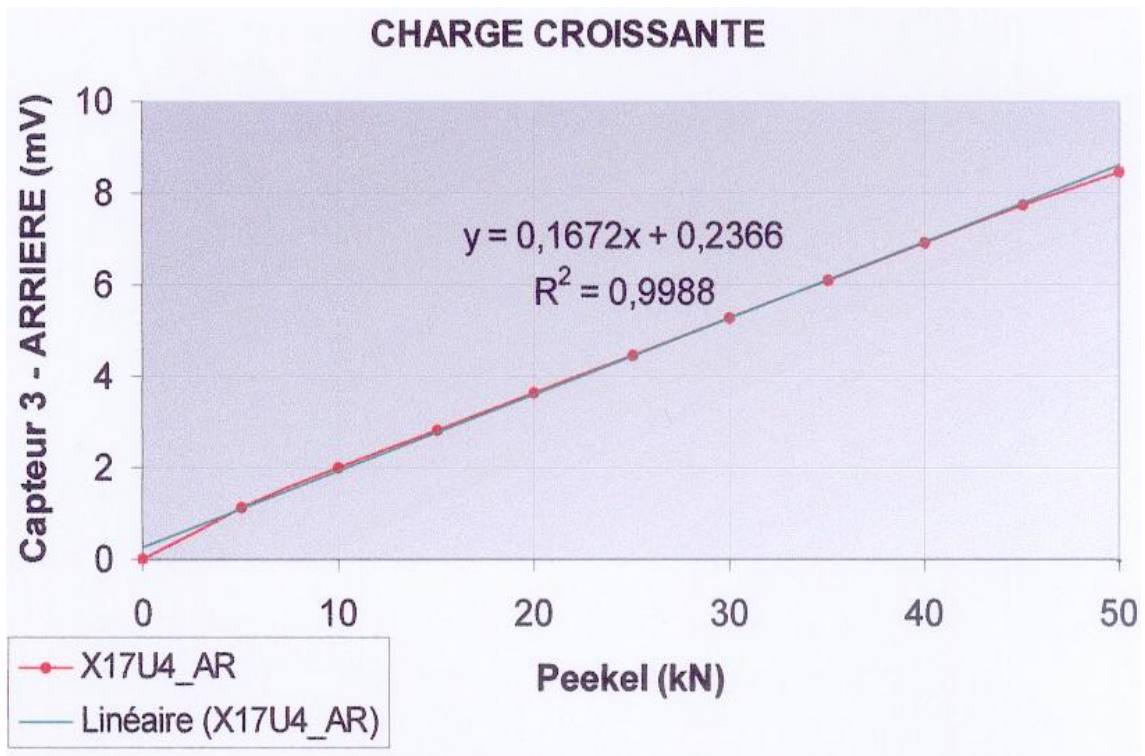


FIG. B.7: Courbes d'étalonnage en charge croissante du capteur arrière

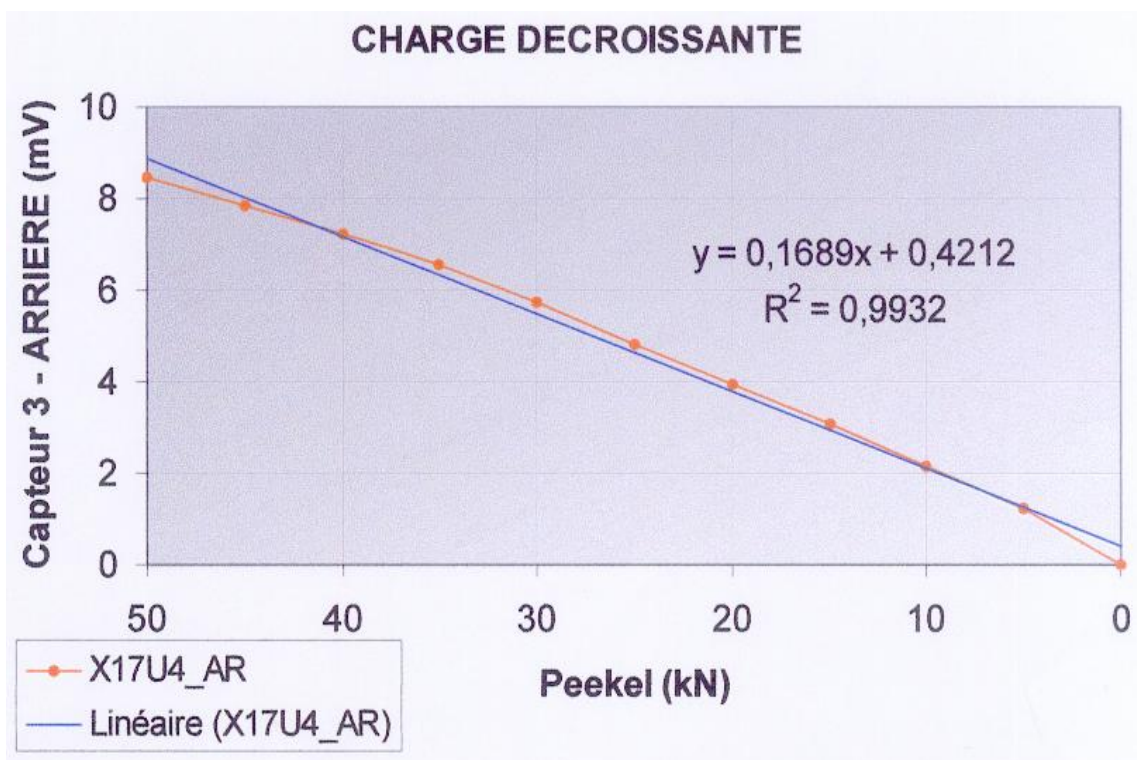


FIG. B.8: Courbes d'étalonnage en décharge croissante du capteur arrière

Annexe C

Graphes de l'étude par analyse topographique de surface

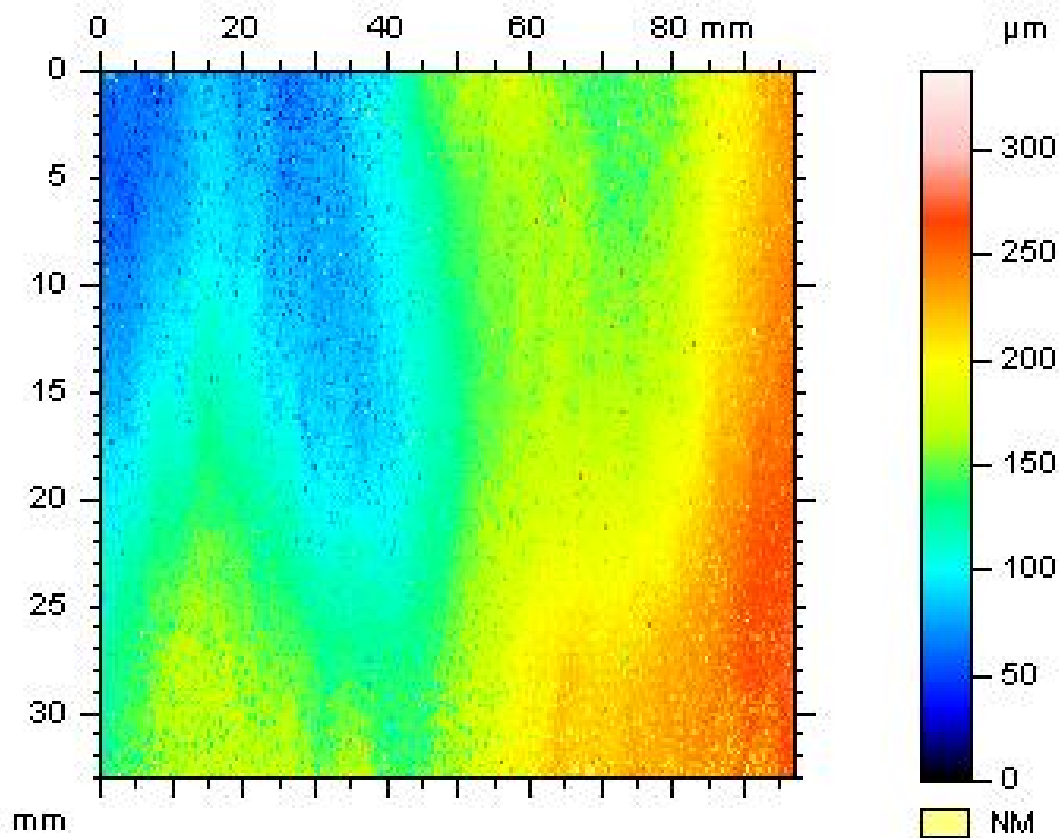


FIG. C.1: Image topographique de la surface d'une plaquette de 80 mm de longueur et 34 mm de largeur.

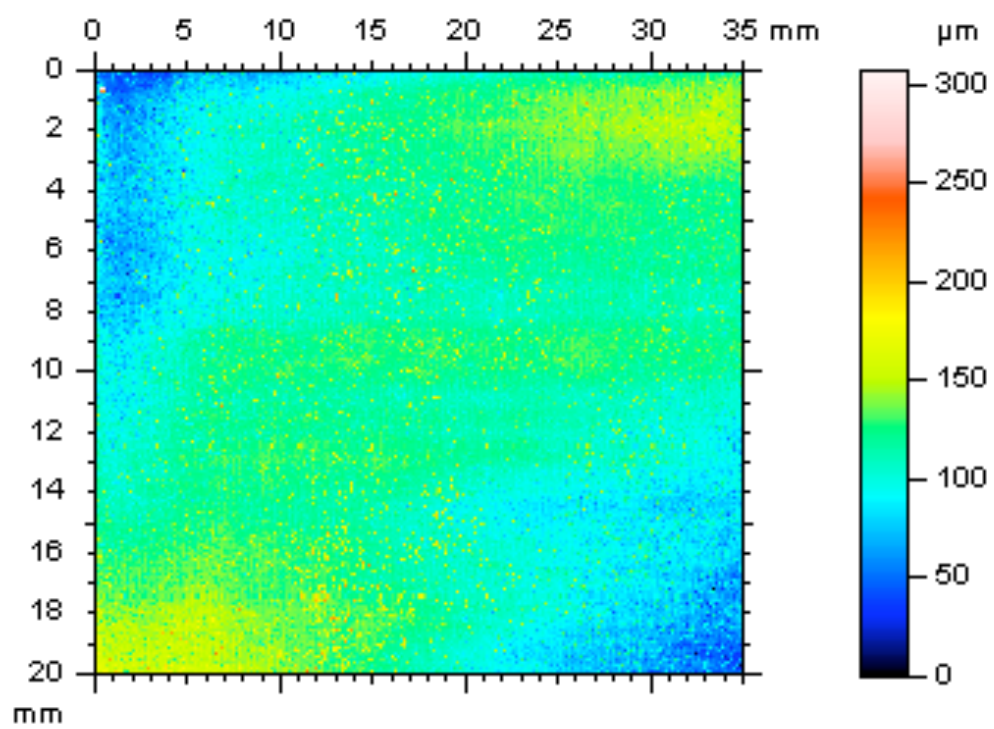


FIG. C.2: Image topographique de la surface d'une plaquette de 20 mm de longueur et 36 mm de largeur. Plaquette bombée en diagonale

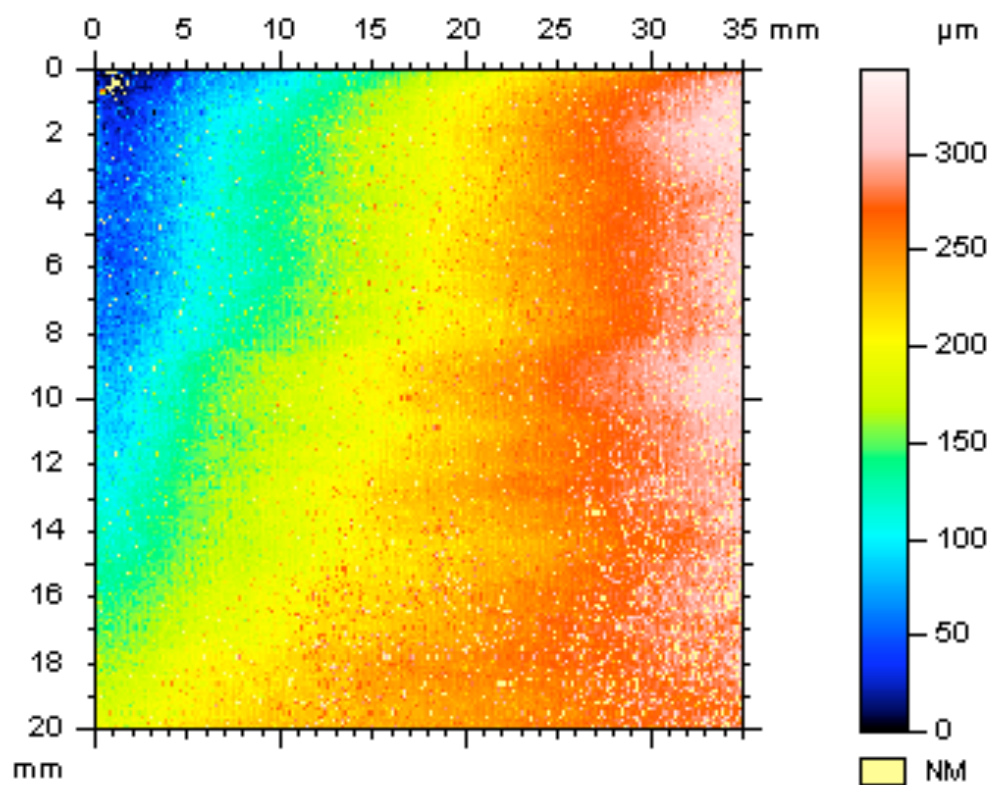
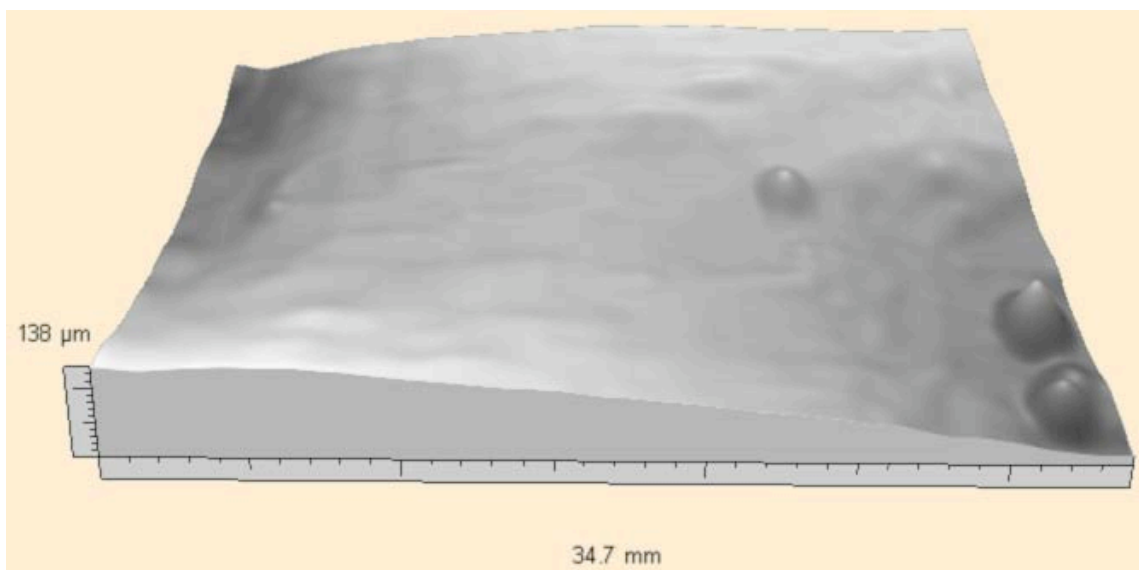
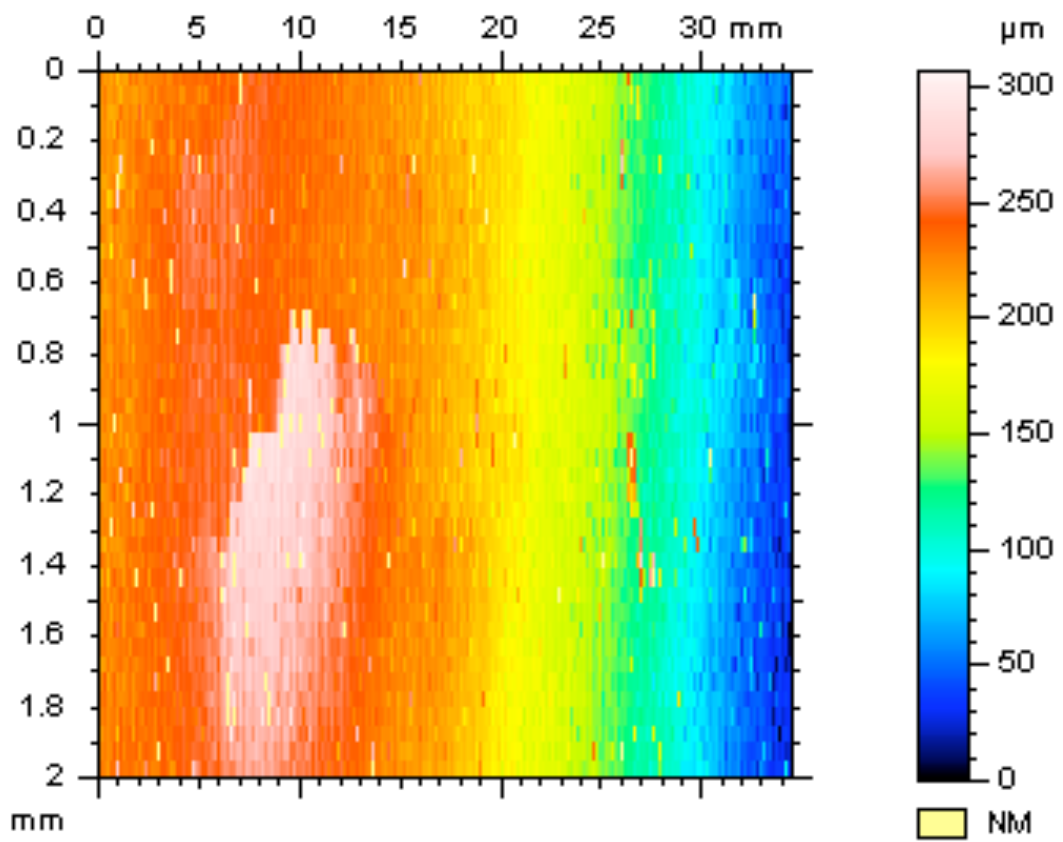
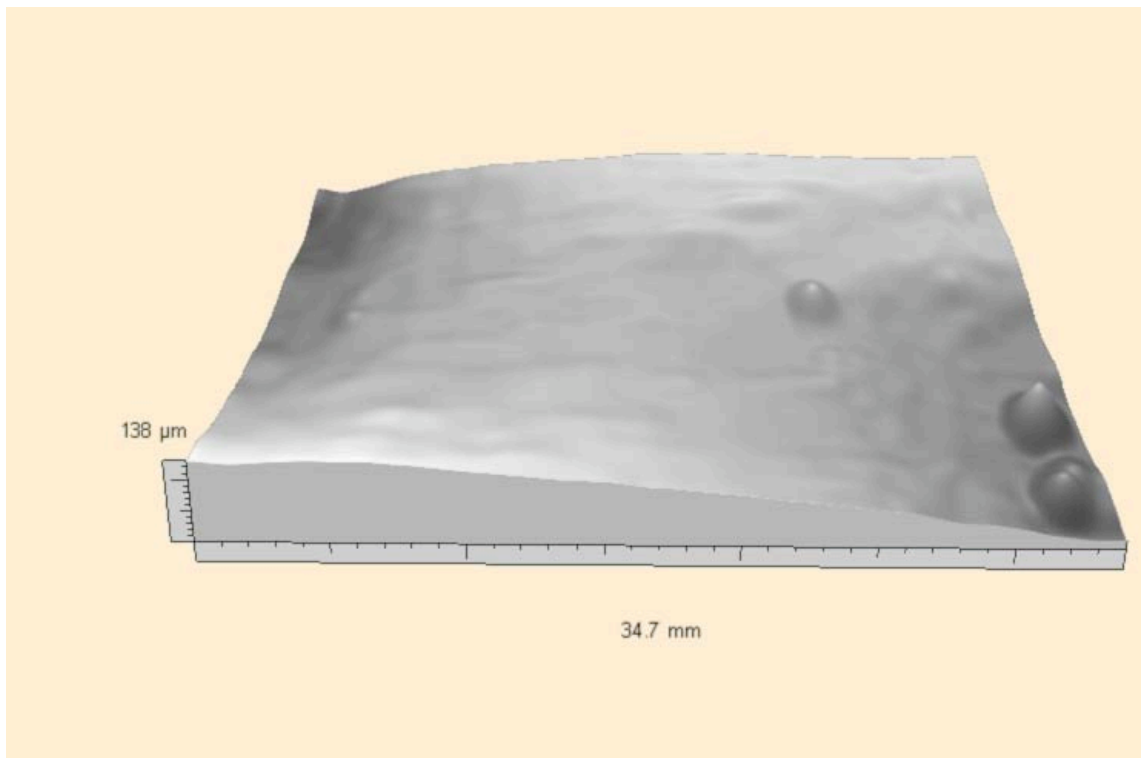
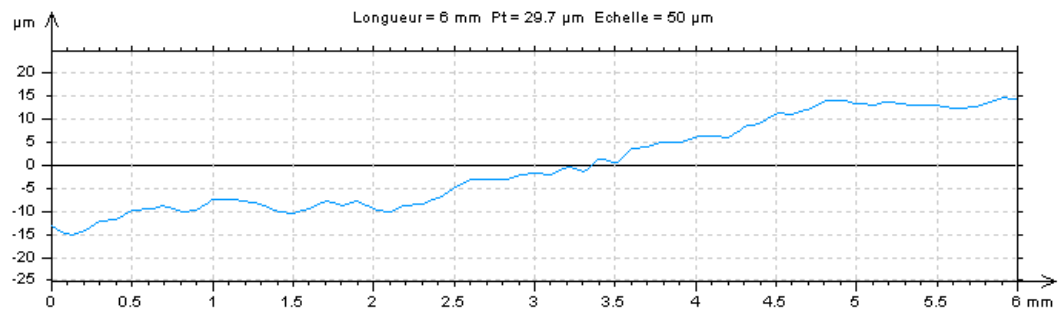


FIG. C.3: Image topographique de la surface d'une plaquette de 20 mm de longueur et 35 mm de largeur. La partie située en bas à droite est sur-élevée





Annexe D

Modèle sur la vis d'alimentation détaillé dans les travaux de YU et al

Cet annexe apporte quelques détails sur le modèle sur la vis présenté au chapitre I sous section I.9.2 et au chapitre III sous section III.3.2. Dans le calcul des forces de résistance intervient le paramètre σ_{0v} qui est la contrainte imposée par la poudre chargée dans la trémie. Cette contrainte est déterminée de la façon suivante :

$$\sigma_{0v} = q_s \gamma B$$

B est la largeur de l'ouverture de la trémie, γ le poids spécifique et en faisant les définitions suivantes :

$$\beta = \frac{1}{2} \left[\phi_h + \sin^{-1} \left(\frac{\sin \phi_h}{\sin \delta} \right) \right]$$
$$X = \frac{\sin \delta}{1 - \sin \delta} \left[\frac{\sin(2\beta + \alpha)}{\sin \alpha} + 1 \right]$$
$$Y = \frac{(\beta + \alpha) \sin \alpha + \sin \beta \sin(\beta + \alpha)}{(1 - \sin \delta) \sin^2(\beta + \alpha)}$$

on obtient le facteur de surcharge par

$$q_s = \frac{Y(1 + \sin \delta)}{2(X - 1) \sin \alpha}$$

Calcul des forces

Les différentes forces qui entre jeu lors du transport de la poudre par la vis sont les suivantes :

1. F_{ua} : la force de résistance exerçant sur l'interface extérieure (zone de cisaillement

sous la trémie).

2. F_{ca} est la force de résistance exerçant la surface de l'axe de la vis.
3. F_{la} représente la force de résistance sur l'ailette avant de la vis.
4. F_{ta} est la force résistance sur l'interface du tube de la vis.
5. F_{da} est la force motrice sur l'ailette arrière de la vis. Elle est déterminée en supposant l'équilibre des forces sur un pas de vis.

Ces forces sont déterminées à partir des forces élémentaires sur chaque interface (pour le calcul des forces élémentaires, on peut se référer à l'article de YU et al [63]).

$$dF_{ua} = \mu_e \sigma_{0v} R_{ve} P_v d\theta \cos(\alpha_0 + \phi_h)$$

$$F_{ua} = \mu_e \sigma_{0v} R_{ve} P_v \cos(\alpha_0 + \phi_h) \int_0^\pi d\theta$$

$$= \frac{\pi}{2} c_p \mu_e \cos(\alpha_0 + \phi_f) \sigma_{0v} D_v^2$$

$$\text{Avec } \mu_e = (0.8 - 1.0) \sin \delta, \quad c_p = \frac{P_v}{D_v}$$

$$dF_{ca} = \mu_w \sigma_{wa} R_{vi} P_v \sin \alpha_c \int_0^{2\pi} d\theta$$

$$F_{ca} = \mu_w \sigma_{wa} R_{vi} P_v d\theta \sin \alpha_c$$

$$= \frac{\pi c_d (c_t - c_d)}{4} \sin \alpha_c \left[\exp\left(\frac{4\mu_w \lambda_s c_p}{c_t - c_d}\right) - 1 \right] \sigma_{0v} D_v^2$$

$$\text{Avec } c_d = \frac{R_{vi}}{R_{ve}}, \quad c_t = \frac{2R_t}{D_v}$$

$$dF_{la} = (1 + \tan \alpha_r \tan \phi_f) \lambda_s \sigma_{0v} r dr d\theta$$

$$F_{la} = \lambda_s \sigma_{0v} \int_{R_{vi}}^{R_{ve}} \int_0^{2\pi} r (1 + P_v / (2\pi r) \mu_f) dr d\theta$$

$$= \lambda_s \left[\frac{\pi}{4} (1 - c_d^2) + \frac{\mu_f c_p}{2} (1 - c_d) \right] \sigma_{0v} D_v^2$$

$$dF_{ta} = \mu_w \sigma_{wa} R_t P_v \cos(\alpha_0 + \phi_f) d\theta$$

$$F_{ta} = \mu_w \sigma_{wa} R_t P_v \cos(\alpha_0 + \phi_f) \int_{R_{vi}}^{R_{ve}} \int_0^\pi dr d\theta$$

$$= \frac{\pi}{8} c_t (c_t - c_d) \cos(\alpha_0 + \phi_f) \left[\exp\left(\frac{4\mu_w \lambda_s c_p}{c_t - c_d}\right) - 1 \right] \sigma_{0v} D_v^2$$

$$F_{da} = F_{ua} + F_{ca} + F_{la} + F_{ta}$$

Calcul du couple

Le couple de la vis sur un pas de vis est déterminé par :

$$T_p = 2 \pi \sigma_a \int_{R_{vi}}^{R_{ve}} r^2 \tan(\alpha_r + \phi_f) dr$$

Pour calculer cet intégral, on pose

$$K_s = \frac{2\pi}{D_v^3} \int_{R_{vi}}^{R_{ve}} r^2 \tan(\alpha_r + \phi_f) dr$$

Avec $\alpha = P_v/2\pi r$ et $\tan\phi_f = \mu_f$, K_s devient

$$K_s = \frac{2\pi}{D_v^3} \int_{R_{vi}}^{R_{ve}} r^2 \left(\frac{1 + 2\pi\mu_f r/P_v}{2\pi r/P_v - \mu_f} \right) dr$$

En faisant le changement de variable $x = r/P_v$, K_s s'écrit

$$K_s = \frac{2\pi P_v^3}{D_v^3} \left(\int_{R_{vi}/P_v}^{R_{ve}/P_v} \frac{x^2}{2\pi x - \mu_f} dx + \int_{R_{vi}/P_v}^{R_{ve}/P_v} \frac{2\pi\mu_f x^3}{2\pi x - \mu_f} dx \right)$$

Le calcul du premier intégral donne :

$$\begin{aligned} \int_{R_{vi}/P_v}^{R_{ve}/P_v} \frac{x^2}{2\pi x - \mu_f} dx &= \frac{1}{4\pi} \left[\left(\frac{R_{ve}}{P_v} \right)^2 - \left(\frac{R_{vi}}{P_v} \right)^2 \right] + \frac{\mu_f}{4\pi^2} \left(\frac{R_{ve}}{P_v} - \frac{R_{vi}}{P_v} \right) \\ &\quad - \frac{3\mu_f^2}{16\pi^3} + \frac{\mu_f^2}{8\pi^3} \ln \left(\frac{2\pi R_{ve}/P_v - \mu_f}{2\pi R_{vi}/P_v - \mu_f} \right) \end{aligned}$$

Quant au deuxième intégral, il peut être écrit comme suit :

$$\int_{R_{vi}/P_v}^{R_{ve}/P_v} \frac{2\pi\mu_f x^3}{2\pi x - \mu_f} dx = \frac{\mu_f}{3} \left[\left(\frac{R_{ve}}{P_v} \right)^3 - \left(\frac{R_{vi}}{P_v} \right)^3 \right] + \frac{\mu_f}{2\pi} \int_{R_{vi}/P_v}^{R_{ve}/P_v} \frac{x^2}{x/\mu_f - 1/(2\pi)} dx$$

On a

$$\begin{aligned} \int_{R_{vi}/P_v}^{R_{ve}/P_v} \frac{x^2}{x/\mu_f - 1/(2\pi)} dx &= \frac{\mu_f}{2} \left[\left(\frac{R_{ve}}{P_v} \right)^2 - \left(\frac{R_{vi}}{P_v} \right)^2 \right] \\ &+ \frac{\mu_f}{4\pi^2} \left(\frac{R_{ve}}{P_v} - \frac{R_{vi}}{P_v} \right) - \frac{3\mu_f^3}{8\pi^2} + \frac{\mu_f^3}{4\pi^2} \ln \left(\frac{2\pi R_{ve}/P_v - \mu_f}{2\pi R_{vi}/P_v - \mu_f} \right) \end{aligned}$$

On utilise les variables sans dimension $c_d = d_v/D_v = R_{vi}/R_{ve}$ et $c_p = P_v/D_v$ et finalement on obtient

$$\begin{aligned} \frac{K_s}{\pi c_p^3} &= \frac{\mu_f}{12c_p^3}(1 - c_d^3) + \frac{1 + \mu_f}{8\pi c_p^2}(1 - c_d^2) \\ &+ \frac{\mu_f(1 + \mu_f^2)}{4\pi^2 c_p}(1 - c_d) - \frac{3\mu_f^2(1 + \mu_f^2)}{8\pi^3} \\ &+ \frac{\mu_f(1 + \pi^2)}{4\pi^3} \ln \left(\frac{\pi - \mu_f c_p}{\pi c_d - \mu_f c_p} \right) \end{aligned}$$

Annexe E

Représentation de la contrainte équivalente en fonction de la pression hydrostatique

Les courbes présentées ici sont obtenues à partir de la simulation numérique 3D à des endroits différents dans la zone de compaction. Les simulations sont conduites à pression imposée et vitesse imposée.

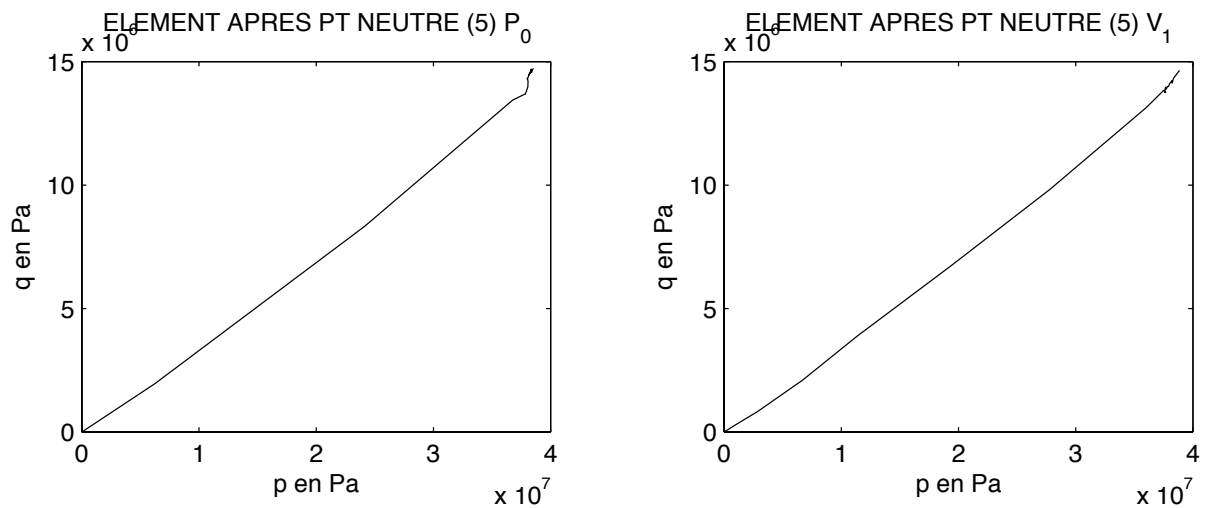


FIG. E.1: Pression et contrainte prises après l'angle neutre dans l'épaisseur de la plaquette

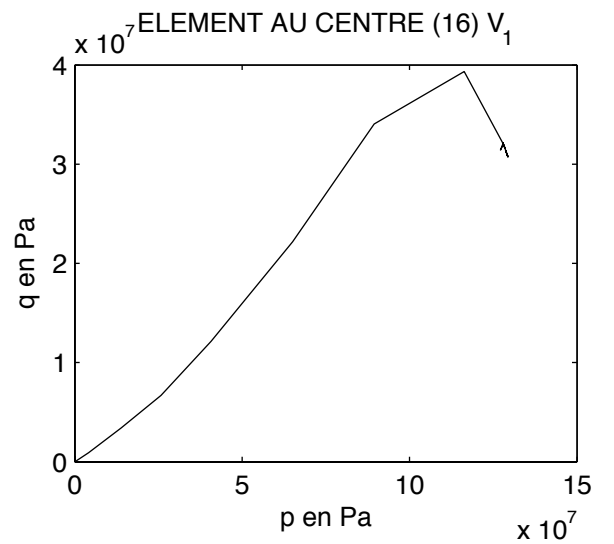
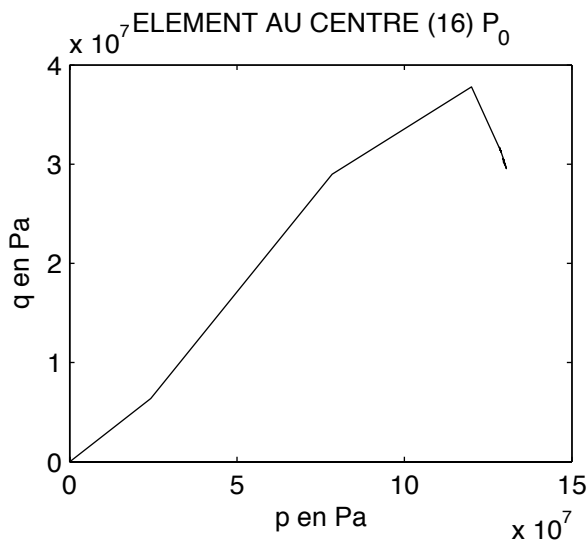
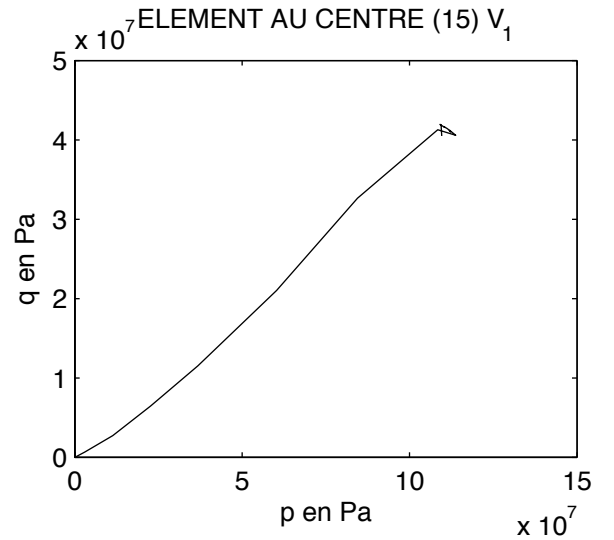
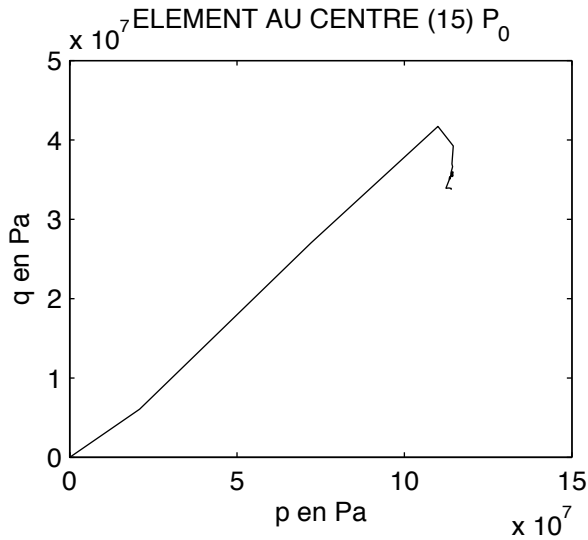


FIG. E.2: Pression et contrainte prises dans l'épaisseur à l'angle neutre

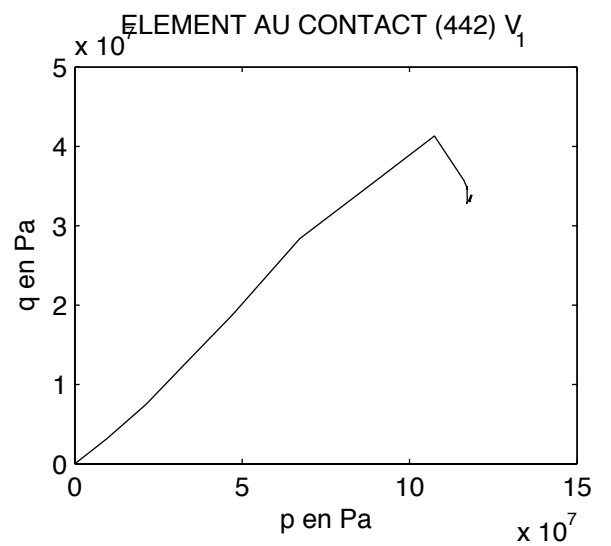
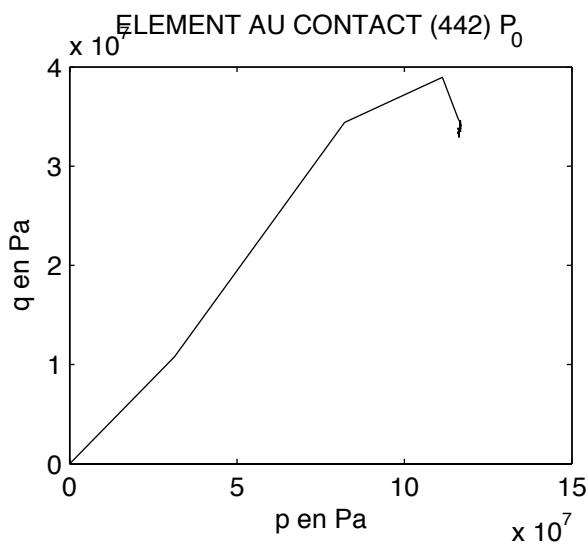
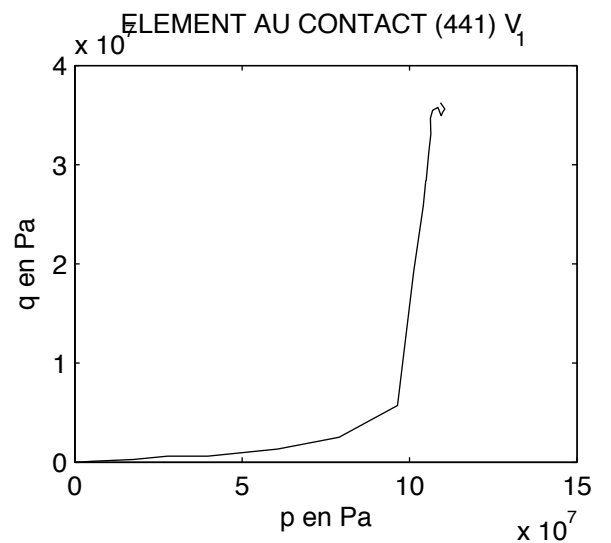
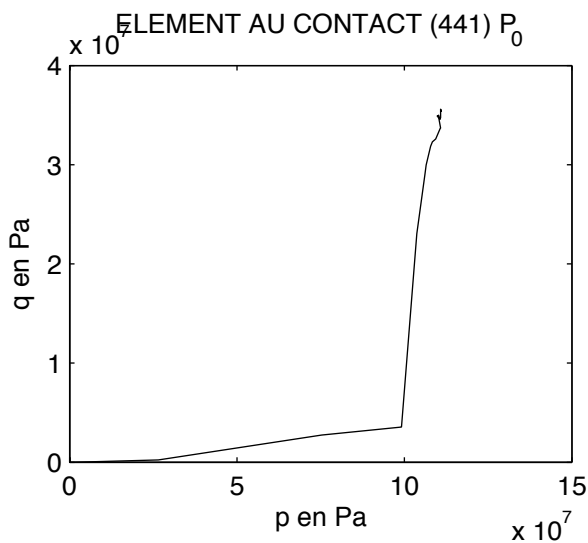


FIG. E.3: Pression et contrainte prises à la surface de contact à l'angle neutre

RÉSUMÉ

Les solides divisés comme la poudre nécessite parfois un processus de granulation pour leur traitement, leur manipulation et leur stockage. Un moyen rapide et efficace pour réaliser la granulation est la granulation sèche par presses à rouleaux. Une compréhension quantitative s'est révélée difficile à développer en raison de la complexité du comportement des poudres et le grand nombre de conditions opératoires.

Pour progresser dans la compréhension du procédé, une presse a été instrumentée, des méthodes pour caractériser le comportement de poudres et l'hétérogénéité de la plaquette ont été mises en place et enfin une modélisation 3D par éléments finis a été développée pour prédire les propriétés du compact en fonction des propriétés de poudres et des paramètres procédés.

MOTS CLÉS : Compactage à rouleaux, Modélisation éléments finis 3D, Modèle de Drucker-Prager/Cap, Pression d'alimentation, Hétérogénéité des compacts, Comportement mécanique, Modélisation de la vis.

ROLLING PROCESS COMPACTION : EXPERIMENTAL STUDY AND 3D FINITE ELEMENT MODELLING

ABSTRACT

Particulate solids such as powders often require size enlargement to render them handleable and suitable for storage and processing. To release that, one quick and efficient way is the process of the dry agglomeration with roller compactors. A quantitative understanding has proved difficult to develop because of the complexity of the powders behaviour and the great number of operating conditions.

To progress in the understanding of the process, a special designed instrumented roll press was used. The instrumentation is made so that sensors do not lead to the roller surface. This helps to prevent fine particles of powder to infiltrate in small holes around the sensors.

Powder behaviour at low density and during compaction was studied in order to understand the evolution of properties during powder densification. Some methods were used to characterize heterogeneity over the compact strip. A three dimensional finite element method was implemented to predict properties of the compact in correlation with powder properties and process parameters. The result of this modelling shows that some compact properties like pressure compaction and bulk density over the strip is higher at the centre.

KEY WORDS : Rolling compaction, 3D finite element modelling, Drucker-Prager/Cap model, Feed pressure, Compact Heterogeneity, Mechanical behaviour, Screw Modelling.

