HAL
open science

Compréhension et modélisation du comportement du clinker de ciment lors du broyage par compression

Vivien Esnault

To cite this version:

Vivien Esnault. Compréhension et modélisation du comportement du clinker de ciment lors du broyage par compression. Autre. Université Paris-Est, 2013. Français. NNT : 2013PEST1027 . tel-01165769

HAL Id: tel-01165769

https://pastel.hal.science/tel-01165769

Submitted on 20 Jun 2015

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.

UNIVERSITÉ PARIS-EST MARNE LA VALLEE
ECOLE DES PONTS-PARISTECH

ÉCOLE DOCTORALE SIE
SCIENCES, INGENIERIE ET ENVIRONNEMENT

THESE

en vue de l'obtention du grade de

Docteur
de l'Universié Paris-Est Marne-La-Vallée
Spécialité : MÉCANIQUE

Présentée et soutenue par

Vivien P. B. ESNAULT

Compréhension et modélisation du comportement du clinker de ciment lors du broyage par compression

Thèse dirigée par Luc DORMIEUX

soutenue le 19 juin 2013

préparée :
au laboratoire NAVIER (UMR 8205), Champs-sur-Marne (77)
au Lafarge Centre de Recherche, Saint-Quentin-Fallavier (38)

Jury :

Rapporteurs :	Gaël COMBE	-	Université Joseph Fourier (Grenoble)
	Alain DE RYCK	-	Ecole des Mines d'Albi-Carmaux
Directeur :	Luc DORMIEUX	-	Ecole des Ponts-ParisTech
Examinateurs :	Sandrine BEC	-	Ecole Centrale de Lyon
	François DE LARRARD	-	Lafarge Centre de Recherche (Saint-Quentin-Fallavier)
	Jean-Noël ROUX	-	IFSTTAR (Marne la Vallée)

Remerciements

Ce travail a été effectué au sein du laboratoire Navier, unité mixte de recherche commune à l'Ecole des Ponts-ParisTech, l'IFFSTAR et le CNRS, ainsi qu'au Lafarge Centre de Recherche, principale unité de recherche et développement du groupe Lafarge, que je remercie de son soutien financier au cours de ces trois ans.
Je tiens à remercier Luc Dormieux et Jean-Noël Roux pour la direction de ce travail, pour leur aide et leurs conseils, ainsi que leurs encouragements constants. En particulier, je les remercie pour la souplesse dont ils ont su faire preuve lorsqu'il a fallu formaliser en termes scientifiques un problème avec lequel ils n'étaient pourtant pas familiers.
Merci aussi à Gaël Combe et Alain de Ryck, rapporteurs de ce travail, ainsi que Sandrine Bec et François de Larrard qui me font l'honneur de participer au jury.

La genèse de ce travail doit énormément à Paul Acker, à l'époque directeur scientifique du LCR de Lafarge, et sans son enthousiasme communicatif ce travail n'aurait certainement jamais vu le jour. Je lui dis merci et lui souhaite le meilleur pour sa retraite.
Au LCR, j'ai aussi bénéficié d'un soutien toujours dynamique et d'une intégration parfaite au sein du groupe de compétence « Solides Divisés ». Je tiens à remercier en particulier son ancien chef Christian Artelt, son successeur Hassan Baaj, ainsi bien sûr que le chef du projet «Broyage », Daniel Heitzmann, avec lequel il a été un plaisir de travailler au jour le jour.
Toujours en ce qui concerne Lafarge, l'aide et les conseils de Gilles Rochard, directeur du portefeuille de recherche « Ciments », et de Didier Dumont, de la Direction de la Performance Cimentière, auront aussi été précieux.
Enfin, je n'oublie bien sûr pas Hongben Zhou et Mohamed-Amine Handour qui auront encadré pour l'un, réalisé pour l'autre une grande partie des expériences nécessaires à la réalisation de cette étude.

Je remercie aussi Abder Michrafy, du laboratoire RAPSODIES de l'Ecole des Mines d'Albi-Carmaux, tant pour ses conseils et son accueil chaleureux que pour m'avoir permis d'accéder à des équipements et des compétences indispensables à cette étude. Merci aussi à Driss Oulahna et Alain de Ryck, de ce même laboratoire.

Que ce soit à l'Ecole des Ponts ParisTech, à son antenne de Kepler, au LCR de Lafarge, à l'Ecole des Mines d'Albi-Carmaux, j'ai eu la chance de travailler avec des équipes dynamiques et accueillantes, qui auront contribué à rendre ces trois années valorisantes du point de vue professionnel, stimulantes intellectuellement et épanouissantes sur le plan personnel.

Mes remerciements vont enfin à Claire, ma femme, pour avoir été à mes cotés tout au long de ces trois ans, et n'avoir jamais ni moqué ni douté de mon dévouement à la cause du "cassage de cailloux". Et à mon fils David, né juste à temps pour voir la conclusion de ce travail.

Compréhension et modélisation du comportement du clinker de ciment lors du broyage par compression

Résumé :

On appelle clinker le matériau obtenu par cuisson de calcaire et d'argile et qui constitue le principal ingrédient du ciment Portland, composant essentiel de la majorité des bétons produits dans le monde. Ce clinker doit être finement broyé avant de pouvoir présenter une réactivité suffisante. La maitrise des procédés de broyage représente un enjeu considérable pour l'industrie cimentière : il s'agit du premier poste en termes de consommation électrique d'une usine, en partie du fait de l'inefficacité des procédés employés.

Les techniques de broyage par compression, apparues au cours des années 80, ont constitué un progrès majeur du point de vue de l'efficacité énergétique, mais la généralisation de leur utilisation a été freinée par des problèmes de maitrise du procédé, en particulier pour des finesses importantes. L'enjeu de cette thèse est une meilleure compréhension des phénomènes en jeu lors du broyage par compression du clinker, en vue d'un meilleur contrôle des installations industrielles lors de la fabrication de produits fins.

Nous nous sommes intéressés en particulier au comportement, du point de vue fondamental, d'un matériau granulaire subissant une fragmentation de ses grains, en nous appuyant sur la simulation numérique d'un Volume Elémentaire Représentatif de matière par les éléments discrets (DEM). Nous avons aussi recherché une loi de comportement permettant de relier contraintes, déformation, et évolution de la taille des particules pour le matériau broyé, en nous appuyant à la fois sur la micromécanique et les techniques d'homogénéisation, et un modèle semi-empirique de bilans de masses. Enfin, un premier pas vers la modélisation du procédé industriel et notamment sa simulation par éléments finis a été esquissé, afin de résorber les difficultés rencontrées en pratique par les industriels.

Mots clés : Broyage, fragmentation, simulation DEM, homogénéisation, méthodes de bilans de masse

Understanding and modeling the behavior of cement clinker during compressive grinding

Abstract :

Clinker is the material obtained by calcination of a mix of clay and limestone, and it is the main component of Portland cement, a crucial ingredient for the majority of concrete used around the world. This clinker must be finely ground to have a sufficient reactivity. Mastering the grinding process is a key issue in the cement industry : it is the first source of expense in terms of electric consumption in a factory, partially because of the overall inefficiency of the process.

Compressive grinding techniques, first appeared during the 80's, allow major improvements in terms of energy efficiency, but the general implementation is yet to come, hindered by process control issues, especially for high fineness. The goal of this study is a better understanding of phenomenons occurring during compressive grinding of clinker, in order to improve process control for industrial installations when dealing with fine products.

We particularly choose to study the behaviour, on a fundamental point of view, of a granular material subjected to grain fragmentation, using the numerical simulation of an Elementary Representative Volume of material through Discrete Element Method (DEM). We also looked for a behaviour law able to provide a link between stress, strain, and grain size evolution for the ground material, using at the same time micromechanics and homogenization technique, and a semi-empirical mass balance model. Finally, we made first efforts in the direction of modelling the whole process through numerical simulation by Finite Element Method (FEM), in order to tackle the issue met by the industrials in operations.

Keywords : Grinding, comminution, DEM simulation, Homogenization, mass balance models

Table des matières

1 Introduction **1**
1.1 Motivation de l'étude 1
1.2 Annonce du plan 2

2 Broyage par compression dans l'industrie cimentière : Enjeux **7**
2.1 Procédé cimentier et broyage 7
2.1.1 Production du ciment Portland 7
2.1.2 Impact carbone de la production de clinker et du broyage 9
2.1.3 Le procédé de broyage traditionnel : le broyeur à boulets 10
2.2 Technologies de broyage par compression 12
2.2.1 Revue des technologies de broyage par compression 13
2.2.2 Avantages et inconvénients des technologies par compression . . . 19
2.2.3 Problèmes de stabilité des broyeurs par compression : exemple de la presse à rouleaux 20
2.3 Evaluation de l'efficacité des procédés de broyage 27
2.3.1 Loi de Kick, loi de Bond, loi de Rittinger 28
2.3.2 Définition de l'efficacité énergétique 29

3 Compression œdométrique d'un lit de particules fragiles **33**
3.1 Compression œdométrique et broyage 34
3.1.1 Le test œdométrique comme cas-modèle de broyage par compression 34
3.1.2 Evolution de la contrainte en fonction de la déformation 36
3.1.3 Comportement plastique à l'échelle macroscopique 38
3.1.4 Notion de granulométrie limite 42
3.2 Fragilité à l'échelle du grain 44
3.2.1 Fragilité du clinker : origines microstructurales 44
3.2.2 Fragilité : effets d'échelle et lieu de l'initiation de fissure 46
3.2.3 Comportement plastique à petite échelle 49
3.2.4 Observation d'un échantillon de poudre compactée par microscopie électronique 51
3.3 Travaux réalisé à partir la compaction œdométrique 57

4 Compression œdométrique : Simulation numérique DEM **59**
4.1 Modélisation DEM du broyage 60
4.1.1 Simulation DEM et fragmentation 60
4.1.2 Limites et objectifs de l'étude DEM 62
4.2 Présentation du modèle et comportement général 65
4.2.1 Matériau modèle et procédures de simulation 65
4.2.2 Contraintes, déformation et rupture 71
4.2.3 Notion de cascade de ruptures 80

4.3 Effets comparés des paramètres sur la dynamique de fragmentation 83
4.3.1 Effet du choix du critère de rupture 84
4.3.2 Effet de la densité initiale 85
4.3.3 Effet de la déformation caractéristique à la rupture 90
4.3.4 Effet de la dispersion des propriétés des particules 93
4.3.5 Bilan de l'étude paramétrique 98
4.4 Dynamique des grains après une rupture, effets énergétiques 98
4.4.1 Procédure pour la rupture d'un grain unique et suivi des échanges énergétiques 98
4.4.2 Perturbation de l'assemblée de grain par un évènement de rupture unique 100
4.4.3 Echanges énergétiques après un évènement de rupture unique . . . 102
4.4.4 Bilan de l'étude dynamique et énergétique 112
4.5 Conclusion de l'étude DEM 113

5 Compression oedométrique : modèle de fragmentation par bilans de masse 117
5.1 Modèles de bilans de masse et broyage 118
5.1.1 Principe des modèles de bilan de masse, application aux broyeurs à boulets 118
5.1.2 Applications au broyage par compression 119
5.1.3 Modèle développé dans cette étude 122
5.2 Dispositif expérimental mis en place au Lafarge Centre de Recherche . . . 124
5.2.1 Cellule de compression œoedométrique 124
5.2.2 Caractérisation de la granulométrie des produits formés 131
5.2.3 Résultats type, Reproductibilité 133
5.3 Application du modèle PBM 137
5.3.1 Procédure de calibrage du modèle 138
5.3.2 Test de la capacité prédictive sur échantillons polydisperses 146
5.4 Conclusion concernant le modèle PBM 157

6 Compression œdométrique : Approche micromécanique 161
6.1 Modélisation micromécanique de la plasticité des assemblées de grains fragiles et homogénéisation 162
6.1.1 Modélisation micromécanique de la plasticité macroscopique des matériaux granulaires 162
6.1.2 Homogénéisation des matériaux aléatoires, schéma auto-cohérent . 163
6.2 Application d'un schéma d'homogénéisation autocohérent au broyage par compression 166
6.2.1 Détermination des propriétés élastiques 166
6.2.2 De la fragilité locale à la définition d'un seuil plastique macroscopique 177
6.2.3 Aspects des critères, dépendance vis à vis des paramètres 182
6.3 Résultats et discussions 188
6.3.1 Variantes du modèle et adaptation aux données expérimentales . . . 188

6.3.2 Discussion de la correspondance modèles/résultats expérimentaux . 194
6.4 Conclusion de l'approche micromécanique 201

7 Simulation des effets de l'air lors du broyage par compression 205
7.1 Simulation numérique de la compaction à rouleaux et des flux de gaz 206
7.1.1 Modélisation de la compaction ou du broyage à rouleaux 206
7.1.2 Modélisation des flux de gaz en procédés des poudres 208
7.2 Modèle de Johanson (1D) avec couplage gaz-solide 211
7.2.1 Présentation du modèle 211
7.2.2 Simulations 1D : résultats généraux 217
7.2.3 Effets de la fragmentation des particules, effets d'échelle 224
7.3 Modèle éléments finis 2D avec couplage gaz-solide 230
7.3.1 Implémentation du modèle éléments finis 230
7.3.2 Résultats de la modélisation 2D 236
7.4 Conclusion sur la simulation des effets de l'air 245

8 Conclusion 249

A Problème d'Eshelby pour une une sphère avec interface imparfaite 253

B Modèle micromécanique : résultat de l'optimisation par rapport aux données expérimentales 255

C Paramètres des lois de Drucker-Prager pour les simulations éléments finis 2D 259

Bibliographie 261

Chapitre 1

Introduction

1.1 Motivation de l'étude

Obtenir une farine à partir de grains de céréales. Libérer les composants utiles de leur gangue de minerai pour faciliter leur extraction dans l'industrie minière. Disperser les colorants pour optimiser leurs propriétés optiques. Faciliter la combustion du charbon dans une centrale thermique. Les procédés de broyage, c'est à dire de réduction en poudre d'un matériau brut, se retrouvent dans de très nombreuses industries.
Lors de la fabrication d'un ciment, on a recours au broyage pour deux étapes du procédé. En amont du four, lors de la préparation du "cru", le mélange minéral que l'on cuit pour obtenir le "clinker" ; et en aval du four où le clinker doit être réduit en une fine poudre afin de devenir le principal composant du ciment dit "Portland". La phase de broyage du clinker est particulièrement exigeante, du fait de la dureté du matériau, de la finesse finale exigée (20 μm en moyenne), et des quantités produites. En 2010, la production de ciment Portland, à la base de tous les bétons usuels, atteignait les 3.3 milliards de tonnes.

Dans tous les procédés industriels de broyage, et pour le broyage du clinker en particulier, l'efficacité énergétique est un problème capital. Diviser un solide, et donc créer de la surface libre a un coût énergétique intrinsèque. Mais l'inefficacité des procédés est aussi en jeu. Dans l'industrie cimentière, on utilise traditionnellement des broyeurs à boulets : de grands cylindres rotatifs dans lesquels la matière est mélangée à des boulets d'acier. Le broyage a lieu par rupture fragile des particules lors de chocs entre boulets et matière. Or si l'on prend comme référence l'énergie de fracturation des minéraux à broyer, l'efficacité énergétique de ce système est seulement de 1 ou 2 %. Appliqué aux volumes concernés, on peut comprendre que la dépense énergétique prenne des proportions considérables, de l'ordre de 1% de la production électrique mondiale pour le broyage du seul clinker.
Les techniques de broyage dites "par compression" regroupent des technologies reposant sur la compression de la matière entre deux corps broyants. Les broyeurs à rouleaux, où la matière à broyer est mise sous pression entre deux cylindres en rotation en est l'exemple le plus emblématique. Par opposition avec les broyeurs à boulets qui brisent les particules lors de chocs, la rupture est ici engendrée par la mise sous contrainte de l'assemblée des grains à des vitesses relativement lentes (temps de chargement de l'ordre de la seconde), au point que l'on peut assimiler le processus à un chargement quasistatique.
Les procédés par compression permettent des économies d'énergie substantielles, jusqu'à 40 % par rapport à un broyeur à boulets. Ils ont été introduits dans l'industrie cimentière au début des années 80, et bénéficient désormais d'un important retour d'expérience industriel. Leur principal défaut concerne leur manque de stabilité pour la fabrication de

produits fins. En pratique, le procédé est maitrisé pour la production de ciments usuels, mais l'on préfère souvent cantonner leur utilisation à des opérations de pré-broyage, la finesse finale étant obtenue au moyen d'un broyeur à boulets. De plus, il existe une tendance de fond vers la commercialisation de ciments plus fins et plus réactifs : l'utilisation de broyeurs par compression se révèle alors vraiment problématique. Cette limitation vis à vis des produits fins est d'autant plus dommageable que ce sont les dernières étapes du broyage qui sont les plus exigeantes du point de vue énergétique. Les avantages des technologies par compression ne sont donc pas exploités précisément là où le besoin s'en fait le plus sentir.

Dans l'ensemble, le broyage par compression est l'objet d'une connaissance essentiellement empirique. Le comportement de la matière en compression, les mécanismes en jeu au cours de la fragmentation des particules restent mal connus. Un premier enjeu est donc de mieux comprendre l'évolution de la matière au cours de ces procédés, en particulier en ce qui concerne les aspects énergétiques et de stabilité des systèmes industriels. Cette meilleure connaissance permettrait une meilleure représentation, voire prédiction du comportement de la matière via des lois adaptées. Enfin, une loi de comportement réaliste, du point de vue industriel, consituerait un outil intéressant pour la simulation du procédé, ce qui permettrait la conception de solutions innovantes sans avoir à passer directement à l'étape coûteuse du prototype.
Le travail présenté ici entend apporter des éléments sur ces trois plans : compréhension fondamentale des mécanismes à l'œuvre en broyage par compression, définition de lois de comportement pour la matière broyée, simulation des procédés industriels. Le fil conducteur restant la volonté de mieux comprendre le comportement de ces systèmes pour mieux les maitriser, particulièrement dans le domaine des particules les plus fines. Il pose, nous l'espérons, les bases d'une approche cohérente et scientifique du broyage par compression en milieu industriel.

1.2 Annonce du plan

Les chapitres 2 et 3 sont essentiellement des chapitres d'introduction.
Le chapitre 2 propose une description rapide du procédé de fabrication du ciment Portland en général, et des opérations de broyage du clinker en particulier (2.1). Les procédés de broyage par compression y sont décrits plus en détail, ainsi que les problèmes de stabilité qu'ils rencontrent (2.2). Le rôle particulier de l'évacuation de l'air initialement présent dans la porosité de la matière à broyer y est notamment discuté (2.2.3.2). Enfin, nous discutons des notions d'efficacité énergétiques invoquées en matière de broyage et discutons de leur signification réelle (2.3.2).
Le chapitre 3 concerne les aspects plus scientifiques de l'étude du broyage par compression. On y décrit l'essai de compaction œdométrique, ainsi que son utilisation dans l'étude du broyage par compression (3.1.1). Considéré comme une représentation idéalisé du broyage par compression, cette géométrie simplifiée sera adoptée pour une bonne partie des travaux

présentés ici, en simulation numérique (chapitre 4), pour une étude expérimentale (chapitre 5), ou encore en modélisation micromécanique (chapitre 6). C'est aussi l'occasion de présenter les modèles élastoplastiques adaptés aux milieux granulaires, notamment le modèle de Drucker-Prager/Cap (3.1.3). A l'échelle des grains, nous présentons les discussions autour de la notion de fragilité à l'échelle des grains (3.2), notamment des effets d'échelle (3.2.2) et de la concurrence avec les mécanismes de déformation plastique (3.2.3). Nous présentons enfin des résultats d'imagerie par microscopie électronique à balayage, illustrant les transformations subies par la matière au cours du broyage par compression (3.2.4).

Dans le chapitre 4, nous étudions les mécanismes fondamentaux à l'œuvre lors de la compression d'une assemblée de grains fragiles. Nous utilisons un modèle DEM (Discrete Element Model), en trois dimensions, décrit en 4.2. Nous considèrons le plus souvent une assemblée de 4000 grains de même taille, sous chargement œdométrique et conditions aux limites périodiques. Le comportement fragile des grains est représenté par la disparition du grain détruit et son remplacement par des fragments. Afin de limiter la durée les calculs, la fragmentation est limitée à une seule génération. Ce modèle est simple mais permet de dégager un comportement matériau modèle (4.2.2.2), et des phénomènes collectifs intéressants, comme l'apparition de vastes "cascades" d'évènements de rupture, où la rupture d'un grain initial entraine à sa suite la rupture de plusieurs autres (4.2.3).
L'impact de différents paramètres a été évalué systématiquement : densité de départ, choix du critère de rupture, dispersion des propriétés des particules, et rapport raideur/résistance des grains (4.3). Entre autres résultats, on note que la densité initiale a un impact persistant bien au-delà des premiers évènements de rupture. D'une manière générale, la densité du système se révèle être un paramètre particulièrement pertinent pour décrire l'évolution de la fragmentation (4.3.2). On note aussi l'impact capital du rapport raideur/résistance sur la stabilité des structures granulaires (4.3.3).
Enfin, nous considérons les échanges énergétiques dans le système suite à une rupture (4.4). Nous introduisons notamment dans les simulations une notion d'efficacité énergétique, décrivant le rapport entre l'énergie présente dans le grain brisés, et celle dissipée dans les phénomènes de réorganisation collective suite à la rupture (4.4.3). Cette efficacité se révèle prendre des valeurs entre 1 et 15 %. Un tel résultat nous semble indiquer un rôle capital de ces phénomènes de réorganisation collective sur le bilan énergétique global du broyage. Enfin, nous identifions un impact de la densité initiale et du rapport raideur/résistance sur cette efficacité, selon deux mécanismes différents que nous décrivons.

Les chapitres 5 et 6 visent à proposer des modèles de comportement macroscopique pour la matière broyée en compression.
Dans le chapitre 5, on cherche à établir un modèle permettant de prédire l'évolution de la taille des particules avec l'évolution du chargement. Nous nous basons pour cela sur des modèles dit de "bilans de masse", qui décrivent une cinétique de disparition des différentes classes de taille suite à la rupture des particules, ainsi que la génération des fragments (5.1.1). Ces modèles se révèlent particulièrement difficile à appliquer au cas du broyage par compression, du fait de l'évolution du matériau avec le chargement, et aucun modèle proposé par la littérature ne possède un réel pouvoir prédictif (5.1.2). Nous proposons

donc un modèle original basé sur la dépendance de la cinétique de disparition et de la génération de fragments en la densité (5.1.3).
Ce modèle est appliqué ici à la modélisation de l'évolution de granulométrie lors d'un essai de compaction œdométrique (5.2). Nous décrivons le dispositif mis en place au LCR de ce point de vue, pour la réalisation des essais proprement dits (5.2.1), ainsi que pour l'analyse granulométrique des produits formés, pour laquelle nous nous reposons essentiellement sur la granulométrie laser (5.2.2). Nous présentons aussi les résultats types pour cet essai et discutons de sa reproductibilité (5.2.3).
Le modèle est ensuite confronté à des résultats expérimentaux obtenus selon cette procédure (5.3). Le modèle est d'abord calibré pour un matériau donné à partir d'une base d'essais réalisés sur des fractions monodisperses de différentes tailles (5.3.1). Nous avons ainsi caractérisé trois matières : un clinker, pour lequel nous avons constitué une base d'essai particulièrement exhaustive, ainsi qu'un calcaire et un quartz. Ces trois matériaux présentent des propriétés fragiles très différentes. Le modèle permet à partir de ce calibrage de prédire l'évolution avec la densité de toute granulométrie de départ, et est à ce titre doté d'une réelle capacité prédictive (5.3.2). Dans l'ensemble, les prédictions du modèle se révèlent être tout à fait satisfaisantes. Dans des conditions optimales, l'erreur du modèle ne peut être distinguée des erreurs de mesure sur les granulométries.

Dans le chapitre 6 nous proposons un modèle micromécanique visant à fournir une loi de comportement reliant contraintes et déformations dans la matière broyée. Ce modèle repose sur l'homogénéisation des milieux aléatoires, et plus précisément sur l'application d'un schéma autocohérent à interfaces imparfaites (6.1.2). Selon une approche inspirée d'un travail préexistant, nous appliquons ce schéma à un matériau granulaire pour en estimer les propriétés élastiques et les contraintes moyennes dans les grains, et au voisinage immédiat des contacts (6.2.1). Nous définissons ensuite des critères de rupture à partir de ces estimations moyennes, c'est à dire des valeurs limites associées à la rupture des particules à l'échelle microscopique. A l'échelle macroscopique, on obtient alors des surfaces de contraintes admissibles, correspondant à la limite de l'initiation de la rupture des particules. Ces surfaces sont assimilées à des seuils de plasticité pour le matériau granulaire. On obtient donc un modèle macroscopique élastoplastique, fondé sur des micromécanismes fragiles à l'échelle des grains (6.2.2). Ces seuils plastiques dépendent de la porosité, ce qui permet de tenir compte de l'écrouissage du matériau, ainsi que d'un certain nombre de paramètres laissés libre permettant l'ajustement du modèle à un matériau donné (6.2.3).
Plusieurs variantes du modèle sont établies, selon que la rupture a lieu au cœur des grains ou au niveau des contacts, selon que l'on autorise ou non des sauts de déplacement au niveau des interfaces inter-grains (6.3.1). Ces différentes variantes sont ensuite confrontées à des résultats expérimentaux issus des essais de compression œdométrique décrits en 5.2. Dans l'ensemble, l'adéquation des différentes variantes du modèle aux données expérimentales est plutôt bon. Une variante en particulier propose à la fois une bonne conformité aux données expérimentales et une description convaincante des phénomènes physiques à l'œuvre dans le mélange : un cas ou la rupture a lieu au cœur des grains dans les premiers instants de la compaction, puis plutôt au niveau des contacts lorsque la

densification devient plus importante. Le modèle ne permet cependant pas de démontrer définitivement la validité de ce schéma de fragmentation. Enfin, le modèle ne permet pas de tenir compte explicitement de l'évolution de la taille des particules, et doit être adapté aux résultats des essais, sans capacité prédictive à priori.

Enfin, le chapitre 7 présente une approche visant à modéliser les instabilités sur un exemple de système industriel réel, la presse à rouleaux. Nous nous focalisons sur la simulation des interactions gaz-solide dans l'alimentation, qui ont été identifiées comme la cause la plus probable des difficultés rencontrées dans l'industrie lors du broyage de produits fins (2.2.3.2). Les travaux en la matière sont rares (7.1.1), et il a fallu nous engager dans une collaboration avec l'équipe d'Abder Michrafy de l'Ecole des Mines d'Albi-Carmaux, qui disposait une certaine expérience dans la simulation de la compaction à rouleaux, pour des applications pharmaceutiques. Les modèles proposés reposent sur la modélisation de la diffusion du gaz à travers la porosité du solide au fur et à mesure que celle-ci est résorbée par la compaction, à travers l'application de la loi de Darcy. L'initiation d'une instabilité correspondrait à l'instant où le gradient de pression de gaz exerce un effort suffisamment important pour fluidiser (mettre en suspension) les particules solides, selon une hypothèse couramment retenue dans le domaine (7.1.2).
Un premier modèle 1D a été proposé, c'est à dire que les flux de gaz et de solide ne sont considérés que dans une direction de l'espace seulement, la direction principale de l'écoulement (7.2). On considère alors des tranches de matière homogène, aussi bien concernant le solide que le gaz. Nous nous basons sur une évolution d'un modèle classique pour ce procédé, dit de Johanson (7.2.1). Cette approche basique mais simple à mettre en œuvre nous permet de définir plusieurs gammes de fonctionnement stable ou instable en fonction de la vitesse de rotation des rouleaux (7.2.2). Nous proposons aussi une étude inédite de l'impact de la fragmentation des particules sur ces phénomènes de diffusion d'air, ainsi qu'une évaluation de l'effet de la taille de l'installation (7.2.3).
Nous proposons un modèle plus élaboré, en 2D, reposant sur le calcul par les éléments finis d'une solution pour le solide compacté, puis pour le gaz expulsé (7.3). Il s'agit pour nous essentiellement de valider une telle approche, en montrant sa pertinence vis à vis de l'évaluation des instabilités lors de la préconception de nouveaux systèmes de broyeurs. Notre modèle, appliqué là-encore à la géométrie simple des broyeurs à rouleaux, donne des résultats cohérents avec la modélisation 1D (7.3.2.1). Nous démontrons ensuite sa capacité à produire des résultats intéressants pour des géométries plus complexes en l'appliquant au cas où une fente d'aération dans la colonne d'alimentation permet d'évacuer l'air avant qu'il ne puisse causer des instabilités (7.3.2.2).

CHAPITRE 2

Broyage par compression dans l'industrie cimentière : Enjeux

Le procédé de fabrication du ciment Portland, le rôle du broyage du clinker dans ce procédé, ainsi que son impact en termes énergétiques sont brièvement présentés.
Nous décrivons ensuite les différents types de procédés de broyage par compression, substituts au procédé traditionnel de broyage à boulets. Ces technologies et leur application à la production de ciments fins sont le sujet principal de cette thèse.
Nous discutons enfin des différentes définitions de l'efficacité énergétique du broyage, ainsi que de leurs limitations et du sens physique à leur accorder.

Sommaire

2.1 Procédé cimentier et broyage **7**
2.1.1 Production du ciment Portland 7
2.1.2 Impact carbone de la production de clinker et du broyage 9
2.1.3 Le procédé de broyage traditionnel : le broyeur à boulets 10
2.2 Technologies de broyage par compression **12**
2.2.1 Revue des technologies de broyage par compression 13
2.2.2 Avantages et inconvénients des technologies par compression . . . 19
2.2.3 Problèmes de stabilité des broyeurs par compression : exemple de la presse à rouleaux 20
2.3 Evaluation de l'efficacité des procédés de broyage **27**
2.3.1 Loi de Kick, loi de Bond, loi de Rittinger 28
2.3.2 Définition de l'efficacité énergétique 29

2.1 Procédé cimentier et broyage

2.1.1 Production du ciment Portland

L'immense majorité des ciments utilisés dans le domaine de la construction appartient à la famille des ciments Portland. Les cimentiers aiment à rappeler qu'il s'agit du produit manufacturé fabriqué le plus massivement au monde (dépassé simplement par le béton lui-même) : 3,3 milliards de tonnes en 2010 (dont 56 % pour la Chine).
Ce ciment contient essentiellement des silicates de calcium ("C_3S", "C_2S" dans la notation chimique propre aux cimentiers : "C" = CaO, "S" = SiO_2), ainsi que des aluminates et des

ferro-aluminates de calcium ("C_3A", "C_4AF". En notations cimentières : "A" = Al_2O_3, "F" = Fe_2O_3). Ils forment ce que l'on appelle le clinker. Pour obtenir un ciment, on y ajoute du gypse, et éventuellement d'autres composants minéraux, inertes (comme le calcaire), ou eux aussi à même de réagir avec l'eau (laitiers de haut fourneau, pouzzolanes, cendres volantes de centrales charbon). Le taux minimum de clinker pour un ciment varie selon le type de ciment et les applications, mais est strictement encadré par un système de normes. C'est le clinker qui est responsable pour l'essentiel des propriétés mécaniques du ciment Portland, spécialement aux temps courts (< 28 jours). Pour schématiser grossièrement la chimie complexe de la prise du ciment, les silicates réagissent avec l'eau et créent un réseau d'hydrogels appelés CSH (Calcium Silicate Hydrate) à l'origine des propriétés mécaniques du ciment « pris ».

Dans l'industrie, le clinker est produit à partir d'un mélange d'ingrédients minéraux (argiles et roches calcaires broyées essentiellement), le cru, porté jusqu'à une température de 1400-1500 °C dans un four rotatif. C'est là qu'ont lieu les réactions permettant la formation des silicates de calcium (Figure 2.1). La plus notable est la décarbonatation du calcaire dont le CO_2 est un sous-produit. La production du clinker est donc doublement productrice de CO_2 : via l'utilisation de combustibles variés pour le chauffage du four, et via cette réaction chimique de décarbonatation.

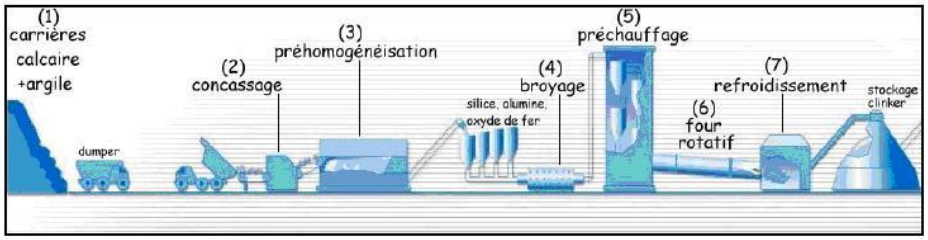

FIGURE 2.1 – Procédé de fabrication du clinker (source : Lafarge)

A la sortie du four, le produit se présente sous la forme de nodules de dimension centimétrique, comme sur la Figure 2.2. Ce produit doit être broyé de façon à présenter une surface de réaction suffisante lors de la prise. On peut décider d'ajouter les autres composants du ciment avant broyage et donc de les broyer ensemble (on parle alors de cobroyage), ou, de plus en plus souvent, de les broyer séparément avant de les mélanger en fin d'opération ou dans la centrale à béton.
Les finesses industrielles s'expriment en surface spécifique Blaine (déduite d'une mesure de perméabilité à l'air de la poudre). Les finesses usuelles se situent entre 3000 et 3500 $cm^2.g^{-1}$, ce qui correspond typiquement à 5% en masse de particules d'une taille supérieure à 45 μm, et 15 % inférieure à 5 μm. Il s'agit donc d'effectuer une réduction de taille de trois ordres de grandeur...
La réactivité du clinker avec l'eau dépendant de la surface disponible, l'étape de broyage est absolument capitale pour les propriétés finales du ciment. On peut corréler finesse du

clinker et cinétique de prise du ciment. Même à long terme, la réaction d'hydratation ne se propage vers le cœur des grains de clinker que de l'ordre 10 μm, des grains de clinker trop grossiers entrainant alors la perte de la matière au cœur des grains qui ne réagit jamais avec l'eau.

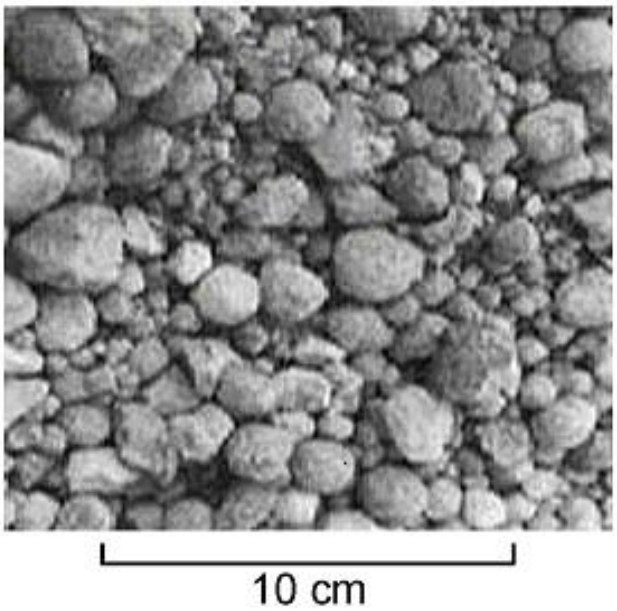

FIGURE 2.2 – Clinker brut, avant broyage (source : wikipedia)

2.1.2 Impact carbone de la production de clinker et du broyage

L'impact carbone de l'industrie cimentière est souvent pointé du doigt. Elle représente à elle seule 5% des émissions de gaz à effet de serre d'origine humaine. Cet impact est toutefois à relativiser au vu des énormes volumes concernés. La construction en béton reste souvent compétitive par rapport à ses concurrents du point de vue des émissions carbones.

Ces émissions peuvent être réparties de la manière suivante :

- Autour de 0.50 kg_{CO_2}/kg_{ciment} pour la réaction chimique de décarbonatation du calcaire
- De 0.24 à 0.64 kg_{CO_2}/kg_{ciment} pour l'alimentation du four en combustible (0.30 kg_{CO_2}/kg_{ciment} en moyenne pour une installation moderne fonctionnant correctement)
- De 0.09 à 0.15 kg_{CO_2}/kg_{ciment} pour la consommation en énergie électrique de l'installation (sur la base d'une électricité produite à partir de charbon)

La première source de consommation électrique d'une cimenterie est le broyage du clinker, qui nous intéresse ici (environ 50%). A noter que le deuxième poste de consommation (environ 25%) est une autre opération de broyage, celle des matières premières en amont du four (broyage du cru).

L'impact du broyage du clinker est donc loin d'être énorme en termes d'émissions de gaz à effet de serre (moins de 5% du total). Mais c'est au regard de son coût énergétique qu'il convient de l'apprécier. En effet, si le four de cimenterie peut être alimenté par des combustibles de qualité inférieure, voire des déchets, l'énergie consommée par le broyage l'est sous forme électrique, une énergie « noble ». A cela il faut ajouter une consommation d'acier importante (usure) qui peut peser sur l'impact du procédé (entre 80 et 200 g d'acier par tonne de produit pour les procédés traditionnels).
Les chiffres se révèlent alors conséquents. Le seul broyage du clinker représente 1% de la consommation électrique mondiale. Pour Lafarge, cela représente une note d'électricité d'environ 350 millions d'euros par an.
Enfin, il convient de noter que la problématique du broyage dépasse de beaucoup l'industrie cimentière. L'industrie minière utilise largement des procédés de broyage, souvent similaires à ceux rencontrés en cimenterie. On citera aussi l'industrie énergétique (broyage du charbon dans les centrales électriques) et l'industrie agroalimentaire. Des études, certes anciennes (1976), estimaient à 3.3% la part de l'électricité mondiale dévolue aux opérations de broyage en général ([Fuerstenau 2002]).

La consommation d'électricité du broyage du clinker est également l'objet d'attention du fait de l'inefficacité du procédé. Des efficacités de 1 à 2% sont avancées pour le procédé traditionnel, le broyeur à boulets ([Fuerstenau 2002, Forgeron 1981, Musa 2009, Wang 2003]). Nous verrons plus loin quel sens donner à de tels chiffres (cf. 2.3).

2.1.3 Le procédé de broyage traditionnel : le broyeur à boulets

Dans les conditions industrielles, ce broyage s'effectue traditionnellement (depuis plus de 100 ans...) dans des broyeurs à boulets. Cette technologie n'est pas l'objet de ce travail mais nous la décrivons néanmoins rapidement afin de placer le contexte de cette étude.
Un broyeur à boulets est un cylindre rotatif, horizontal, dans lequel on fait transiter le clinker mélangé à des boulets d'acier d'une taille s'étalant le plus souvent entre 80 et 15 mm. Les dimensions sont variables, un broyeur standard pouvant faire par exemple 4 mètres de diamètre pour une longueur de 10 mètres, le tout contenant 200 tonnes de boulets en acier. Débits et puissance des installations industrielles sont colossaux : de l'ordre de 80 à 200 tonnes par heure, jusqu'à 10 MW de puissance électrique.

La rotation du cylindre entraine la mise en mouvement du contenu, engendrant des chocs entre les boulets et la matière qui permettent le broyage. Le broyeur est le plus souvent séparé en deux chambres successives, où la taille des boulets varie pour s'adapter à la taille

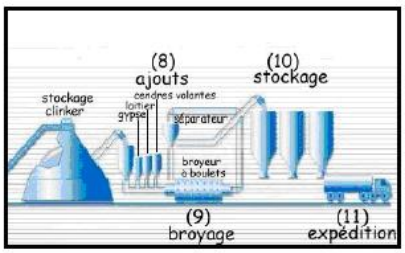

FIGURE 2.3 – Procédé de broyage du clinker (source : Lafarge)

des éléments à broyer. Un courant d'air est maintenu en permanence afin de dissiper les importantes quantités de chaleur créées par le système, et favoriser le transport de la matière. A la sortie, un séparateur dynamique permet de sélectionner les particules présentant une finesse suffisante, le reste étant réinjecté dans le circuit de broyage [Hashim 2004].
Malgré les nombreuses mises au point dont il a pu faire l'objet (optimisation de la vitesse de rotation, de la taille des boulets, du taux de remplissage en clinker et en boulets...), ce système est particulièrement peu efficace énergétiquement. On comprend intuitivement qu'un tel système entraîne de nombreuses dissipations parasites : déformation plastique des boulets et du broyeur, frottements entre particules, chocs inefficaces...

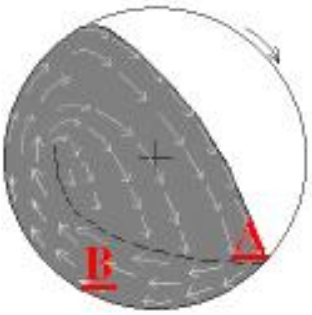

FIGURE 2.4 – Mouvement de la matière dans un broyeur à boulets

On peut s'interroger sur ce qui fait que les broyeurs à boulets restent majoritairement utilisés, et ce même s'il existe des technologies plus efficaces énergétiquement (cf. 2.2).
La première raison est certainement la nature très capitalistique de l'activité. Un broyeur est un équipement extrêmement lourd et onéreux (budget de plusieurs dizaines de millions d'euros pour un atelier complet), tout renouvellement du parc ne peut que s'effectuer sur des dizaines d'années. L'ampleur des investissements pousse evidemment à la prudence dès qu'il s'agit d'appliquer des technologies en rupture.
Le broyeur à boulets présente aussi l'intérêt d'être extrêmement adaptable. Une installation donnée peut facilement produire des finesses très variées pour des produits différents, sans nécessité d'opérer des réglages trop complexes. Ce type de système

nécessite nettement moins de savoir-faire que les autres technologies disponibles pour être maintenu en opération, et ne tombe que rarement en panne : un facteur clé dans de nombreux marchés, notamment les pays émergents où le support technique peut être insuffisant.

FIGURE 2.5 – Broyeur à boulets de cimenterie (source : Lafarge)

2.2 Technologies de broyage par compression

Le manque d'efficacité des broyeurs à boulets est souvent attribué au caractère désordonné du chargement auquel ils soumettent la matière. Seule une partie infime du mouvement entraine effectivement une rupture des particules, le reste étant probablement à l'origine d'importantes dissipations d'énergie (chocs faibles engendrant une plasticité limitée, frottements entre particules...).
Une solution pour remédier à ce défaut est d'imaginer des techniques de broyage reposant sur la compression quasi-statique du lit de grains [Dronsart 1997, Schönert 1988, Tsoungui 1998, Vallet 1995, Wang 2003] : les mouvements entre les particules sont alors limités, et on peut s'attendre à une utilisation plus efficace de l'énergie fournie.

2.2.1 Revue des technologies de broyage par compression

Trois technologies reposant sur ce principe sont apparues dans l'industrie cimentière : le broyeur à rouleaux, le broyeur vertical à galets, l'Horomill®. Elles constituent l'arrière-plan industriel et le sujet principal de cette étude.

2.2.1.1 Le broyeur à rouleaux

Le concept (tout au moins son application au broyage industriel) date du début des années 80, avec les brevets déposés par le Pr Schönert, de l'université de Clausthal, en Allemagne ([[Schönert 1988],[Liu 1996]]). Le système est composé de deux rouleaux en vis-à-vis tournant en sens opposés. La matière est alimentée au-dessus des rouleaux, où elle est entrainée entre eux par leur rotation. Là, elle subit des pressions extrêmement importantes (200, voire 300 MPa). Un des rouleaux est fixé, l'autre est maintenu par un système de vérins hydrauliques qui maintient la pression voulue. Comme le pilotage se fait via la pression dans le système hydraulique, il est important de percevoir qu'il s'agit d'un chargement piloté en force, l'espacement entre les corps broyant étant laissé variable [Fuerstenau 2007]. Il s'agit d'une caractéristique commune à tous les systèmes de broyage par compression [Cordonnier 1994].

La matière sort du système sous forme de plaquettes de produit aggloméré, le gâteau. Ces agglomérats doivent être redispersés avant d'envoyer la matière au séparateur pour en extraire les produits finis. Cette nécessité de désagglomérer les produits suscite spontanément des réserves quant à l'efficacité du procédé. Ces inquiétudes sont en fait peu justifiées énergétiquement (moins de 1% de la demande énergétique totale pour la désagglomération en conditions industrielles).

Les dimensions d'un tel système sont variables mais peuvent être représentées par les ordres de grandeurs suivants : diamètre des rouleaux broyants de 1 à 2 mètres, espace inter-rouleaux de 3 à 4 centimètres. Les vitesses de rotation industrielles sont de l'ordre de quelques $m.s^{-1}$ en surface des rouleaux. ([Kowatra 1997], [Kowatra 2004])
Les principaux fournisseurs industriels sont les allemands Krupp-Polysius (leader du marché) et KHD, le danois FLSmidth.

Les presses à rouleaux sont désormais largement répandues et bénéficient d'un certain retour d'expérience (500 installées dans le monde en 2002, essentiellement dans l'industrie cimentière). Ces installations ne servent pas pour la plupart au broyage « fini » du ciment (i.e. à la production directe de ciment à la finesse voulue), mais sont utilisées en pré-broyage, un broyeur à boulets se chargeant ensuite d'atteindre la finesse désirée [Aydogan 2006].

Si la presse est utilisée comme pré-broyeur, la matière n'y effectue jamais qu'un seul passage. Dans le cas d'une utilisation en broyage fini, la matière est moins broyée à chaque

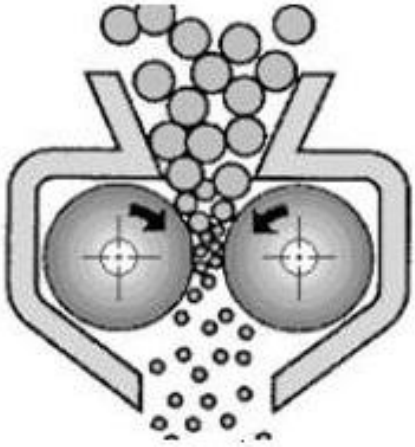

FIGURE 2.6 – Schéma d'un broyeur à rouleaux (source : Lafarge)

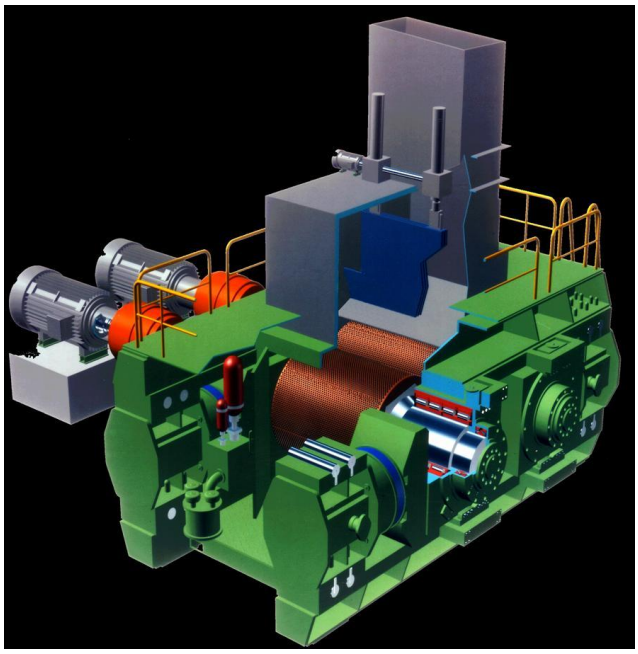

FIGURE 2.7 – Broyeur à rouleaux (source : KHD)

FIGURE 2.8 – Broyeur à rouleaux en usine (source : Lafarge)

passage que dans un broyeur à boulets. Le taux de recirculation (rapport matière renvoyée pour un nouveau cycle de broyage/matière sortie du circuit comme produit fini) est de 7-8 pour un broyeur à rouleaux, pour une valeur de 3 seulement pour un système à boulets.

2.2.1.2 Le broyeur vertical à galets

Le broyeur vertical n'est pas du tout une technologie récente dans l'industrie cimentière (le dépôt du premier brevet par la société allemande Lœsche date de 1928). Mais cette technologie était jusque-là cantonnée au broyage du cru, où les exigences en termes de finesse et de dureté des matériaux sont nettement inférieures. Leur utilisation dans le broyage du ciment est beaucoup plus récente : le début des années 90. Cette technologie se développe beaucoup pour le broyage du clinker au cours des dernières années, profitant de la confiance des cimentiers en un procédé qu'ils connaissent déjà par ailleurs.

La matière est déposée sur une table tournante. Elle est comprimée par des galets, ou meules (de 2 à 4 selon le montage) qui viennent exercer la pression. Dans la technologie 2+2/3+3 de Lœsche (le leader du marché), on rajoute devant chaque galet un rouleau de pré-compaction qui permet « d'organiser » la matière en la compactant avant son passage sous le galet broyant.

Les pressions exercées sont plus faibles que pour les broyeurs à rouleaux (entre 100 et 200 MPa), et les lits comprimés seraient légèrement plus épais. On trouve assez peu de données de la littérature à ce sujet, notamment du fait de la difficulté de définir un entrefer pour un tel système, et d'une manière générale de la difficulté à obtenir des données en fonctionnement pour un système « fermé ». D'une manière générale, la stabilité du lit de matière sur ce type d'équipement pose problème, nécessitant souvent l'injection d'eau

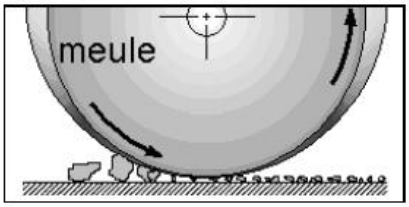

FIGURE 2.9 – Schéma du broyeur vertical (source : Lafarge)

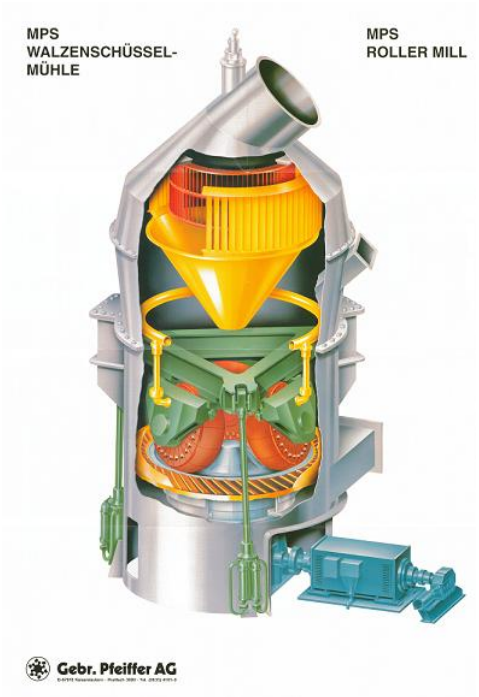

FIGURE 2.10 – Ecorché d'un broyeur vertical (source : Pfeiffer)

FIGURE 2.11 – Broyeur vertical Fueller en usine (Source : Lafarge)

devant les rouleaux pour stabiliser le lit. Ce qui ne va évidemment pas sans poser de problèmes pour le broyage du clinker. Les ciments produits à l'aide de broyeurs verticaux sont légèrement moins réactifs à finesse égale, car déjà partiellement hydratés.
Une autre caractéristique de ce type de broyeur est le taux de recirculation très important (jusqu'à 15), ce qui peut poser des problèmes d'encombrement du circuit, de maintien du flux d'air... Dans le broyage des matières premières, ces importants flux d'air ont toutefois une fonction complémentaire de séchage des produits par utilisation de gaz chauds.

2.2.1.3 L'Horomill®

L'Horomill® (pour HOrizontal ROller MILL) est une technologie développée au début des années 90 par la société française FCB. Le principe peut être vu comme un compromis entre le broyeur à boulets et le broyeurs vertical à galets. La matière est injectée dans un tube horizontal tournant à une vitesse suffisante pour centrifuger la matière. Le broyage est assuré par un cylindre tournant à l'intérieur du tube. Un système de racleurs et de déflecteurs se charge de décrocher la matière broyée de la paroi et de la faire avancer le long du tube ([Cordonnier 1994],[Dronsart 1997]).

La particularité de ce fonctionnement par rapport aux autres systèmes de broyage par compression est que la matière est comprimée plus d'une fois lors de son passage dans le broyeur : 5/6 fois dans des configurations classiques. En contrepartie, les lits de particules sont chargés à des pressions moindres (50 à 100 MPa), et en lits plus épais.

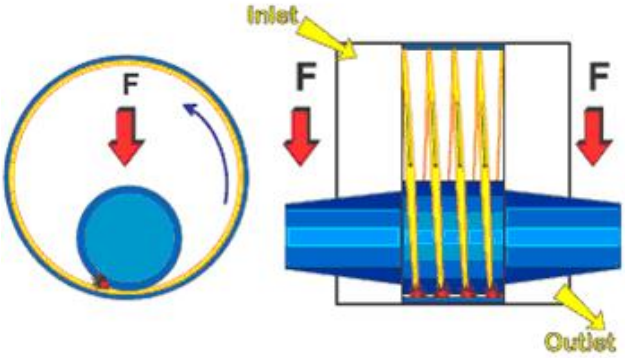

FIGURE 2.12 – Schéma de l'Horomill® (source : FCB)

FIGURE 2.13 – Horomill® (source : FCB)

Ce système de multi-compression assurerait selon l'industriel un taux de recirculation moindre que pour les autres systèmes à compression (5, ce qui est néanmoins supérieur aux taux des broyeurs à boulets, de l'ordre de 3). Des utilisateurs évoquent plutôt des taux de recirculation de l'ordre de 8, proche des broyeurs à rouleaux. Le fait de travailler à des pressions moindres est souvent invoqué comme un facteur limitant l'usure et les problèmes mécaniques (hydraulique, vibrations).
Ce système est désormais utilisé de manière régulière par de nombreux cimentiers (41 broyeurs installés en 2006), même si cela représente encore une quantité marginale à l'échelle mondiale au vu de la taille du parc.

2.2.2 Avantages et inconvénients des technologies par compression

Ces trois technologies présentent des forces et faiblesses similaires.

Les forces se résument en une qualité de taille : ils sont radicalement plus efficaces énergétiquement. Le simple usage d'une presse à rouleaux en pré-broyage peut permettre des économies d'énergie de l'ordre de 10 à 20% [Aydogan 2006]. Lorsqu'elles sont utilisées pour le broyage fini du clinker, ces technologies permettent des économies encore plus importantes : de 30 à 40% ([Fuerstenau 2002],[Fuerstenau 2007], [Liu 1996], [Musa 2009], [Wang 2003], [Schönert 1988]) peut être 50% dans le cas d'Horomill®([Cordonnier 1994], [Dronsart 1997]).
Il est toujours difficile d'obtenir des résultats précis en la matière, la communication des fabricants étant toujours évidemment guidée par des considérations commerciales. Il est par exemple toujours possible de revendiquer des économies d'énergie allant jusqu'à 80% si l'on refait à neuf un atelier déjà sous-optimisé du strict point de vue de la technologie des broyeurs à boulets...

Du côté des faiblesses, on notera :

- Des contraintes mécaniques importantes et difficiles à gérer : usure, roulements, hydraulique.... Cela peut notamment se ressentir sur le taux de disponibilité des équipements. Ce défaut est cela-dit peut être surestimé, du fait d'une publicité excessive des incidents ayant émaillé la « jeunesse » de ces technologies.
- Des problèmes récurrents de stabilité du procédé. Associés aux contraintes mises en œuvre, ils peuvent poser de graves problèmes allant jusqu'à la destruction de l'équipement. La mise en résonnance ou le désamorçage d'une presse à rouleaux exerçant une pression de 200 MPa sur la matière n'est pas un phénomène anodin ! Ces problèmes de stabilité entrainent un manque d'adaptabilité des installations : on trouve souvent un point d'équilibre de fonctionnement pour un produit donné, mais modifier les conditions d'opération peut se révéler problématique.
- Une difficulté générale à obtenir des produits fins. Broyer jusqu'à une finesse correspondant à un ciment usuel est possible, et même parfois au-delà. Ce n'est pas toujours réalisé en pratique, les problèmes de stabilité étant encore exacerbés

pour les produits fins. Cette dernière difficulté suscite une méfiance particulière des cimentiers vis-à-vis des techniques de broyage par compression.

Une autre difficulté générale liée aux systèmes de broyage par compression est la question du taux de recirculation de la matière, plus important que pour les broyeurs à boulets. Rappelons la définition du taux de recirculation : c'est le rapport entre la masse de produit trop grossière en sortie, renvoyée vers le broyeur, et la masse de produit extraite pour constituer le produit final. Ce rapport vaut typiquement 3 pour un circuit avec un broyeur à boulets, et 8 pour un système avec un broyeur par compression.
Cela pose le problème de l'engorgement des circuits matière, en particulier du séparateur chargé d'effectuer la séparation et qui doit être dimensionné en fonction. Mais au-delà, le taux de recirculation a un fort impact sur la nature du produit final. S'il est important, cela signifie que la matière est relativement grossière en sortie de broyeur. Cela se ressent même sur les produits fins sélectionnés : les grains très fins sont plus rares, ceux juste sous la limite de coupure plus courants.

On obtient alors des courbes granulométriques « raides », c'est à dire avec un faible étalement de la dispersion de taille de la distribution. Le problème avec ce type de produit est leur forte demande en eau : à surfaces spécifiques égales, il faut ajouter plus d'eau à ces ciments pour les hydrater [Kowatra 2004, Aiqin 1999]
Une demande en eau accrue est habituellement synonyme de performances plus faibles pour le béton. Des études réalisées sur mortier démontre effectivement des demandes en eau accrues, et des propriétés mécaniques finales légèrement plus faibles ([Schnatz 1995]). Aucune différence n'a par contre pu être relevé entre différentes technologies par compression ([Hosten 2012]).
En contrepartie, les systèmes par compression permettraient une meilleure libération des espèces chimiques (du fait de mécanismes de fragmentation différents, voir 3.2.1), même si l'effet sur la réactivité semble relativement mineur ([Celik 2006],[Celik 2007]).
Ces débats ont de toute façon un impact sur l'acceptation par les industriels des techniques de broyage par compression. Ils pourraient cependant devenir sans objet pour des ciments riches en ajouts (matières minérales autres que le clinker) : ces produits sont souvent broyés plus fins et corrigent fortement la courbe granulométrique, diminuant d'autant les besoins en eau.

2.2.3 Problèmes de stabilité des broyeurs par compression : exemple de la presse à rouleaux

Le problème majeur concernant les systèmes par compression reste la question de la stabilité, en particulier pour les produits les plus fins. Essayons de comprendre ces problèmes sur une technologie particulière, le broyeur à rouleaux.

On peut distinguer 4 zones dans le parcours de la matière à travers un broyeur à rouleaux (Figure 2.14) :

- Une première zone d'alimentation, où la matière progresse lentement vers l'entrefer ou s'effectue le broyage. Il n'y a pas d'adhésion aux rouleaux : la matière glisse sur leurs surfaces qui progressent plus vite qu'elle. Les contraintes dans la matière restent relativement faibles, même si des particules trop grosses pour passer entre les rouleaux sont susceptibles d'être détruites dans cette zone.
- La zone dite « de capture ». L'adhésion se fait entre les rouleaux et la matière (plus de mouvements relatifs entre rouleaux et matière). Cette zone est souvent caractérisée par un angle, l'angle de prise α, dans le repère cylindrique autour du centre d'un des rouleaux (voire schéma). Les contraintes normales augmentent rapidement et entrainent le broyage des particules. Les contraintes tangentielles tendent à attirer la matière vers l'entrefer.
- Au-delà du point d'écartement minimal entre les rouleaux, la matière est progressivement relâchée. Les contraintes tangentielles retiennent la matière qui tendrait à être expulsée par les fortes pressions derrière elle.
- Le contact entre la matière et les rouleaux finit par être rompu. Ce point est caractérisé par l'angle de relâchement ϕ. A ce stade, le matériau ne se présente plus sous une forme granulaire. Il forme des plaquettes solides de grains agglomérés, faiblement cohésives (le plus souvent, un effritement à la main est possible).

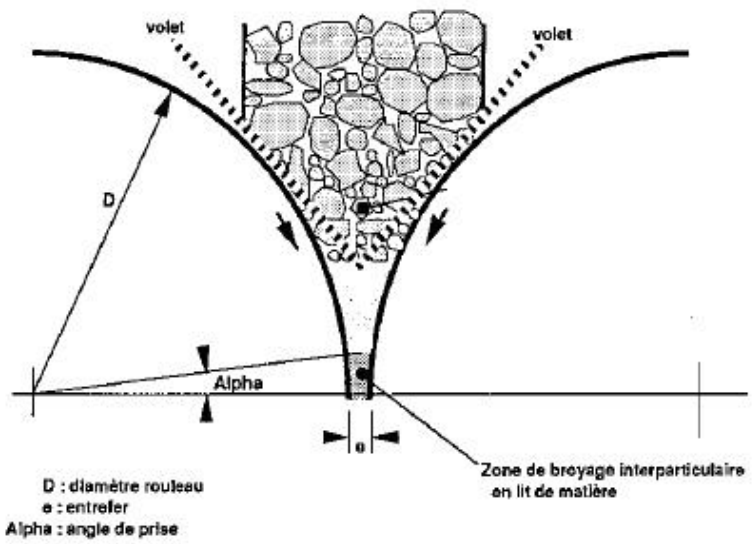

FIGURE 2.14 – Vue schématique du parcours de la matière dans un broyeur à rouleaux

Les ordres de grandeur suivants peuvent être considérés pour le broyage du clinker : angle de prise $\alpha = 6^\circ$; angle de relâchement $\phi = 2^\circ$; entrefer e = 3 cm ; diamètre des rouleaux D

= 1 à 2 m. ([Kowatra 1997],[Kowatra 2004])

La Figure 2.15 illustre le profil des contraintes normales (P) et tangentielles (σ) enregistré sur les rouleaux en fonction de l'angle par rapport à l'entrefer. Elle est empruntée à une étude sur la compaction de poudres métalliques (matériau : limaille de fer) et donc les contraintes ne sont pas représentatives d'un procédé de broyage. Cependant, l'allure du champ de contraintes reste représentative. Les zones « I », « II » et « III » correspondent aux trois premières zones évoquées dans la description plus haut. On observe l'évolution suivante des contraintes ([Simon 2000],[Cunningham 2005]) , Figure 2.15 :

- La contrainte normale augmente rapidement à partir de l'angle de prise. Elle atteint un maximum peu avant l'angle neutre (0°, écart minimal entre les rouleaux), avant de diminuer progressivement pour s'annuler à l'angle de relâchement.
- La contrainte tangentielle augmente puis diminue faiblement dans la zone de capture. Elle s'annule à l'angle neutre, avant de changer de signe et de connaitre un maximum en valeur absolue peu avant le relâchement. Ce brusque pic de contraintes tangentielles peut entrainer un phénomène d'extrusion, c'est-à-dire de glissement de la matière compactée entre les rouleaux.

On remarque que les contraintes normales sont très supérieures aux contraintes tangentielles, ce qui justifie de considérer que le broyeur à rouleaux est un broyeur « par compression ». On s'attend à voir les contraintes normales dans la matière dominer les contraintes de cisaillement.

[Schönert 2002] applique à la fois les méthodes expérimentales et les modèles de simulation issus du domaine de la compaction des poudres, pour les appliquer au cas particulier du broyage à rouleaux du clinker. Il obtient des résultats conforme à ceux obtenus dans le domaine de la compaction (Figure 2.16).

Les premiers rouleaux de presses industrielles étaient lisses, mais ce type de design a rapidement été abandonné. Les rouleaux ne capturaient pas suffisamment bien la matière, et la tenue à l'usure n'était pas satisfaisante. Désormais, les rouleaux sont usinés en surface selon différents motifs (picots, rainurage...) afin de favoriser l'adhésion de la matière tout en créant une protection contre l'usure sous la forme d'une croûte de matériau collée aux rouleaux, protection dite autogène (Figure 2.17).

Les problèmes de stabilité (des broyeurs à rouleaux, mais aussi des autres technologies par compression) peuvent être vus à deux échelles de temps différentes.
Aux temps longs, l'opérateur entend pouvoir maintenir son procédé sans avoir à effectuer des ajustements, et en maitrisant sa production. De ce point de vue, les broyeurs à rouleaux sont plutôt efficaces : ils s'adaptent vite à des variations d'alimentation pour peu que les réglages soient satisfaisants. Cela peut s'expliquer par le temps de séjour court des particules dans le système, par rapport aux broyeurs à boulets.
La stabilité aux temps longs peut être encore augmentée par un système de volets qui

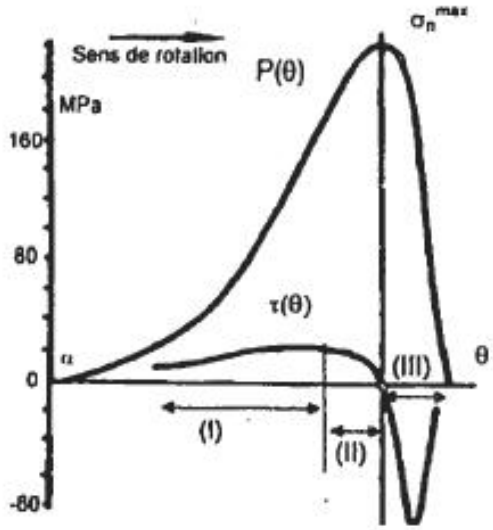

FIGURE 2.15 – Evolution des contraintes normales et tangentielles au contact des rouleaux en fonction de l'angle de rotation, cas de la compaction de poudre métallique ([Simon 2000])

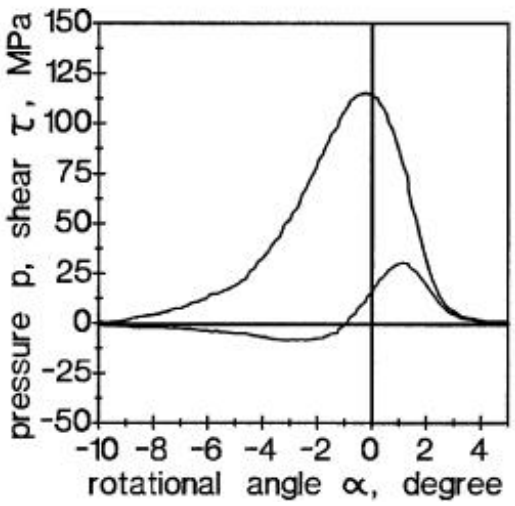

FIGURE 2.16 – Evolution des contraintes normales et tangentielles au contact des rouleaux en fonction de l'angle de rotation , cas du broyage à rouleaux ([Schönert 2002])

FIGURE 2.17 – Rouleaux d'une presse industrielle, avec usinage de la surface (source : Lafarge)

régulent l'alimentation. Le système est piloté en force par des vérins hydrauliques, et à ce titre l'espacement inter-rouleaux est laissé mobile. Mais le système de volets permet via un asservissement d'augmenter ou de diminuer l'apport de matière si l'écartement vient à s'éloigner du cadre prévu (Figure 2.18)

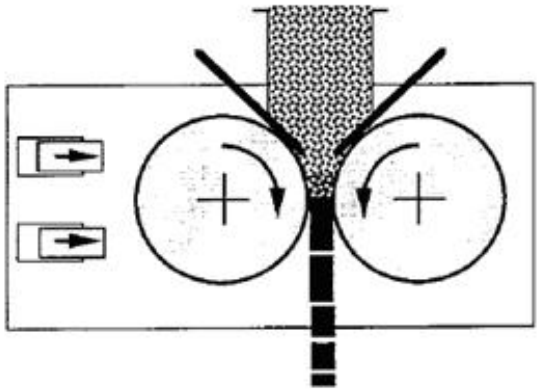

FIGURE 2.18 – Représentation schématique d'une presse "choke-fed", avec un régulation à volets (source : Lafarge)

Sur une échelle de temps beaucoup plus courte, il s'agit d'empêcher l'apparition de phénomènes périodiques pouvant entrainer des vibrations très nuisibles pour l'installation. Non contrôlés, ces phénomènes peuvent avoir des conséquences dramatiques : un opérationnel cite le cas d'un moteur de plusieurs tonnes arraché et projeté à travers la paroi de

l'installation par des vibrations incontrôlées de l'ensemble de l'atelier...

Deux principales causes peuvent être avancées à ces phénomènes de vibration : les problèmes d'homogénéité de l'alimentation et le problème de la désaération.

2.2.3.1 Problème de l'inhomogénéité de l'alimentation

Dans le cas d'une alimentation inhomogène ou très grossière, le phénomène suivant peut se produire :

- Une pression insuffisante exercée sur les rouleaux provoque un appel de matière, et les deux rouleaux s'écartent.
- Le lit de matière entre les rouleaux devenu épais cède (passage d'une grosse particule, arrivée d'une poche de vide), ce qui entraine un rapprochement des rouleaux.
- La matière coincée entre les deux rouleaux se compacte, la pression augmente ce qui provoque un nouvel écartement des rouleaux.

On comprend qu'un tel système puisse entrer en résonance et les conséquences que cela peut avoir. Le système hydraulique de la presse se comporte alors essentiellement comme un ressort.
Les systèmes d'alimentation industriels visent à alimenter le plus régulièrement possible en restant simple. Les presses à rouleaux sont « gavées » : la matière en passe d'être broyée est laissée à reposer en une colonne au dessus des rouleaux. La largeur de cette colonne est à limiter si l'on veut éviter de trop importants phénomènes de frottement entre la matière et les rouleaux. La hauteur de celle-ci doit être maintenue constante pour ne pas modifier la pression au niveau des rouleaux.

Deux systèmes courants dans d'autres applications ne peuvent pas être envisagés ici :

- Les trémies sont à priori à éviter : Elles entrainent la ségrégation des différentes tailles de particules, et donc produisent une répartition spatialement inhomogène de l'alimentation. Le fait que la hauteur d'alimentation et donc la pression d'entrée varie pose aussi un problème.
- Des systèmes d'alimentation forcée à vis sont utilisés pour les presses à rouleaux de compactage, notamment dans l'industrie pharmaceutique. La mise en place de tels systèmes aux échelles des presses de broyage du clinker semble difficile. De plus, ces vis peuvent entrainer une pression dissymétrique dans l'alimentation, ce qui perturbe l'entrefer : le maximum de pression oscille, passant d'un côté à l'autre en fonction de la rotation de la vis.

Les problèmes d'alimentation les plus redoutables sont ceux liés à une inhomogénéité des conditions le long des cylindres broyants. Celle-ci est inévitable : la pression exercée sur les bords est par exemple systématiquement inférieure à la pression au centre. Par contre,

si cette inhomogénéité devient dissymétrique, les rouleaux cherchent à se mettre en biais. De tels phénomènes sont instables et engendrent des vibrations.
La cause d'une inhomogénéité sur la longueur des rouleaux peut être à chercher dans un problème mécanique de l'installation : usure excessive d'un des rouleaux, percement sur un côté des plaques maintenant la matière au dessus des rouleaux, problème sur un vérin...

Une conclusion pourrait être qu'aucun de ces points ne semblent devoir nécessiter de rupture technologique. La difficulté vient plus du fait d'avoir à les surveiller tous à la fois, et du fait que le comportement de la machine se dégrade très vite en cas d'imperfections. Ces équipements imposent de se montrer intraitable du point de vue de la maintenance, de la surveillance, des réglages...

2.2.3.2 Problèmes liés à la désaération

L'inhomogénéité de l'alimentation peut expliquer une partie des problèmes de stabilité, mais elle n'en est pas l'unique cause. En particulier, elle n'explique pas pourquoi les produits fins présenteraient plus de problèmes de stabilité lors du broyage (on s'attendrait même plutôt à l'inverse). Pour cela, il faut faire intervenir la notion de désaération.
Au cours du broyage par compression, la matière subit une augmentation de densité importante, du fait d'une forte diminution de la porosité. L'ordre de grandeur pour des produits fins est le passage de la compacité d'environ 50% à de l'ordre de 80%. L'air présent dans cette porosité résorbée doit être évacué, ce qui peut avoir des conséquences sur la stabilité. ([Cunningham 2005], [Simon 2000])

Dans une presse à rouleaux, l'air possède une unique voie de sortie : à travers les produits d'alimentation, vers le haut. On sait que lorsqu'un matériau granulaire est traversé par un fluide, il existe une valeur critique de débit au-dessus de laquelle on observe le phénomène de fluidisation. Ce phénomène correspond au moment où les contraintes exercées par le fluide sur les grains sont suffisantes pour détruire la structure du matériau granulaire et mettre les particules en suspension. A l'échelle du lit de particules vu comme un milieu poreux, le passage du fluide est associé à un gradient de pression du fluide dans le matériau. La fluidisation correspond au moment où ce gradient de pression (la « poussée d'Archimède ») devient suffisant pour contrebalancer l'effet de la pesanteur sur les grains.
Les propriétés mécaniques du matériau changent alors radicalement : baisse de la résistance et de la « viscosité » apparente, forte diminution de la densité... Une manière commune de se représenter le phénomène est de le voir comme un passage d'un comportement « solide » à un comportement « fluide », selon que les propriétés du mélange sont dominées par l'une ou l'autre des deux phases en présence. Se créent alors des cycles de fluidisation/reconsolidation de la matière qui entrainent la mise en vibration des rouleaux [Schwechten 1990]. Ce phénomène sera discuté plus avant dans le chapitre 7.
Il est aussi important de noter que le seuil auquel ce phénomène se produit dépend (entre autres) de la finesse. Les matériaux fins fluidiseront plus vite, du fait de leur plus faible perméabilité (les phénomènes visqueux à l'origine de ces gradients de pression sont

notoirement plus influents à petite échelle). De plus, les matériaux granulaires fins sont en général moins denses (augmentation relative des forces de cohésion), ce qui augmente la quantité d'air à évacuer au cours du broyage.

Il y a peu de doutes sur le fait que la fluidisation est responsable d'au moins une partie des problèmes de stabilité des presses à rouleaux. [Evans 1970], sur des presses utilisées pour la compaction de poudres pharmaceutiques, corrèle même directement vitesse maximum du procédé et seuil de fluidisation. Dans notre cas, le débit maximal correspondrait à une certaine quantité d'air à évacuer, qui est celle nécessaire à provoquer une fluidisation de l'alimentation. Au-delà, le matériau fluidisé ne tombant plus entre les rouleaux, l'arrivée continue de matériau ne peut plus être assurée.
Des « symptômes » observés lors du broyage industriel sur des presses à rouleaux plaident pour la présence de phénomènes de fluidisation. Lorsque la vitesse des rouleaux est trop importante, en broyage fin, la presse peut se mettre à vibrer, avec un fort dégagement de poussières au niveau de l'alimentation.
Enfin, et surtout, aucune autre hypothèse avancée ne permet d'expliquer pourquoi les matériaux fins engendrent des difficultés spécifiques.

Pour lutter contre ces phénomènes, il existe plusieurs solutions, envisagées ou déjà partiellement mises en œuvre à l'échelle industrielle :

- Diminuer la vitesse de rotation des rouleaux. On diminue alors mécaniquement la quantité d'air à évacuer susceptible d'engendrer des instabilités. Cette solution est évidemment limitée par la nécessité de maintenir les cadences de production.
- Augmenter le débit critique de fluidisation par un traitement adéquat de l'alimentation : ajout d'eau (augmentation de la cohésion ; inapplicable au clinker), granulation de la matière dans l'alimentation (augmentation de la perméabilité).
- Eloigner le problème de la zone critique en pré-compactant la matière : un premier jeu de rouleaux se charge d'évacuer le plus gros de l'air dans un domaine de pression raisonnable, un autre rouleau se charge de l'opération de broyage proprement dite sur le matériau déjà compacté.

La solution la plus efficace reste encore l'alimentation forcée à vis, largement utilisée dans l'industrie pharmaceutique où des produits parfois beaucoup plus fins que dans l'industrie cimentière sont maniés. La vis exerce une contrainte dans tout le domaine d'alimentation qui vient s'opposer à la poussée d'Archimède. On rappelle toutefois que cette technique semble difficile à mettre en œuvre à l'échelle des broyeurs de cimenterie.

2.3 Evaluation de l'efficacité des procédés de broyage

Nous avons beaucoup parlé jusqu'içi d'efficacité énergétique du broyage. Ce point vise à préciser comment cette notion est maniée dans le milieu de l'industrie cimentière, et quel

sens physique lui donner.

2.3.1 Loi de Kick, loi de Bond, loi de Rittinger

La manière la plus simple qu'il soit de modéliser le broyage est de prendre un paramètre caractéristique de la finesse (surface spécifique, taille médiane) et de l'exprimer comme une fonction de l'énergie. L'énergie nécessaire au broyage est alors la différence entre les valeurs de la fonction pour la finesse finale et la finesse initiale. Bien sûr, une telle approche n'est jamais valable que pour un broyeur donné.
Les lois proposés sont toutes de la forme $dE = A/x^n dx$, ou x est une taille caractéristique des particules. La consommation énergétique pour faire passer une matière d'une taille caractéristique x_1 à une taille x_2 est alors de $E = \int_{x_1}^{x_2} A/x^n dx$.

Trois valeurs de n sont utilisées, qui donnent les trois lois les plus courantes.

- $n = 2$: Loi de Rittinger (1867) Justification physique : l'énergie dépensée est proportionnelle à la surface créée, conformément aux hypothèses admises en mécanique de la rupture. En effet, on a alors, avec $n = 2$, $E = \frac{A}{x_2} - \frac{A}{x_1}$, ce qui est proportionnel à la variation de surface par unité de volume de la matière ([Rittinger 1867]).
- $n = 1$: Loi de Kick (1885) Justification physique : on considère que les particules sont soumises à une pression homogène constante au cours du procédé. A tout instant, l'énergie élastique emmagasinée dans une particule de volume Bx^3 est alors proportionelle à la modification infinitésimale de volume $d(Bx^3) = 3Bx^2dx$, et on considère que cette énergie est entieremment dissipée au cours du broyage. Par unité de volume, on a alors $dE = A\frac{3Bx^2dx}{Bx^3} = A'/x$. [Kick 1885]. On a alors $E = A' \ln(\frac{x_1}{x_2})$: l'énergie dépensée est une fonction du rapport de réduction x_1/x_2 uniquement.
- $n = 1.5$: Loi de Bond (1952), visant essentiellement à fournir un compromis entre les lois de Kick et de Rittinger. [Bond 1961]

[Hukki 1961] estime que chacune de ces lois est pertinente dans un domaine de taille particulier. Kick, pour le concassage, Rittinger pour le broyage fin et Bond quelque part entre les deux. Cette interprétation est reprise dans la plupart des études ultérieures sur le sujet ([Fuerstenau 2002],[Hashim 2004], [Musa 2009]). Mais dans ce cas, on comprend mal pourquoi l'on changerait d'explication physique entre les domaines...

Une interprétation est que seule la loi de Rittinger (x^2) a un sens physique, dans des conditions de chargement « propre », et si l'on prend en compte l'ensemble des fragments formés. C'est une loi que l'on s'attend à voir suivre par les broyeurs par compression, si les propriétés mécaniques de la matière n'évoluent pas trop avec la finesse.

La loi de Kick (x) est bien vérifiée pour le concassage (réduction de taille grossière). Cela pourrait venir du fait que la caractérisation des tailles de particules ne se fait pas du tout de la même manière. En concassage, on s'intéresse aux débris les plus gros, dont la

taille est définie par la géométrie du système (espace entre les mâchoires d'un concasseur par exemple). On retrouve cela dans la justification physique de la loi, qui correspond au passage d'une taille maximale à une autre en considérant un concasseur exerçant un effort constant. Les particules les plus fines sont considérées comme des déchets et ne sont pas caractérisées, alors même que leur surface spécifique est importante. La logique de la mécanique de la rupture voudrait que la loi de Rittinger s'applique aussi à cette échelle si l'on mesure la surface effectivement créée.

La loi de Bond est souvent invoquée comme la loi d'échelle pertinente pour le broyeur à boulets : elle constituterait un compromis entre la loi de Kick adaptée au concassage et la loi de Rittinger aux grandes finesses. Il s'agit surtout d'une loi empirique ayant fait ses preuves dans le domaine industriel pour les finesses usuelles.

2.3.2 Définition de l'efficacité énergétique

L'efficacité énergétique du procédé de broyage peut être définie comme le rapport entre « l'énergie servant effectivement à broyer » ou énergie de broyage optimale, et l'énergie injectée dans le broyeur. Si la deuxième est la plupart du temps bien connue, la définition de la première est largement subjective.
L'énergie de broyage optimale est systématiquement considérée comme proportionnelle à la surface créée. Cela peut sembler paradoxal alors même que l'on vient de définir plusieurs « lois » de variation de la consommation énergétique avec la finesse. Cela montre le plus grand cas qui est fait de la solidité des hypothèses physiques de la loi de Rittinger.([Forgeron 1981],[Fuerstenau 2002] [Musa 2009],)

Une première option pour cette énergie surfacique de broyage optimal est de prendre l'enthalpie de surface du solide, qui correspond à l'énergie des liens chimiques rompus par la création de la nouvelle surface.
L'efficacité des procédés de broyage déterminée en prenant cette référence est ridiculement faible : de l'ordre de quelques dixièmes de pourcent. Il s'agit là par contre d'une efficacité un peu trop théorique pour vraiment avoir un intérêt, puisque l'on a mécaniquement du mal à concevoir un procédé qui puisse ne consommer que cette énergie... ([Forgeron 1981], [Fuerstenau 2002])

L'efficacité énergétique du broyage est donc le plus souvent déterminée à partir de l'énergie de fracturation du solide, telle que définie dans la mécanique de la rupture. Cela revient à considérer que la rupture fragile est le mécanisme dominant de la réduction de taille. C'est avec cette référence que l'on obtient les valeurs souvent rencontrées d'efficacité du procédé de broyage : 1 à 2 % pour un broyeur à boulets.
Cette énergie est systématiquement bien supérieure à l'énergie de surface. Pour un matériau réel, il existe autour de la pointe d'une fissure une zone dans laquelle ont lieu des phénomènes plastiques. L'énergie nécessaire à propager une surface de fissure dans du clinker est donc bien supérieure à l'énergie de la surface créée.

Cependant, contrairement à la première référence, l'énergie de fracturation n'est pas définie de manière univoque. Voici en particulier trois points qu'il convient de garder à l'esprit avant de manier une efficacité énergétique basée sur cette référence :

- L'énergie de fracture est fonction de l'environnement chimique dans lequel la fracture se propage. Des études ont par exemple montré l'impact de l'eau adsorbée sur les lèvres de la fissure sur cette énergie. Dans le broyage du clinker, on fait parfois usage de produits chimiques visant à améliorer l'efficacité de broyage (agents de mouture). Ces produits pourraient entre autres agir par adsorption sur les faces de fissures, et diminution de l'énergie de fracturation (durcissement de la matière par exemple). Ce point fait toutefois encore débat ([Skrzypczak 2009a]).
- L'énergie de fracture est fonction de la taille des éléments à broyer, ce qui est gênant pour l'étude d'un procédé de réduction de taille. La microstructure du clinker est complexe (3.2.1), et la fracturation fait intervenir différents types de défauts à différentes échelles. De même, selon la taille de la particule, la probabilité de rencontrer le défaut critique qui entrainera la ruine n'est pas identique. La propagation de fissures à partir de ces différents défauts n'implique pas la même part jouée par les phénomènes plastiques, et donc pas la même énergie de fracture.
- La variabilité des propriétés mécaniques du clinker est importante, du fait des variations de composition, de microstructure. Or l'énergie de fracture ne peut être mesurée directement sur le matériau industriel. Il faut pour cela le broyer, puis l'agglomérer et le fritter pour en faire une céramique (comme dans [Forgeron 1981]). C'est l'énergie de fracture de cette « céramique de clinker » qui est éventuellement mesurée. Au vu de l'intensité des transformations subies, les propriétés mécaniques sont sans doute sensiblement altérées.

Si la référence à l'énergie de fracture est populaire, elle n'en pose pas moins certains problèmes. On peut lui reprocher en effet de ne pas tenir compte d'une autre source de dissipation difficile à éviter. En effet, lorsqu'un solide est chargé, il accumule de l'énergie sous forme élastique. Lors d'un test de propagation de fissure contrôlée, une partie de cette énergie est consommée dans la fissure, mais une autre partie (si ce n'est la majorité) est restituée lors de la décharge élastique.
Il semble cependant difficile d'imaginer un procédé de broyage où la rupture des particules ne se fasse pas de manière instable. Dans ce cas, l'énergie élastique emmagasinée au moment de la rupture et qui n'est pas utilisée à la propagation de la fissure est perdue. Elle est dans un premier temps transformée en énergie cinétique (vibrations, mouvement des débris), et ne sert que dans de rares cas à broyer plus avant.

L'idée est donc de prendre pour l'énergie de référence un procédé de broyage qualifié de « parfait », afin de se faire vraiment une idée des imperfections du système. On pourra prendre par exemple l'énergie consommée lors de la rupture d'une particule isolée par compression diamétrale. Elle inclut les dissipations liées à l'instabilité de la rupture, mais aussi celles liées à la création de points de contact pour charger la particule. Bien

évidemment, l'énergie de référence est ainsi encore moins bien définie que dans la référence à l'énergie de fracture.
Cette référence permet toutefois de dégager des résultats intéressants, à considérer comme de simples ordres de grandeur. L'efficacité du broyage calculée de cette manière pourrait être entre 10 et 30 % (noter la marge d'incertitude..). Certains systèmes de concassage (concasseurs à mâchoires) atteindraient 90% d'efficacité pour peu que l'on considère l'ensemble des particules qu'ils produisent. ([Fuerstenau 2002])

Cela permet aussi de relativiser les accusations d'inefficacité portant sur le broyeur à boulets. Une bonne part de cette inefficacité semble en effet « intrinsèque » car liée à des phénomènes physiques que l'on se voit mal contourner par des moyens mécaniques (plasticité autour de la pointe de fissure, utilisation partielle de l'énergie élastique emmagasinée). Toutefois, comme l'illustrent les économies réalisées par les systèmes par compression, cette inefficacité reste bien réelle.

D'un point de vue plus pratique, on peut finalement se poser la question de la pertinence de toutes ces considérations sur l'efficacité du procédé de broyage. Comme on l'a vu, elles sont indéniablement utiles pour se faire une idée des ordres de grandeur en jeu. Elles sont cependant bien trop floues et surtout variable d'une situation à une autre pour permettre une analyse quantitative. Dans les faits, les industriels se cantonnent à des analyses comparatives : on regarde pour un site industriel donné (et donc des conditions matériaux précises), les évolutions de la consommation d'énergie en passant d'une technologie ou d'une gamme de finesse à une autre. Une évaluation précise des forces d'une technologie ne réside jamais que dans la somme de ces retours d'expériences.
La définition de l'efficacité énergétique en fonction de l'énergie de fracturation reste cependant une référence qu'il convient de garder à l'esprit. C'est avec elle que l'on obtient les valeurs de 1ou 2 % d'efficacité souvent invoquées. Du point de vue micromécanique, la définition en fonction de l'énergie nécessaire pour briser un grain unique est séduisante, mais souffre de son manque de précision, l'énergie de rupture d'un grain étant définie de manière insuffisament précise.

Chapitre 3

Compression œdométrique d'un lit de particules fragiles

Dans les chapitres 4, 5 et 6 de cette étude, nous ramenons le problème du broyage par compression à celui de la compression œdométrique d'un lit de particules fragiles. Ce chapitre vise à justifier ce choix, et à présenter un certain nombre de généralités à propos de l'essai œdométrique et du comportement fragile à l'échelle du grain de clinker.
Nous documentons tout d'abord l'utilisation de cet essai de compression œdométrique dans le domaine du broyage par compression et de la compaction de poudres, et discutons de sa pertinence vis à vis du procédé industriel. Nous décrivons le comportement de la matière lors de cet essai de compression œdométrique. Le comportement de la poudre, à l'échelle macroscopique, est bien reproduit par des modèles élastoplastiques, et nous détaillons le plus répandu d'entre eux, le modèle de Drucker-Prager/Cap. La granulométrie tend à converger vers une valeur limite, au fur et à mesure que la densification rend de plus en plus difficile la fragmentation de nouvelles particules.
Nous discutons ensuite du caractère fragile du clinker, à différentes échelles. Nous décrivons sa microstructure, à l'origine du comportement fragile des grains, et discutons des effets de la taille des grains sur ce comportement, et notamment de la possibilité de l'apparition de phénomènes plastiques en sus de la fragmentation pour les grains les plus petits. Nous présentons aussi quelques résultats de microscopie électronique réalisés sur du clinker compacté, afin de donner un apercu visuel du matériau qui nous intéresse ici.

Sommaire

3.1 Compression œdométrique et broyage 34
3.1.1 Le test œdométrique comme cas-modèle de broyage par compression 34
3.1.2 Evolution de la contrainte en fonction de la déformation 36
3.1.3 Comportement plastique à l'échelle macroscopique 38
3.1.4 Notion de granulométrie limite 42
3.2 Fragilité à l'échelle du grain 44
3.2.1 Fragilité du clinker : origines microstructurales 44
3.2.2 Fragilité : effets d'échelle et lieu de l'initiation de fissure 46
3.2.3 Comportement plastique à petite échelle 49
3.2.4 Observation d'un échantillon de poudre compactée par microscopie électronique 51
3.3 Travaux réalisé à partir la compaction œdométrique 57

3.1 Compression œdométrique et broyage

3.1.1 Le test œdométrique comme cas-modèle de broyage par compression

Un test de compression œdométrique consiste à comprimer un matériau dans une direction au moyen d'un cylindre pressant, tout en bloquant par des parois fixes le déplacement dans les deux autres directions (Figure 3.1). Ce type de configuration est assez universel dans le domaine de la mécanique des poudres, qu'il soit utilisé comme technique de caractérisation de matériaux granulaires (géotechnique, métallurgie, céramique) ou comme procédé industriel pour la fabrication de tablettes de poudre compactée (pharmacie).

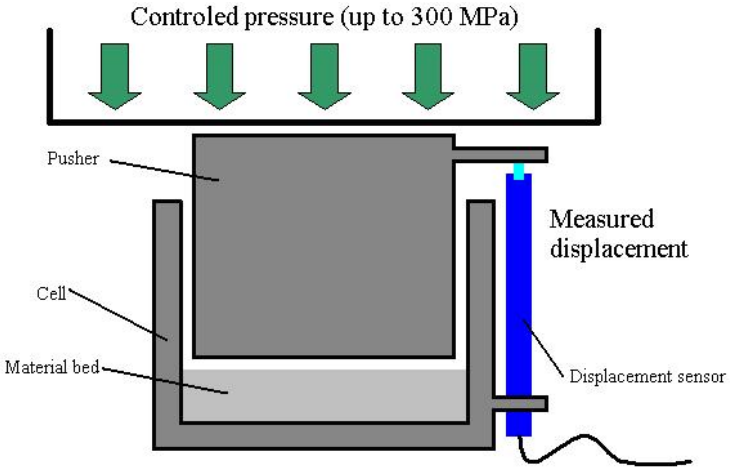

FIGURE 3.1 – Schéma de la cellule de compression œdométrique

Historiquement, les travaux de K. Schönert, l'inventeur des broyeurs à rouleaux, ont d'abord porté sur la fragmentation de particules minérales dans une cellule de compression œdométrique. Ce n'est qu'en cherchant à appliquer ce principe à grande échelle que l'idée du broyeur à rouleaux est apparu. Depuis, la cellule œdométrique n'a pas cessé de servir de référence pour les études sur le broyage par compression. Outre les travaux fondateurs de K. Schönert ([Aziz 1980], [Schönert 1988],[Schönert 1996], [Liu 1996]), on notera l'étude de [Fuerstenau 1996] qui a tenté de rationaliser au mieux cet essai en fournissant des modèles empiriques pour représenter l'évolution de l'état de la matière et de son état de contrainte. [Vallet 1995] et [Dronsart 1997] ont aussi intégré ce type d'essais à leurs travaux, le premier pour son étude du lien entre propriétés individuelles des grains et propriétés du lit de particules, le second dans son étude de l'effet de compressions successives. Plus récemment, [Oettel 2001] étudie l'effet d'un relâchement du confinement et de l'utilisation d'un agent de mouture. [Hosten 2009] s'intéresse à l'influence de la distribution granulométrique du produit de départ. [Pourghahramani 2007] étudie le comportement de l'hématite dans des domaines de pressions extrêmes permettant la modification de la microstructure du matériau. Enfin [**?**] applique à la compression œdométrique un modèle général d'évolution de la granulométrie dans un broyeur à la

cellule œdométrique.
Au-delà du seul domaine du broyage industriel, des dispositifs similaires ont été mis en place pour étudier le comportement de sables ou de sols avec une fragmentation au moins partielle des grains. [Brzesowsky 1994], notamment, propose une synthèse intéressante à ce sujet. La possibilité que les grains se fragmentent lors d'une compaction œdométrique est aussi bien intégrée dans le domaine de la compaction de poudres pharmaceutiques ou céramiques, même si cet effet est rarement étudié de manière spécifique.

L'application à l'étude de la fragmentation de ce type de cellule pose des problèmes techniques spécifiques. La question de la dimension de l'échantillon est critique, afin de disposer d'un nombre de particules statistiquement signifiant, mais surtout pour être certain de bien repousser à l'infini les effets de bord. En effet, il est bien connu que le champ de contraintes dans un matériau granulaire est extrêmement hétérogène, les contraintes se transmettant le long de lignes de grains baptisées chaînes de force. Certaines d'entre elles supportent des charges très supérieures à la contrainte moyenne dans l'empilement [Radjai 1996]. [Ben-Nun 2010] propose une analyse de l'importance de cette hétérogénéité du réseau de contact sur la fragmentation, fondée sur la simulation numérique DEM. L'étude par la simulation numérique de l'évolution de l'organisation du matériau granulaire affecté par des évènements de rupture sera l'objet de la partie 4 de cette étude.
Quoi qu'il en soit, cette importante hétérogénéité des contraintes impose des dimensions suffisamment grandes de la cellule afin que la majorité des grains subissent un chargement se rapprochant le plus possible de celui d'un grain immergé dans un milieu granulaire infini soumis à une déformation homogène. [Aziz 1980] énonce les dimensions minimales suivantes pour la cellule :

$$\frac{D}{X_{max}} > 10 \quad ; \quad \frac{h}{X_{max}} > 6 \quad ; \quad \frac{h}{D} < \frac{1}{3} \tag{3.1}$$

où D est le diamètre de la cellule, h la hauteur initiale de matière dans la cellule, et X_{max} la taille maximale des particules dans le matériau granulaire. Ce choix de dimensions repose sur la constatation empirique d'une absence d'effets de bord sur l'évolution de la granulométrie et ces dimensions ont depuis été systématiquement reprises par les études ultérieures. Dans la plupart des cas exposés dans la littérature, X_{max} est de l'ordre de quelques mm, ce qui impose de dimensionner la cellule en fonction, avec un diamètre approchant le plus souvent la dizaine de cm. La troisième condition, imposant un élancement vertical faible de l'échantillon caractérisé, vise à limiter l'impact du frottement latéral sur le champ de contrainte dans la matière. Enfin, les contraintes élevées nécessaires à l'obtention d'un broyage par compression (dans le cas de notre travail sur le clinker, jusqu'à $300MPa$), impose une conception mécanique suffisamment robuste, pas forcément facile à concilier avec les dimensions élevées du système.

On notera qu'aucune étude ne prend en compte la vitesse du chargement. Du reste, il n'y a pas de commune mesure entre la vitesse de chargement dans une presse à rouleaux, où la matière est chargée en quelques secondes, et l'essai œdométrique qui dure plusieurs minutes. Ensuite, pour que la vitesse de chargement ait une influence majeure, il faudrait

que les phénomènes de propagation de fissures et de réarrangement granulaire se fassent sur des durées comparables à celle de l'essai ou celle du procédé industriel. Or ces phénomènes sont extremement rapides : les vitesse de propagation de fissures instables sont de l'ordre de la vitesse du son. [Tavares 1998] écarte du reste la possiblité d'une influence de la vitesse de chargement à l'échelle de la rupture du grain dans les systèmes industriels. On verra en 4.4.3 que les échelles de temps des réarrangements granulaires sont elles-aussi extremmement courtes pour des contraintes élevées. La question d'une influence de la vitesse de chargement se pose en revanche lorsque la rupture a lieu au cours d'un choc, dans un broyeur à boulet ou lorsqu'une particule est projetée contre une paroi, par exemple.

Même si cet essai est très répandu, la question de sa capacité à représenter correctement les conditions régnant dans un broyeur industriel se pose évidemment. [Schönert 2002], déjà évoqué en 2.2.3, a cherché à justifier ce modèle en analysant le champ de contraintes au niveau des rouleaux d'une presse de laboratoire (voire aussi Figure 2.16). Les contraintes de cisaillement sont effectivement assez réduites, tout au moins comparées à la valeur de la contrainte normale. L'analogie avec l'essai œdométrique est aussi confortée par la géométrie du système : si la contrainte normale est exercée dans la direction normale au rouleau, le confinement dans les deux autres directions de l'espace est assuré par le gavage en matière de la presse, et le confinement latéral de la matière par des plaques évitant la sortie de celle-ci par les côtés. Cependant, l'impact de cette composante de cisaillement du chargement, même faible, reste à évaluer.
[Guimaraes 2007] est l'une des rares études s'intéressant à l'effet sur la fragmentation d'une composante de cisaillement dans le chargement, pour la fabrication de granulats. Il remarque un effet important, en particulier sur la génération de particules fines : un chargement moins "compressif" favoriserait un mécanisme de génération de particules fines par abrasion, par rapport à un mécanisme d'éclatement des grains qui serait dominant pour un chargement plus compressif. L'échelle de taille différente (l'étude porte sur la fabrication de granulats, et les particules sont beaucoup plus grosses que dans le cas du broyage du clinker) et l'importance des contraintes de cisaillement étudiées rendent cependant difficile toute extrapolation au cas du broyage par compression.
Même s'il est probable que la compression œdométrique soit une approximation satisfaisante des conditions régnant dans un broyeur industriel, il convient de rester prudent et de se rappeler que ce choix est aussi un choix par défaut. D'autres configurations de chargement pourraient être envisagées, en effectuant par exemple un chargement en compression biaxiale ou en cellule de cisaillement. La mise en place de tels dispositifs reste cependant délicate pour des valeurs de contraintes de l'ordre de la centaine de MPa et de gros échantillons.

3.1.2 Evolution de la contrainte en fonction de la déformation

[Vallet 1995] propose une division en trois phases du chargement lors d'un essai de compression œdométrique :

- Une première phase où les contraintes sont insuffisantes pour engendrer la rupture

en masse des particules. La compaction de la matière, très limitée, repose essentiellement sur la réorganisation des grains entre eux. Cette phase correspond à une augmentation relativement rapide de la contrainte avec la déformation tant que la fragilité des grains n'est pas sollicitée.

- Une deuxième phase de broyage proprement dit. Les ruptures de grains sont généralisées, et constituent le mécanisme dominant de la compaction. La contrainte n'augmente au début que lentement avec la déformation, puis de plus en plus rapidement lorsque les ruptures se font plus difficilement.
- Alors que la compaction progresse, les conditions deviennent de plus en plus défavorables à la rupture des particules. En effet, la rupture fragile s'appuie sur l'hétérogénéité du champ de contraintes. Au fur et à mesure que la compacité augmente et que la composition granulométrique s'enrichit en fragments fins, le chargement des grains devient de plus homogène et s'approche des conditions d'une compression isotrope. Un tel chargement est très défavorable à l'ouverture d'une fissure et donc à la rupture du grain. Commence alors selon Vallet une troisième phase où les ruptures de grains deviennent extrêmement difficiles, ce qui limite fortement la compaction et pourrait entrainer l'activation d'autres modes de déformation (déformation plastique des grains, par exemple).

En pratique, pour les tests pratiqués sur le clinker, il parait difficile de distinguer différentes phases au cours de chargement, la courbe reliant la contrainte à la densité donnant plutôt une impression de grande régularité. Les résultats suivants donnent des exemples de courbes contrainte/densité obtenues sur clinker au moyen de la cellule de compression mise en place au LCR (voir Partie 5.2). Les figures que nous commentons sont aussi présentées dans cette partie.
La Figure 5.8 montre le trajet de chargement vu dans son ensemble (dans le cas d'une poudre de clinker de grains de taille initiale entre 1 et 1.25 mm). L'augmentation de la contrainte est régulière et le durcissement progressif, et il parait difficile de distinguer une transition entre une phase II qui correspondrait à la rupture fragile des particules et une phase III où ce mécanisme saturerait.
Pour certains échantillons, en particulier les produits les plus fins et donc exhibant un caractère moins fragile (voir Partie 3.2.2), on peut éventuellement observer une augmentation rapide de la contrainte, entre une phase d'ajustement entre le piston et la matière et le début d'une phase de compression plus régulière qui pourrait correspondre au début des ruptures de grains (Figure 5.10). Au vu de ces essais, cette phase ne concernerait que des pressions extrêmement faibles (de l'ordre du dixième de MPa), ce qui limite son impact pratique sur l'étude du broyage par compression.
Les mécanismes définis par Vallet paraissent pertinents, et leur importance relative varie sans doute conformément à ce qu'il énonce au cours de la compaction. Cependant, dans le cas du broyage du clinker, il parait franchement hasardeux de conclure à la définition de phases bien distinctes qui se succèderaient au cours de la compression. Cette distinction en phase pourrait aussi être plus facilement identifiable sur un matériau modèle, comme des billes de verre.

Des dizaines de lois empiriques ont été proposées afin de modéliser l'évolution de la contrainte en fonction de la densité, que ce soit spécifiquement pour le broyage par compression ou plus largement pour la compaction de poudres. [Dronsart 1997] propose un inventaire de quelques-unes utilisées pour l'étude du broyage par compression, notamment celles proposées par K. Schönert et D. Fuerstenau, les deux contributeurs historiques en ce domaine.
En ce qui concerne la compaction de poudres proprement dite, les modèles les plus courants sont ceux de [Walker 1923] et de [Heckel 1961]. Ces deux modèles sont théoriquement plus adaptés à des poudres plastiques et ne conviennent pas forcément pour l'ensemble du trajet de chargement, mais bénéficient d'un retour sur expérience certain (voire aussi [Sonnergaard 1999] pour une analyse critique).
En pratique, il parait assez vain d'essayer d'arbitrer entre cette multitude de lois. De fait, et en l'absence de toute justification physique, toutes sortes de formes mathématiques sont susceptibles de convenir pour représenter un comportement aussi simple. Dans le cadre de cette étude, quand une telle représentation a été nécessaire, nous avons adopté une loi de puissance simple de la forme :

$$\sigma = A(\rho^K - \rho_0^K) \tag{3.2}$$

avec σ la contrainte dans la direction verticale, ρ et ρ_0 les densités actuelles et initiales, A et K des constantes. Cette "loi" a toujours permis d'obtenir une correspondance avec les résultats expérimentaux satisfaisante, c'est-à-dire largement inférieure à la précision de mesure et la reproductibilité des résultats. Dans la mesure où $A\rho_0^K$ est très petit devant σ dès que la compaction devient conséquente, cette forme présente aussi l'avantage de définir la compressibilité K, une notion bien connue des mécaniciens des poudres.

3.1.3 Comportement plastique à l'échelle macroscopique

Au delà de la compression œdométrique, disposer d'une véritable loi de comportement est nettement préférable, afin de pouvoir relier contraintes et déformations pour tout type de chargement. Ce genre d'approche n'a cependant à notre connaissance encore jamais été adopté dans le domaine du broyage industriel. Les lois les plus couramment utilisées en la matière sont des lois élastoplastiques, et proviennent pour l'essentiel de la recherche en géotechnique ou sur le traitement des poudres. Ce type de modèle est très courant et décrit dans de nombreux ouvrages de référence ([Salencon 2002]) : on se contentera ici d'en décrire rapidement les principes. Il repose sur la définition d'un critère de plasticité F, qui définit les états de contrainte accessibles au matériau. F est une fonction de la contrainte $\underline{\underline{\sigma}}$, et de l'état du matériau, caractérisé par une ou plusieurs variables d'écrouissage $\boldsymbol{k}$ (pour la compaction de poudres, la porosité, par exemple). On définit ainsi 3 zones dans l'espace des contraintes :

- $F(\underline{\underline{\sigma}}, \boldsymbol{k}) < 0$, la zone élastique : tant que les contraintes restent dans cette zone, les déformations sont réversibles et le comportement est décrit par les lois de l'élasticité.
- $F(\underline{\underline{\sigma}}, \boldsymbol{k}) = 0$, le critère de plasticité.

- $F(\underline{\underline{\sigma}}, \boldsymbol{k}) > 0$ correspond à des états de contraintes inaccessibles.

Sur le critère de plasticité, le comportement dépend du signe de $\frac{\partial F(\underline{\underline{\sigma}},\boldsymbol{k})}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} : d\underline{\underline{\sigma}}$. Si cette valeur est négative, cela signifie que l'on est en train de rentrer dans le domaine des contraintes admissibles : le comportement est élastique. Si $\frac{\partial F(\underline{\underline{\sigma}},\boldsymbol{k})}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} d\underline{\underline{\sigma}}$ est positif, il y a écoulement plastique : une déformation plastique irréversible $\underline{\underline{\varepsilon}}_p$ apparait, définie par 3.3 :

$$\dot{\underline{\underline{\varepsilon}}}_p = \dot{\lambda} \frac{\partial G(\underline{\underline{\sigma}}, \boldsymbol{k})}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} \tag{3.3}$$

où λ est un scalaire, le multiplicateur plastique, et $G(\underline{\underline{\sigma}}, k)$ le potentiel plastique, une fonction décrivant la direction de l'écoulement plastique en fonction de l'incrément de contrainte. Une hypothèse courante consiste à confondre le critère de plasticité et le potentiel plastique ($G = F$), on parle alors d'écoulement plastique associé. La déformation totale $\underline{\underline{\varepsilon}}$ se décompose alors en une composante élastique $\underline{\underline{\varepsilon}}_e$ et une composante plastique $\underline{\underline{\varepsilon}}_p$ (3.4) :

$$\dot{\underline{\underline{\varepsilon}}}_p = \dot{\lambda} \frac{\partial G(\underline{\underline{\sigma}}, \boldsymbol{k})}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} \tag{3.4}$$

La déformation plastique du matériau entraine une modification des variables d'écrouissage (la porosité diminue au cours de la compaction, par exemple). Si la déformation plastique se poursuit, on reste en continu sur le seuil plastique ($F = 0$), et l'on peut donc écrire une relation du type (3.5) :

$$\dot{F} = \frac{\partial F(\underline{\underline{\sigma}}, \boldsymbol{k})}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} \dot{\underline{\underline{\sigma}}} + \frac{\partial F(\underline{\underline{\sigma}}, \boldsymbol{k})}{\partial \boldsymbol{k}} \dot{\boldsymbol{k}} = 0 \tag{3.5}$$

Si l'on dispose d'un lien entre la variable d'écrouissage $\boldsymbol{k}$ et la déformation plastique $\dot{\underline{\underline{\varepsilon}}}_p$, cette relation permet de calculer le multiplicateur plastique $\dot{\lambda}$, et de calculer la déformation plastique en fonction de l'évolution de la contrainte.

Dans le cas de la compaction d'un matériau granulaire, le comportement se caractérise par une zone d'élasticité initiale peu importante (un matériau granulaire non consolidé ne peut encaisser que des contraintes faibles sans rupture de la structure), et un écrouissage très important, pouvant conduire à une augmentation de la contrainte sur plusieurs ordres de grandeur. En pratique, si l'on s'en tient aux observations faites en 3.1.2, la déformation plastique de l'échantillon constituera l'essentiel de la phase de compaction, et on pourra souvent assimiler la déformation à sa composante plastique, en négligeant l'impact de l'élasticité.

Enfin, il convient de noter que ce comportement plastique décrit le comportement macroscopique de la poudre, et est à priori complètement indifférent aux micromécanismes qui l'engendrent au niveau des grains. Ce modèle plastique peut aussi bien être appliqué à une poudre se déformant par réarrangement, par déformation plastique ou par rupture fragile des grains. Les micromécanismes sont même souvent complètement ignorés.

De très nombreux modèles de plasticité des matériaux granulaires ont pu être proposés,

et un inventaire complet dépasserait largement le cadre de cette thèse. Les deux plus couramment utilisés sont certainement le modèle Cam-Clay ([Schofield 1968]), et le modèle Drucker-Prager/Cap ([Drucker 1952],[Di Maggio 1971]). Nous présentons ce dernier plus en détail. C'est sans doute le plus utilisé dans le domaine de la compaction de poudres. Il a par exemple été appliqué récemment à la simulation par les éléments finis de la compression œdométrique ([Michrafy 2002]), ou du compactage à rouleaux ([Michrafy 2011b], [Cunningham 2010]). Dans les deux cas, l'application concernait l'industrie pharmaceutique. Il parait donc particulièrement pertinent pour notre problème. On le verra, il présente aussi des similitudes avec le modèle micromécanique présenté au Chapitre 6. Nous avons aussi choisi de l'adopter pour la simulation par éléments finis du broyage à rouleaux en **??**. Comme le modèle Cam-Clay, le modèle Drucker-Prager/Cap est un modèle isotrope. La fonction seuil peut donc être représentée comme une fonction de deux composantes du tenseur des contraintes : la pression p et la contrainte déviatorique q, définie de la manière suivante (3.6) :

$$q = \sqrt{J_2} = \sqrt{\frac{1}{2} s_{ij} s_{ij}}\,,\ \underline{\underline{\mathbf{s}}} = \underline{\underline{\sigma}} - \frac{1}{3}\,[\mathrm{tr}\boldsymbol{\sigma}]\,\underline{\underline{\mathbf{1}}} \tag{3.6}$$

La fonction seuil est alors représentée comme un surface fermée dans le plan d'axes (p, q). Dans le cas du Drucker-Prager/Cap model (du moins la version que nous présentons ici), elle est en fait la réunion de 3 surfaces distinctes : la droite de Drucker Prager F_{DP} (3.7), le "cap" F_C (3.8), et une surface de transition F_t (3.9) :

$$F_{DP} = q - p\tan\beta - d = 0 \tag{3.7}$$

$$F_C = \sqrt{(p - p_a)^2 + \left(\frac{Rq}{1 + \alpha - \alpha/\cos\beta}\right)^2} - R\,(d + p_a \tan\beta) = 0 \tag{3.8}$$

$$F_t = \sqrt{(p - p_a)^2 + \left(q - \left(1 - \frac{\alpha}{\cos\beta}\right)((d + p_a \tan\beta)\right)^2} - \alpha\,(d + p_a \tan\beta) = 0 \tag{3.9}$$

où d est la cohésion de la poudre, β son angle de friction. R, p_a et α sont des paramètres du modèle. L'allure de la surface est présentée Figure 3.2. La droite de Drucker-Prager F_{DP} gouverne le comportement du matériau granulaire en cisaillement ou en tension. Pour cette composante du critère, le mécanisme de la déformation est la décohésion et la réorganisation du matériau granulaire. Le potentiel plastique G_{DP} pour cette partie du critère n'est pas associé, sa formule est donnée par (3.10) :

$$G_{DP} = \sqrt{((p - p_a)\tan\beta)^2 + \left(\frac{q}{1 + \alpha - \alpha/\cos\beta}\right)^2} \tag{3.10}$$

Le "cap" gouverne lui le comportement de la poudre pour les chargements plus compressifs. Il a la forme d'une ellipse, dont la forme et la position sont gouvernées par les paramètres R et p_a. C'est cette partie du critère qui est le plus souvent sollicitée lors d'une compression œdométrique. Le potentiel plastique est associé sur cette portion. La surface de transition n'a pas de réel sens physique, sinon d'assurer une transition continue entre les deux critères : sans elle, il y aurait une discontinuité de la courbure de la surface, ce

qui a tendance à rendre les calculs instables dans les applications numériques. En pratique, une valeur de α petite devant 1 assure qu'elle ne représente qu'une petite portion de la surface totale, et que son impact pratique reste limité.
Le modèle dépend d'une unique variable d'écrouissage, représentant l'évolution de la compaction du matériau. On peut par exemple prendre la porosité, ou la fraction solide. Le durcissement du matériau est alors représenté par une extension progressive du "cap" avec la densification (Figure 3.2), augmentant peu à peu la valeur de la contrainte qu'il faut exercer pour continuer la compaction.

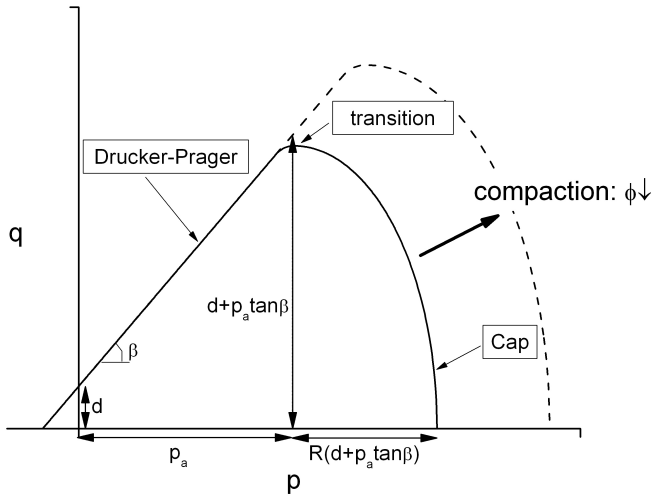

FIGURE 3.2 – Forme du seuil de plasticité de Drucker-Prager/Cap dans l'espace (p, q), avec ses dimensions caractéristiques. Par souci de simplification, l'écrouissage est représenté à angle de friction constant.

Selon la complexité souhaitée du modèle, on peut faire dépendre plus ou moins largement les paramètres du degré de compaction. La définition du "cap" repose sur un ou des essais de compaction. On néglige souvent les déformations élastiques. Dans ce cas, un essai de compaction œdométrique (avec mesure des contraintes latérales) permet d'avoir accès à la normale au "cap" pour un trajet de chargement. C'est toutefois insuffisant pour établir l'équation de cette surface. Il faut soit disposer de données en compaction pour un trajet de chargement différent (avec un essai de compaction triaxiale, par exemple), ou fixer arbitrairement un paramètre, comme le paramètre de forme R.
La droite de Drucker-Prager peut être fixée pour tout degré de compaction, l'angle de frottement pouvant être établi par une mesure sur la poudre non consolidée dans une cellule de cisaillement, ou déduit d'une mesure d'angle de repos. Il s'agit d'une option peu satisfaisante, des paramètres comme la cohésion dépendant manifestement de la compaction. La technique la plus complète consiste à évaluer la résistance des compacts

formés pour plusieurs valeurs de la compaction. Pour cela, il faut effectuer au moins deux essais avec des conditions de chargement différentes, un essai brésilien et une compression uniaxiale du compact, par exemple. Des méthodes indirectes reposant sur le comportement du compact lors d'une décharge peuvent aussi être envisagées ([Michrafy 2002]).

Le modèle de Drucker-Prager/Cap fournit un cadre satisfaisant pour une représentation élastoplastique et isotrope. Il convient de noter que ces hypothèses ne font pas forcément consensus dans le domaine des matériaux granulaires. [Oda 1993] est le premier à proposer des évolutions des modèles isotropes afin de tenir compte de l'anisotropie du matériau, qu'elle soit inhérente à celui-ci ou induite par une déformation anisotrope de la microstructure. [Dafalias 1986] propose un modèle depuis largement repris ("bounding surface plasticity" en anglais), qui représente un comportement hypoplastique de la poudre. Elargissant la notion de plasticité, ce type de comprtement postule l'existence d'une déformation irréversible pour tout incrément de déformation : il n'y a donc plus à proprement parler de seuil de plasticité.
Ces modèles plus complexes et moins courants peuvent s'avérer utiles dans certaines situations, mais trouvent leur application surtout pour des trajets de chargement complexes. Dans le cas relativement simple nous concernant, un cadre élastoplastique isotrope devrait se révéler suffisant. En tout cas, des expériences de rechargement d'échantillons compactés n'ont dans notre cas pas permis de mettre en évidence un comportement hypoplastique : de nouvelles déformations conséquentes n'apparaissaient que lorsque la contrainte de consolidation initiale était de nouveau atteinte.

Enfin, si ces modèles permettent de rendre compte de manière satisfaisante du comportement du matériau en compression, ils restent largement empiriques. De fait, une adéquation du modèle au comportement réel du matériau ne peut se faire qu'au prix d'une procédure expérimentale on l'a vu assez lourde, et sans que la compréhension des phénomènes à l'œuvre dans la poudre ait progressé. Mais les tentatives visant à faire reposer ce comportement sur des bases micromécaniques restent assez rares (voir 6.1). Au Chapitre 6, nous présentons une démarche visant à établir une loi de comportement plastique pour un matériau granulaire aux grains fragiles, en utilisant des techniques d'homogénéisation des matériaux aléatoires.

3.1.4 Notion de granulométrie limite

Au fur et à mesure que le broyage progresse, la rupture des particules devient de plus en plus difficile. [Tsoungui 1998] étudie le phénomène, à la fois expérimentalement et par la simulation numérique. Selon lui, le mécanisme en cause est le matelassage ("cushionning" en anglais) des grains par les fragments de plus en plus nombreux : le nombre et la surface de contacts augmentent, diminuant les concentrations de contraintes au niveau de chaque contact, et répartissant le champ de contrainte de manière plus homogène sur le grain Figure 3.3. Cette configuration est très défavorable à la rupture des grains, qui découle de la présence locale d'importantes contraintes de tension ou de cisaillement, et donc sur l'hétérogénéité du champ de contraintes. A terme, on conçoit que

cette évolution puisse aboutir au blocage quasi-total de la fragmentation dans le matériau. Les essais sur clinker réalisés au LCR ont montré, pour le clinker et des pressions de travail usuelles, que la fragmentation des particules ne permet pas de compacter au delà d'une porosité de 16 à 18%, un résultat en accord avec les observations pour d'autres types de matériaux minéraux [Fuerstenau 1996]. On conçoit alors qu'il puisse exister une répartition de tailles limite qui corresponde à l'état ultime de division qu'atteint la matière soumise à une très forte pression.

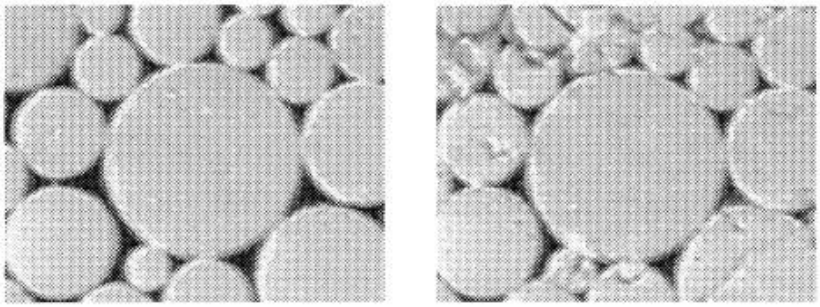

FIGURE 3.3 – Illustration du phénomène de matelassage suite à la rupture des voisins d'une particule restée intacte. Empilement 2D de disques de plâtre ([Tsoungui 1998])

[Sammis 1984] est à l'origine d'une autre interprétation de cette notion de granulométrie limite. S'intéressant aux gouges de failles (des zones de roches broyées entre deux failles géologiques), il a observé que la taille des fragments y suivait une loi de puissance sur une très large gamme de tailles. Cette loi correspondrait à un empilement "fractal" : la taille relative des voisins d'une particule ne dépend pas de sa taille. On peut y voir une forme d'équilibre entre différentes classes de taille si la rupture des grains dépend surtout de l'environnement granulaire de ceux-ci. Il a aussi émis l'hypothèse que le système tendait vers une compacité maximale, du fait du chargement compressif, mais en minimisant la dépense énergétique et donc la surface créée. La logique voudrait alors que la distribution tende vers l'empilement apollonien, de dimension fractale 2.47, qui correspond précisément à l'empilement dense de surface spécifique minimale (Figure 3.4). Sammis rapporte des dimensions fractales de 2.6 pour les granulométries naturelles observées, un résultat cohérent avec son hypothèse.
A noter qu'il ne s'agit pas de la seule tentative visant à donner une explication physique à la forme adoptée par les courbes granulométriques. [Epstein 1947] prédit la convergence vers une loi log-normale de certains mécanismes de fragmentation, dans un cadre d'hypothèses qu'il parait cependant délicat d'étendre au broyage par compression. Plus général, [Kapur 1971] prévoit la conservation de la forme de certains types de distribution granulométrique au cours du broyage, entre autres les granulométries suivant une loi de Rosin-Rammler, une forme très utilisée pour les granulométries de poudres fines.

[Einav 2007], lui, part de l'existence de cette granulométrie limite pour formuler une

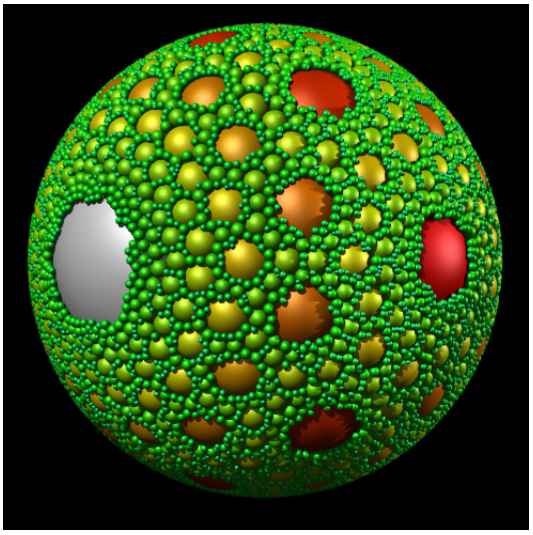

FIGURE 3.4 – Visualisation de l'empilement apollonien 3D, avec des grains sphériques (source : Wikipedia)

description mécanique du broyage inspirée de la mécanique de l'endommagement. A la manière d'une variable d'endommagement, il définit une variable de broyage, variant de 0 à 1, décrivant le degré de transformation de la matière de son état initial vers son état limite (moyennant la définition d'une norme adéquate permettant la comparaison des distributions granulométriques). Cette formulation a l'avantage de permettre une prise en compte mécanique et thermodynamique du degré de l'avancement du broyage en s'abstrayant en partie de l'information trop détaillée de la granulométrie et de son évolution. La contrepartie est qu'un tel formalisme reste forcément largement empirique.

La prédiction de la granulométrie du système ne se limite cependant pas à cette question : dans l'idéal, on cherche à disposer de l'évolution exacte de la taille des particules tout au long du broyage. Il s'agit d'une question ouverte, surtout en ce qui concerne le broyage par compression : nous dressons un état de l'art sur le sujet dans la partie 5, et nous y proposons un modèle original à partir des données collectées sur essais œdométriques.

3.2 Fragilité à l'échelle du grain

3.2.1 Fragilité du clinker : origines microstructurales

La structure minérale du clinker est complexe, polyphasique. On peut y distinguer trois grandes phases [Taylor 1997] :

- La phase de silicate tricalcique, ou alite (C3S en notation chimique « oxydes »). C'est la phase majoritaire (proportions types : 60 à 70%). C'est aussi la principale source des propriétés d'hydratation du clinker, notamment aux temps courts, du fait

de la cinétique rapide de sa réaction avec l'eau. Elle se présente sous la forme de cristaux de forme polyédrique, d'une taille allant de 20 à 80 microns.

- La phase de silicate dicalcique ou belite (C2S). Les proportions types sont de 10 à 20%. La belite participe aussi aux propriétés du ciment, mais sa cinétique de réaction plus lente limite son impact, surtout aux jeunes âges. Elle se présente sous la forme de cristaux de forme vaguement sphérique ou franchement irrégulière, d'une taille allant de quelques microns à 20 microns. Ils sont parfois regroupés en amas denses.
- La phase des aluminates (C3A et C4AF). Leurs proportions types sont de 20%. Cette phase résulte de la cristallisation de la phase liquide lors de la cuisson, tandis que les autres espèces sont formées à l'état solide. Ils forment donc une matrice qui entoure les cristaux d'alite et de belite. Leur état minéralogique est variable : lorsque la trempe est suffisamment lente, ils se présentent sous une forme cristalline, mais une trempe trop brusque peut les solidifier dans un état partiellement vitreux.

L'aspect d'une coupe polie au microscope est donc le suivant : de gros cristaux polyédriques d'alite, majoritaires, et de petits cristaux irréguliers de belite, noyés dans une matrice d'aluminates (Figure 3.5.

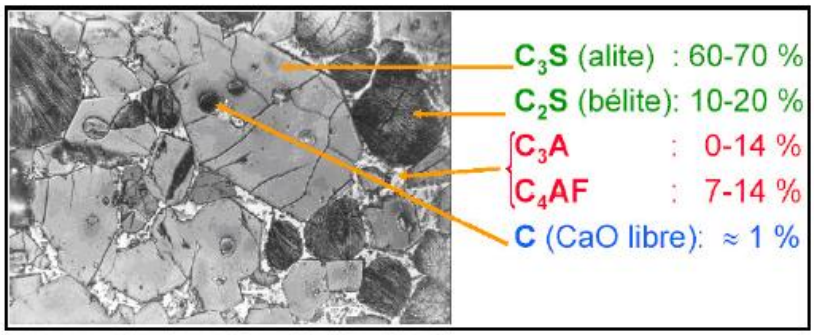

FIGURE 3.5 – Coupe polie d'un échantillon de clinker (1 cm ≈ 10μm (extrait de [Forgeron 1981])

Cette composition chimique est très variable d'un site industriel à un autre. La composition finale dépend en effet radicalement des propriétés du mélange d'argile et de calcaire originel (le "cru"), produit localement et donc variable d'un site à un autre, ainsi que des conditions d'opération du four.
Ainsi, en plus des variations dans les proportions énoncées plus haut, on peut observer la présence de diverses phases plus rares (périclase, calcite résiduelle), de grandes variations dans la forme et la taille des cristaux, la présence d'éléments traces venant perturber l'agencement cristallin...
Cette grande diversité se retrouve d'ailleurs dans les propriétés de broyabilité (i.e. la demande énergétique pour atteindre une finesse donnée), qui peuvent varier de plus de 50% d'un clinker à un autre selon les données du groupe Lafarge, ce qui ne facilite d'ailleurs pas la comparaison des installations industrielles entre elles du point de vue de

l'efficacité énergétique.

La littérature rapporte que le lien entre broyabilité et composition chimique du clinker est complexe et dépend de nombreux paramètres ([Taylor 1997], [Tokyay 1999], [Opoczky 2004], [de Souza 2008]). Tavares ([Tavares 2009], [Tavares 2006]) insiste notamment sur les effets d'échelles : la fragmentation du clinker n'est pas engendrée par les même types de défauts selon la taille des grains que l'on considère.
Aux échelles les plus grossières (de l'ordre du millimètre), la rupture fragile s'effectue à priori à partir de défauts "macroscopiques" : fissures développées lors du refroidissement, bulles d'air entrainées dans la structure. Aux échelles inférieures, le rôle des cristaux d'alite dans la fragilité du clinker a été souligné. Ces cristaux sont en effet largement pré-fissurés au cours du refroidissement du clinker, en sortie de four. La rupture s'effectuerait alors par percolation de ce réseau de microfissures à travers la phase interstitielle, et en contournant le plus souvent les grains de belite, plus résistants. De fait, un taux d'alite important est souvent associé à une broyabilité supérieure, même si des effets de second ordre ou des cas particuliers (rôle de la taille des cristaux, existence de différentes variétés de belite, effet des éléments traces) interdisent d'en faire une loi générale. Enfin, la fragmentation pour les tailles les plus fines serait gouvernée par les propriétés de la phase interstitielle.

Il est important de noter que la taille typique des cristaux constituant le clinker est du même ordre de grandeur que la taille finale attendue des grains de ciment. L'inhomogénéité du clinker ne peut donc certainement pas être ignorée, au moins à cette échelle. Par exemple, on ne peut certainement pas considérer à priori que la composition chimique du clinker originel se retrouve dans un grain de ciment particulier dans le produit fini. La broyabilité des différentes phases n'étant pas identique, on peut même s'attendre à observer une ségrégation par taille des différentes phases dans le produit fini, bien qu'un tel effet n'ait à notre connaissance jamais encore été documenté.

3.2.2 Fragilité : effets d'échelle et lieu de l'initiation de fissure

La théorie développée par Weibull, largement utilisée en mécanique de la rupture, décrit comment les effets d'échelles affectent les propriétés fragiles d'un matériau [Weibull 1949]. Elle est basée sur le principe du maillon faible : la rupture est engendrée par la propagation d'une fissure à partir d'un défaut initial, dénommé "défaut critique". La présence d'un seul de ces défauts critiques est donc suffisante pour engendrer la rupture de l'ensemble de la structure, ici, un grain de clinker. Pour une valeur donnée de la contrainte, et à supposer une distribution homogène des défauts, la probabilité de rencontrer le défaut critique est proportionnelle au volume subissant le chargement. Toujours à contraintes égales, un grand volume est donc plus susceptible de rompre qu'un volume de taille inférieure.
Ce principe du maillon faible n'est valable que pour des matériaux pour lesquels la mécanique de la rupture s'applique bien. Il suppose par exemple que la propagation d'une fissure soit instable et engendre la rupture à partir d'un défaut unique. Cette approche a déjà été

prouvée impropre pour des matériaux pour lesquels ces principes ne sont pas valables, notamment les matériaux cimentaires [Bazant 1976].
Selon Weibull, la probabilité P qu'un volume élémentaire V_0 puisse soutenir la contrainte σ sans rompre est de la forme :

$$P(\sigma) = e^{-\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m} \tag{3.11}$$

où σ_0 et m sont des paramètres du modèle. σ_0 est une contrainte caractéristique des propriétés de rupture, tandis que m caractérise la dispersion des propriétés du matériau. Une valeur de m faible caractérise des propriétés du matériau très dispersées, une valeur élevée une grande prédictibilité de la contrainte critique. Cette loi est utilisée plus loin dans les travaux de simulation DEM (partie 4). L'allure de la distribution pour différentes valeurs de m est représentée Figure 3.6. Les valeurs de m présentées correspondent à celles adoptées pour l'étude de simulation DEM du Chapitre 4.
L'évaluation du paramètre m, qui caractérise la dispersion du matériau, est particulièrement délicate, puisqu'elle nécessite la rupture d'un nombre statistiquement significatif de particules dans des conditions reproductibles. L'étude la plus complète est celle de [Tavares 2006], qui évalue pour 2 clinkers et plusieurs gammes de taille la distribution de résistances des particules au moyen d'un système à impact. Ce même Tavares a utilisé cet outil, l'UFLC (pour Ultra Fast Load Cell), sur de nombreux autres matériaux minéraux, ce qui permet la comparaison des résultats ([Tavares 1981]). Il obtient pour le clinker des valeurs de m entre 2.8 et 4.0, selon les séries et les tailles considérées. [Dronsart 1997], lui, utilise un système de compression 2 points, et aboutit à une valeur de m de 3.8, mais en agrégeant les résultats sur toutes les tailles étudiées par une loi d'échelle sur la résistance moyenne. Les deux auteurs insistent sur la difficulté à adapter une loi de Weibull sur les distributions de résistance, surtout [Tavares 2006] qui observe une distribution clairement bimodale pour un des deux clinkers étudiés. Enfin, ces études portent sur des tailles de particules plutôt élevées en ce qui concerne le broyage du clinker ($> 250\,\mu m$ pour [Tavares 2006], > 1 mm pour [Dronsart 1997]).
Même si elles n'ont à notre connaissance jamais été appliquées au clinker, il convient de noter que des techniques à impact permettent de remplacer avantageusement les techniques par compression utilisées par [Dronsart 1997] et [Tavares 2006]. Le principe est de projeter les particules sur une paroi avec une énergie donnée, et d'observer la proportion de survivants ([Meier 2008]). L'opération est conduite pour différents niveaux d'énergie afin de reconstituer la distribution de résistances. Cette technique est beaucoup plus rapide, et plus adaptée aux particules fines (charger correctement en compression une particule de $250\,\mu m$ requiert au minimum beaucoup de minutie...). La question de la représentativité de ce mode de rupture se pose cependant par rapport au broyage par compression (chargement en un point seulement, dynamique très rapide).
Selon le principe du maillon faible, si la probabilité de survie du volume V_0 est p, la probabilité de survie du volume V est $p^{\frac{V}{V_0}}$. La relation 3.11 devient alors 3.12 :

$$P(\sigma, V) = e^{-\frac{V}{V_0}\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m} \tag{3.12}$$

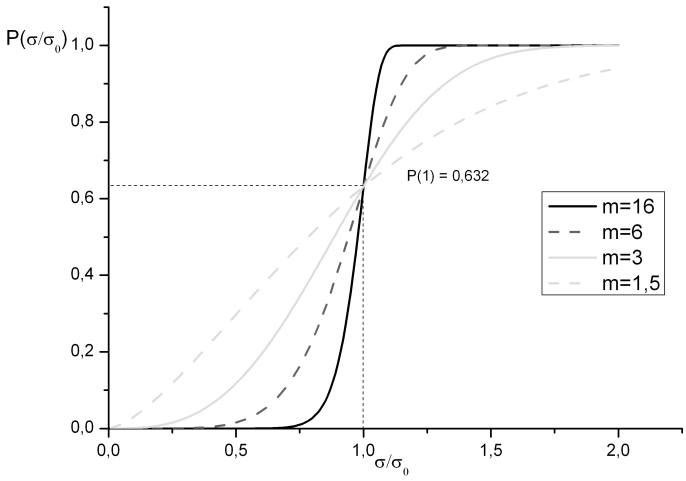

FIGURE 3.6 – Allure de la distribution de Weibull (distribution cumulée), pour différentes valeurs du paramètre m

Une telle dépendance en la taille des propriétés fragiles a évidemment une conséquence sur la fragmentation des particules lors du broyage. A la suite des travaux de Weichert, le modèle de Weibull a été appliqué à la rupture de particules fragiles ([Weichert 1992], [Fok 2001], [Jansen 2000]). W. Peukert et son équipe, en particulier, se basent sur ce type d'approche et obtiennent une relation entre énergie de broyage et probabilité de fracture, dans le cas de particules de polymères broyées par impact ([Vogel 2002],[Toneva 2007]). Même si certaines des hypothèses physiques peuvent paraitre discutables (Peukert suppose qu'il existe une valeur universelle du paramètre de Weibull m, alors que celui-ci prend couramment des valeurs très différentes selon les matériaux), il obtient une bonne adéquation de son modèle aux résultats expérimentaux.

La définition du volume V dans lequel un défaut critique peut être rencontré ne va pas de soi et peut avoir un impact capital sur la loi d'échelle déduite pour la résistance des particules. En effet, on ne peut pas considérer que le défaut critique est susceptible d'apparaitre avec la même probabilité n'importe où dans la particule, sauf à considérer que le chargement est uniforme, ce qui n'est évidemment pas le cas pour un grain au cœur d'un empilement granulaire.
[Kschinka 1986] justifie le choix de prendre V proportionnel au volume de la particule, dans le cas de la compression biaxiale, quasistatique, de grains irréguliers. Selon lui, la rupture serait initiée par l'apparition d'une tension au milieu du grain, dans une zone proportionnelle au volume total du grain. Cette description rappelle la configuration de l'essai brésilien, bien connu des mécaniciens, où la résistance d'un matériau en tension est testée par compression uniaxiale d'un cylindre. Certains travaux, de simulation numérique

notamment ([Tsoungui 1999a],[Ben-Nun 2010]), étendent ce résultat aux particules comprimées au sein de lits de particules, comme dans le cas du broyage par compression. [Brzesowsky 1994] pour des grains de sable irréguliers, et [Brajer 2003] pour des billes de verre, réfutent l'idée d'une rupture initiée au cœur du grain lors de la compression biaxiale, et par extension, lors du broyage par compression. Selon eux, la rupture est initiée sur le pourtour de la zone de contact entre deux grains, où apparaissent localement d'importantes contraintes de tension. Se crée alors au niveau du contact un cône de matière fortement fragmentée, susceptible d'agir comme un poinçon et de propager la rupture vers le cœur du grain. [Rhee 2001], notamment, renvoie à l'abondante littérature sur l'initiation et la propagation de ce type de fissures au contact. [**?**] pour les besoins de son modèle micromécanique, calcule le champs de contraintes dans un grain soumis à plusieurs compressions diamétrales, et conclue lui-aussi à une probable initiation des fissures au voisinage des contacts (voir 6.1.1).
Selon eux, c'est donc la dimension du contact entre les grains qui est pertinente pour définir le volume V. Cette vision suscite des difficultés supplémentaires. [Brajer 2003] relève que les défauts sollicités sont alors des défauts de surface des grains, aux propriétés potentiellement très différentes des défauts au cœur du grain. La valeur de m, notamment, ne saurait être extrapolée naïvement des propriétés volumiques, et dépendrait de l'état de la surface. [Brzesowsky 1994] fait intervenir le rayon de courbure local du grain dans la loi de contact et la définition de sa surface, éventuellement lui aussi très différent du rayon moyen du grain pour des particules irrégulières.

Enfin, la théorie de Weibull repose sur la distribution censée être uniforme d'une classe de défauts bien définie. Pour un matériau complexe comme le clinker, c'est loin d'être le cas, et comme l'illustre la discussion sur l'influence de la microstructure, les propriétés fragiles du clinker dépendent de différents types de défauts à différentes échelles. C'est cette explication qu'invoque [Tavares 2006] pour justifier de l'inadéquation de la distribution de Weibull à des distributions de résistance mesurées expérimentalement sur clinker.

3.2.3 Comportement plastique à petite échelle

Comme, en théorie, les défauts à l'origine des propriétés fragiles des particules se font de plus en plus rares au fur et à mesure que la taille des grains diminue, on peut concevoir qu'il existe une échelle pour laquelle en pratique il n'y a plus de défauts à solliciter et où la matière perd ses propriétés fragiles. Le comportement à cette échelle serait alors essentiellement élastoplastique, les particules se déformant sans qu'il y ait possibilité de rupture.
Une autre manière d'envisager le problème est de comparer les énergies nécessaires pour la rupture fragile d'une particule, et pour la déformation plastique de celle-ci. En effet, les dissipations plastiques sont proportionnelles au volume considéré, x^3 dans le cas d'une particule de taille caractéristique x. L'énergie de rupture fragile, elle (on peut imaginer par exemple de fendre la particule en 2), est proportionnelle à la surface créée, et donc à x^2. L'énergie nécessaire pour la déformation plastique décroit donc plus rapidement avec

la taille de la particule que l'énergie de rupture fragile. Autrement dit, il existe forcément une taille critique de particule telle que la déformation plastique devient compétitive énergétiquement par rapport à la rupture fragile.

[Kendall 1978] prédit l'existence d'une telle limite en compression pour une grande variété de matériaux, tous fragiles à des dimensions plus importantes, et propose des expressions pour une longueur caractéristique a_{crit} de la transition entre un comportement fragile et un comportement plastique. En utilisant l'énergie de fissuration W_c, le module de Young E, et la limite d'élasticité σ_0, Kendall propose :

$$a_{crit} = \frac{32EW_c}{3\sigma_0^2} \tag{3.13}$$

[Skrzypczak 2009b], utilise la nano-indentation pour caractériser une échelle de transition entre propriétés fragiles et plastiques pour un carbonate de calcium (du marbre de Carrare). La taille caractéristique identifiée expérimentalement correspond remarquablement bien aux estimations théoriques de Kendall.
En ce qui concerne le clinker de ciment, il est possible d'effectuer une rapide estimation de cette taille critique à partir des données de la littérature. [Forgeron 1981] propose des estimations de l'énergie de fracture allant de 12.8 à 17.7 J.m^{-1}, et du module de Young de 83.7 à 94.7 GPa (sur trois clinkers testés). [de Souza 2008] propose, à partir d'expériences de nano-indentation des estimations de la dureté Vickers des différentes phases pour 6 clinkers différents, de 5.36 à 5.86 GPa pour l'alite. Les estimations pour la belite variant drastiquement en fonction du type de cristal rencontré (de 4.75 à 12.56 GPa). En utilisant la conversion usuelle entre dureté Vickers H_v et limite de plasticité σ_0 ($H_v = 3\sigma_0$), et l'expression 3.13, on obtient une taille critique estimée entre 3 et 5.6 μm pour l'alite. Une estimation à partir des données elles aussi obtenues par nano-indentation par [Velez 2001], (module de Young de 135 GPa, dureté Vickers de 8.7 GPa pour l'alite) donne une fourchette de taille légèrement inférieure, entre 2.1 et 3 μm. Il s'agit de tailles proches des ciments industriels les plus fins (utilisés pour les mortiers de jointoiement, un matériau de consolidation de maçonnerie par injection d'un coulis cimentaire dans des fissures). Les limites de la fragilité du clinker sont donc approchées sous certaines conditions industrielles, même si de telles finesses sont bien supérieures aux besoins de l'immense majorité des applications.

Par rapport aux discussions du 3.2.2 sur le rôle des défauts sur les effets d'échelle, il est intéressant de noter que cette notion de taille limite de la fragilité peut être invoquée sans faire allusion à la présence de défauts dans la microstructure. En suivant ce raisonnement, aux échelles les plus fines, l'effet d'échelle dans la résistance des particules ne serait plus piloté par la répartition statistique des défauts mais par la compétition entre mécanismes plastiques et fragiles. Cela fait une raison supplémentaire de considérer avec prudence les approches fondées sur l'application de la théorie de Weibull, en particulier en ce qui concerne les particules les plus fines.

Sans même s'approcher des tailles critiques évoquées par Kendall, il est concevable

que localement, en particulier au niveau des contacts, la matière puisse présenter des déformations irréversibles sans propagation de fissures. De fait, [Rhee 2001] montre que la déformation irréversible au niveau des contacts est un mécanisme compétitif vis-à-vis de la propagation de fissures pour la plupart des céramiques, et ce même pour des tailles de grains de plusieurs millimètres. Il est donc extrêmement probable que la plasticité joue un rôle lors du broyage par compression, ne serait-ce qu'au niveau des contacts inter-granulaires. Cependant, à notre connaissance, aucune étude expérimentale n'est encore venue conforter cette idée.

3.2.4 Observation d'un échantillon de poudre compactée par microscopie électronique

Quelques images de clinker compacté ont été réalisées au Lafarge Centre de Recherche, par microscopie électronique à balayage (MEB). Il ne s'agit pas d'une véritable étude d'imagerie, mais d'un travail préliminaire qui visait à donner une représentation visuelle de l'objet d'étude. Nous cherchions aussi à obtenir la confirmation de la présence de phénomènes plastiques au niveau des contacts, ainsi qu'à établir la faisabilité d'une étude par microtomographie des produits formés.

Les échantillons étudiés ont été formés à l'aide de la cellule de compression œdométrique du LCR (voir 5.2). La matière première est un clinker produit à l'usine Lafarge du Teil, concassé et tamisé <3.15 mm. Cette matière présentait donc avant broyage un étalement important de tailles de grains. La compression a été menée jusqu'à une pression de 300 MPa, soit les pressions maximales auxquelles nous avons travaillé par la suite. L'échantillon de matière compacté a été extrait intact à l'issue de l'essai, de façon à ne pas perturber l'organisation de la matière. Le compact présentait une porosité finale de l'ordre de 20 %.
Deux séances de prises de vues ont été réalisées sur le MEB. Pour la première, la plaquette a été émiettée à la main, et les prises de vues ont été réalisées sur les plans à l'origine en contact avec le cylindre pressant, et sur des surfaces internes révélées par la fragmentation du compact. L'objectif était de visualiser à la fois l'aspect extérieur des compacts, ainsi que la structure interne, sur un échantillon le moins perturbé possible. La deuxième a été réalisée sur coupe polie après imprégnation de l'échantillon par une résine, dans le but de se faire une idée plus précise de la structure interne, et en particulier de la structure de la porosité.

Les premières images témoignent d'une structure extrêmement dense et agglomérée (Figures 3.7, 3.8 et 3.9). Les grains apparaissent inbriqués les uns dans les autres, et aucune porosité n'apparait directement, même s'il est de toute façon difficile de la mettre en valeur sur ce genre de visualisation. Même si des grains peuvent parfois être distingués individuellement, il semble difficile de caractériser les contacts, qui ne présentent en tout cas pas un caractère quasi-ponctuel comme dans la plupart des modélisations idéalisées.

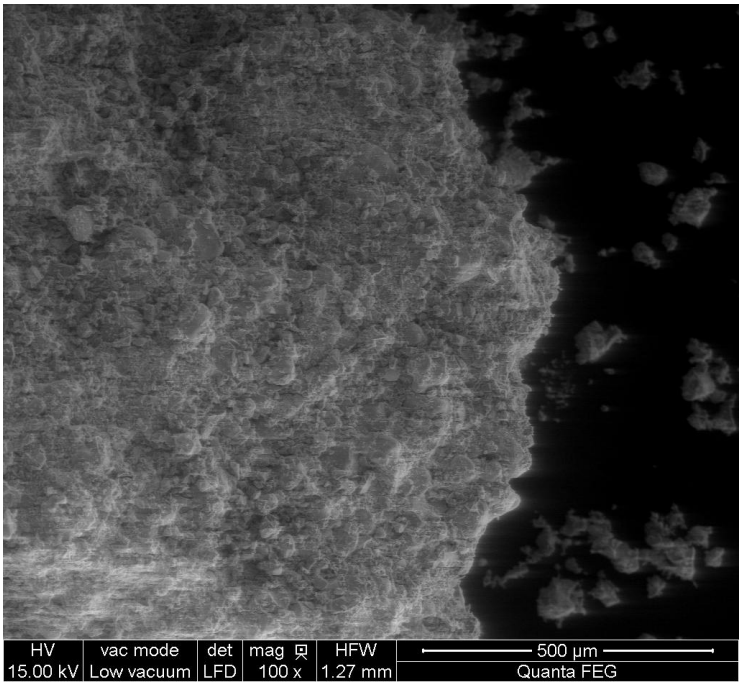

FIGURE 3.7 – Image MEB de compact, surface interne. Grossissement ×100.

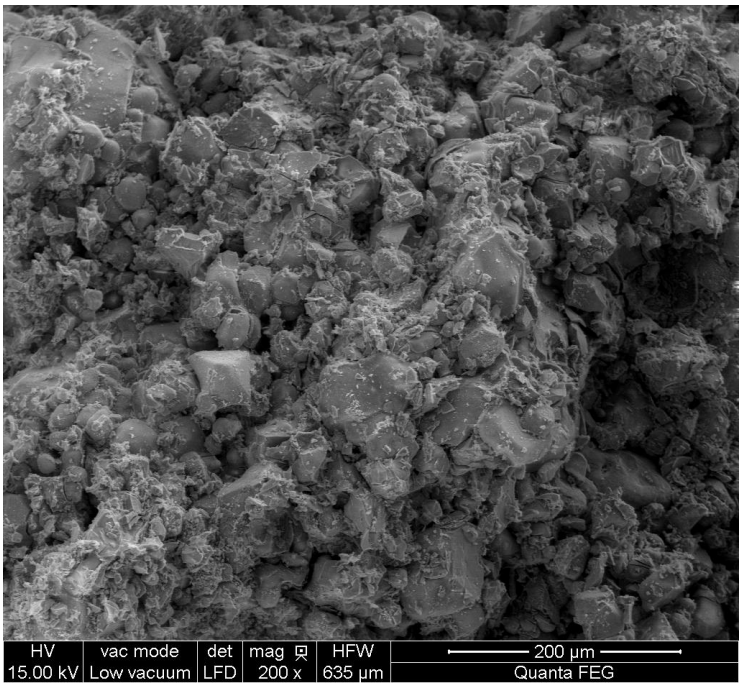

FIGURE 3.8 – Image MEB de compact, surface interne. Grossissement ×200.

Même s'il est difficile d'être catégorique en l'absence de travaux plus poussés, des signes de plasticité au niveau des contacts apparaissent. C'est particulièrement visible au niveau du contact entre le compact et le cylindre pressant, où certains grains ont adopté la forme lisse de la surface de métal (Figure 3.10), mais aussi au niveau des contacts entre particules, en particulier aux grossissements les plus importants (Figure 3.11). On voit assez nettement que la surface des grains s'est déformée pour former des surfaces de contact assez importantes.

Les images en coupe polie font plus clairement apparaitre la porosité du compact (Figure 3.12). La détermination des contacts est cependant encore plus difficile : un contact entre deux grains ne peut être visible que si il est traversé par le plan de coupe. On note aussi l'importance des très nombreuses fissures parcourant les grains les plus gros, sans qu'il soit possible d'identifier s'il s'agit de grains endommagés ou de grains complètement fracturés dont les fragments n'ont pu être dispersés du fait de l'extrême compacité du système.
La porosité que l'on peut estimer sur cette coupe est relativement cohérente avec celle directement mesurée par ailleurs, bien que légèrement surestimée (25% au lieu de 20%). Cela semble indiquer que si une perturbation de l'échantillon par l'imprégnation de résine n'est pas tout à fait à exclure, celle-ci peut être considérée comme raisonnable. Corréler l'estimation de la taille des particules sur ces images aux mesures de granulométrie effectuées par ailleurs s'est par contre révélé impossible, à la fois dû à l'extrême dispersion de taille dans le système (schématiquement de 1 mm à 1 μm), et à la difficulté d'identifier les grains individuels sur les images.

Des signes semblent enfin confirmer les liens entre mécanismes de fragmentation et microstructure évoqués en 3.2.1. En particulier, on aperçoit des grains ronds, isolés, qui sont vraisemblablement des grains de belite isolés et "contournés" par les fissures (Figures 3.12 et 3.13). A l'inverse, de nombreuses fissures, débouchantes ou non, traversent de grands cristaux, vraisemblablement des alites (Figure 3.14). Il est difficile de trouver des traces de la porosité originelle des blocs de clinker, mais les quelques défauts résiduels semblent être des points de départ privilégiés pour les fissures (Figure 3.15). De ce point de vue, des analyses complémentaires visant à identifier la nature chimique des différentes phases visualisées permettrait certainement d'apporter une réponse plus quantitative.

Enfin, nous avons abandonné toute ambition à utiliser la microtomographie X au vu de ces images. Une information 3D serait certainement extrêmement intéressante sur ce type d'échantillons, mais la résolution nécessaire semble bien supérieure au 5 μm que propose l'appareil de l'Ecole des Ponts-ParisTech que nous envisagions d'utiliser. L'utilisation de la microtomographie à une résolution supérieure n'est cependant pas à exclure à priori pour des travaux ultérieurs. Dans ce cas, l'extrême hétérogénéité du matériau resterait un défi important.

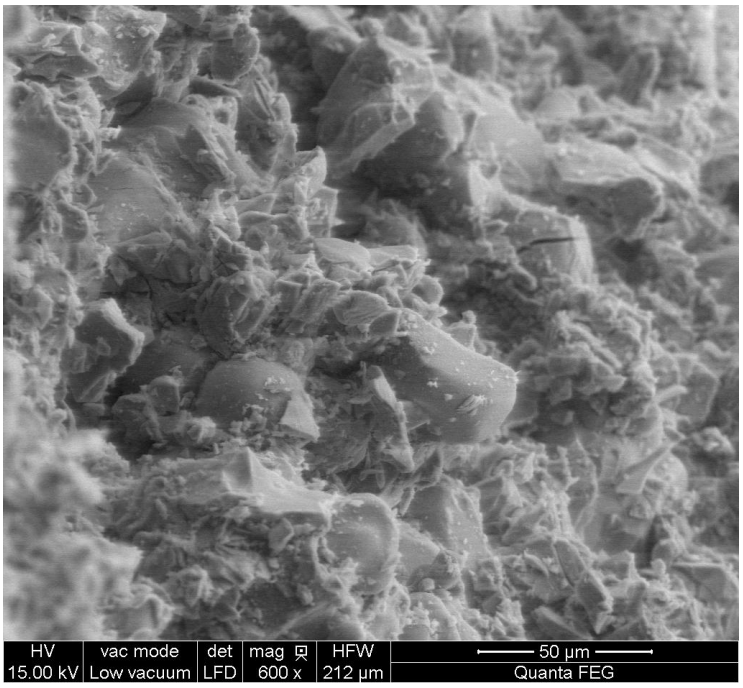

FIGURE 3.9 – Image MEB de compact, surface interne. Grossissement ×600.

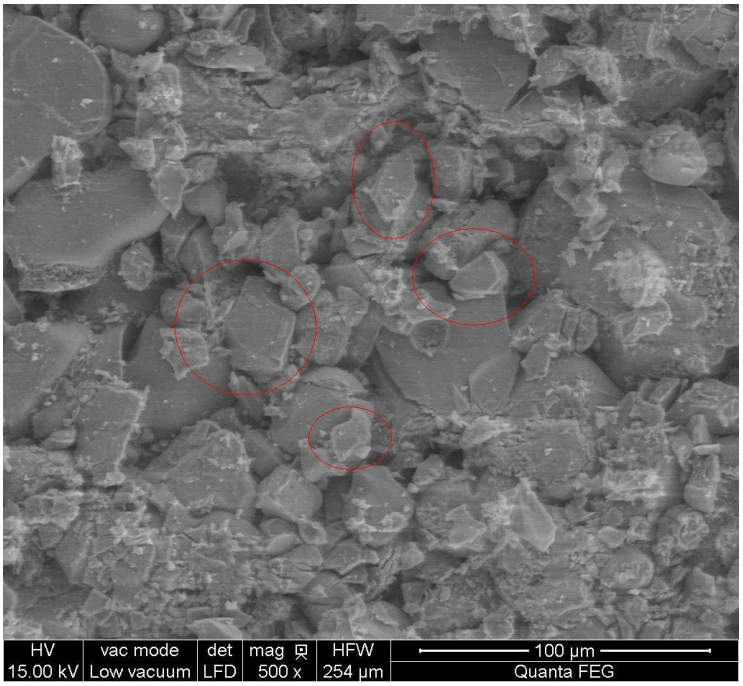

FIGURE 3.10 – Image MEB de compact, surface cylindre pressant/compact. Grossissement ×600. Noter les grains déformés plastiquement par la surface du cylindre pressant.

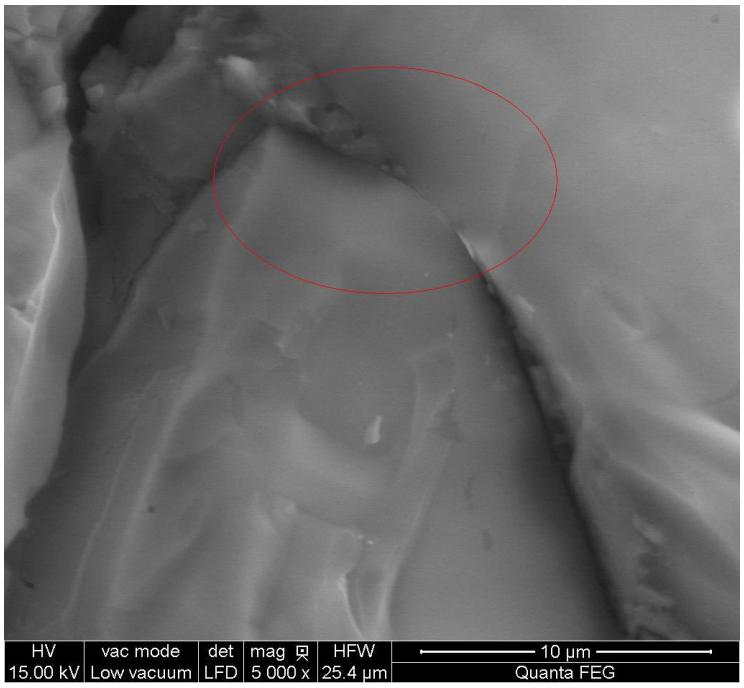

FIGURE 3.11 – Image MEB de compact, surface interne. Grossissement ×5000 Noter l'"importante surface crée au niveau du contact.

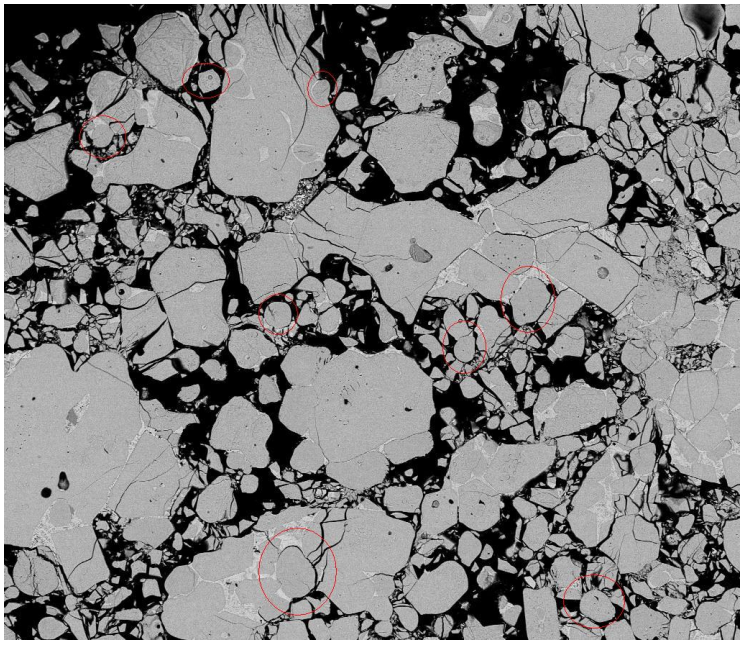

FIGURE 3.12 – Image MEB de coupe polie. Les cristaux plus ou moins circulaires et isolés sont probablement des belites contournées par le réseau de fissures.

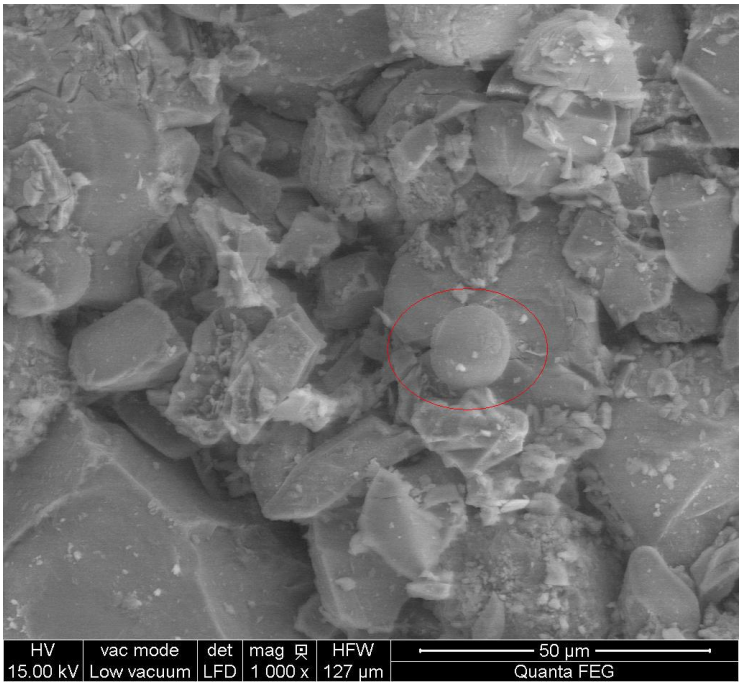

FIGURE 3.13 – Image MEB de compact, surface cylindre pressant/compact. Grossissement ×1000. Le grain sphérique isolé est probablement une belite contournée par le réseau de fissures.

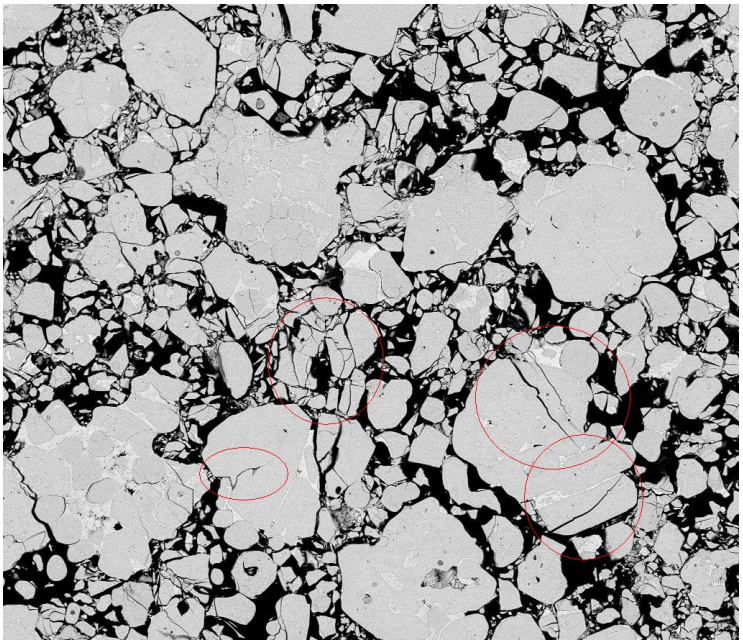

FIGURE 3.14 – Image MEB de coupe polie. Noter la fissuration importante des grands cristaux, probablement d'alite.

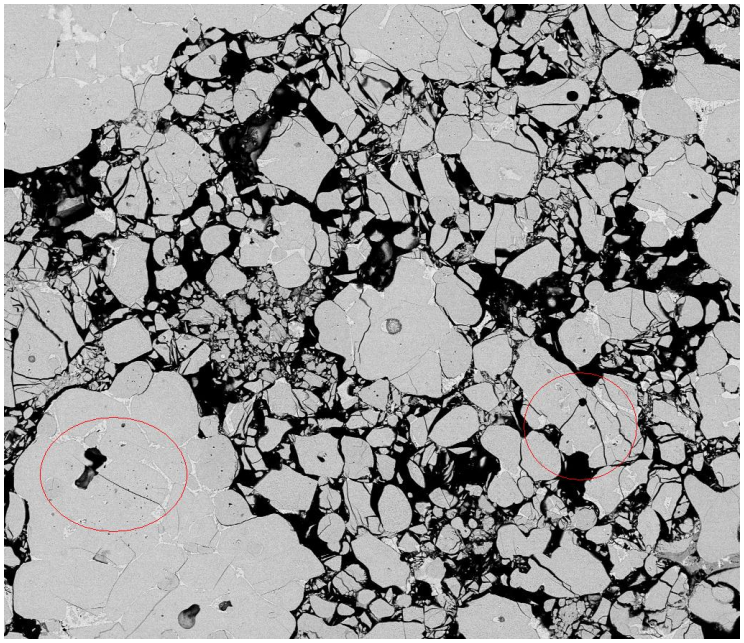

FIGURE 3.15 – Image MEB de coupe polie. Noter les fissures partant des bulles de porosité noyées dans la microstructure du clinker.

3.3 Travaux réalisé à partir la compaction œdométrique

On l'a vu, la compression œdométrique se révèle être un cas-modèle de la compaction de poudre ou du broyage par compression. Son principal avantage réside dans la facilité à concevoir une approche expérimentale basée sur ce principe. C'est aussi le test de référence dans des domaines comme le broyage ou le concassage de matières minérales, la compaction de poudres, le comportement des sols. Les trois prochains chapitres présentent des approches visant à modéliser le comportement de la matière durant cet essai.

Le Chapitre 4 présente une étude par la simulation numérique discrète de la compaction œdométrique d'un matériau granulaire modèle. Il s'agit, dans une géométrie de chargement simple, d'étudier les effets collectifs qui accompagnent la rupture de particules. La nature très idéalisée du matériau empêche toute prédiction réellement quantitative, mais des enseignements apparaissent tout de même sur deux niveaux. Une première partie porte sur l'influence de différents paramètres sur le comportement macroscopique de la matière : taux de rupture des particules et évolution de la contrainte. Une deuxième partie porte sur la perturbation de l'empilement générée par la rupture d'un grain, particulièrement du point de vue énergétique, afin de mieux comprendre pourquoi aussi bien le broyage par compression que des techniques plus classiques entrainent des dissipations aussi importantes.
Le Chapitre 5 présente les travaux expérimentaux réalisés sur une cellule de compression œdométrique, visant à caractériser l'évolution de la taille des produits formés. Nous

présentons un modèle, dit de bilans de masse, permettant de rendre compte de l'évolution de la taille des particules. En l'absence d'une réelle maitrise des phénomènes micromécaniques à l'œuvre au cours de la fragmentation, celui-ci reste assez empirique. Il permet cependant, une fois calibré sur un nombre suffisant d'essai, une bonne prédiction de l'évolution de la granulométrie du produit en fonction de la densité, et ce pour toute distribution de taille de départ.
Le Chapitre 6, enfin, présente une approche basée sur les techniques d'homogénéisation des matériaux aléatoires, visant à fournir une base micromécanique au comportement macroscopique du clinker broyé. Ce modèle ne peut pas explicitement incorporer la taille des particules et son évolution, mais permet de relier contraintes et déformations du matériau macroscopique à partir d'une représentation cohérente de son comportement microscopique. Son adéquation aux résultats expérimentaux est vérifiée, dans le cadre limité des outils dont nous disposons.

Enfin il convient de rappeler que la compréhension du comportement de la matière en compression œdométrique n'est pas une fin en soi. L'objectif est bien de permettre une meilleure compréhension des phénomènes à l'échelle de l'application pratique, ici le procédé industriel du broyage par compression. En particulier, les essais de compression œdométrique ne sont pas sensibles aux phénomènes de transport d'air à travers la porosité, dont on pressent l'importance vis-à-vis des problèmes de stabilités des systèmes industriels. Il est donc capital d'intégrer la connaissance du comportement du matériau dans le cas de la compression œdométrique à une échelle plus large, intégrant le couplage avec l'air présent dans la poudre. C'est l'objectif des études présentées au Chapitre 7 : on y démontre la faisabilité, moyennant la connaissance du comportement du matériau, de la simulation numérique de l'effet de l'air sur un système de broyeur à rouleaux. Un modèle 1D simple est proposé, suivi d'une modélisation plus complète par les éléments finis, pouvant être aisément transposée à des géométries plus complexes.

CHAPITRE 4

Compression œdométrique : Simulation numérique DEM

Ce chapitre décrit les travaux menés sur le plan de la simulation numérique par la méthode des éléments discrets (DEM, Discrete Element Method en anglais) de la compression œdométrique d'un matériau granulaire aux grains fragiles.
Nous faisons d'abord un point sur les objectifs de cette étude et sur l'état de l'art en matière de simulations intégrant la rupture des particules. Nous présentons ensuite en détail le modèle numérique développé, notamment la gestion de la rupture des particules. Nous donnons aussi un aperçu du comportement du modèle dans le cas général, en particulier de la dynamique de rupture "en cascade" des particules.
L'étude proprement dite se divise en deux parties : la première vise à évaluer l'impact de différents paramètres sur le comportement global : choix du critère de rupture, densité initiale de l'assemblée de grains, déformation des grains au moment de la rupture (qui agrège les effets de la raideur et de la résistance des particules), et dispersion des propriétés. Des pistes sont proposées afin d'expliquer physiquement l'influence de ces paramètres.
La seconde partie vise à détailler le comportement dynamique du système après un évènement de rupture, en termes de perturbations (déplacement des grains, modification de la contrainte) mais surtout en termes énergétiques avec l'étude de l'évolution de l'énergie élastique, de l'énergie cinétique et de la dissipation immédiatement après la rupture. Cette analyse nous permet de définir une notion d'efficacité énergétique du broyage, qui décrit le rapport entre l'énergie effectivement utilisée pour briser la particule et les dissipations engendrées par les phénomènes de réorganisation granulaire. Nous identifions enfin deux mécanismes physiques différents à même d'expliquer des différences d'efficacité énergétique en fonction des paramètres d'étude.

Sommaire

4.1 Modélisation DEM du broyage 60
4.1.1 Simulation DEM et fragmentation 60
4.1.2 Limites et objectifs de l'étude DEM 62
4.2 Présentation du modèle et comportement général 65
4.2.1 Matériau modèle et procédures de simulation 65
4.2.2 Contraintes, déformation et rupture 71
4.2.3 Notion de cascade de ruptures 80
4.3 Effets comparés des paramètres sur la dynamique de fragmentation . . 83
4.3.1 Effet du choix du critère de rupture 84

4.3.2 Effet de la densité initiale 85
4.3.3 Effet de la déformation caractéristique à la rupture 90
4.3.4 Effet de la dispersion des propriétés des particules 93
4.3.5 Bilan de l'étude paramétrique 98
4.4 Dynamique des grains après une rupture, effets énergétiques 98
4.4.1 Procédure pour la rupture d'un grain unique et suivi des échanges énergétiques 98
4.4.2 Perturbation de l'assemblée de grain par un évènement de rupture unique 100
4.4.3 Echanges énergétiques après un évènement de rupture unique . . . 102
4.4.4 Bilan de l'étude dynamique et énergétique 112
4.5 Conclusion de l'étude DEM 113

4.1 Modélisation DEM du broyage

4.1.1 Simulation DEM et fragmentation

Utilisées depuis le début des années 80 ([Cundall 1979]), la technique de simulation DEM est une méthode de simulation numérique spécifiquement adaptée aux matériaux granulaires. Le principe général est d'y représenter chaque grain comme un objet numérique, doté d'un nombre fini de degrés de liberté (position, rotation), en interaction avec ses voisins. Il s'agit en fait de l'adaptation des modèles de dynamique moléculaire aux conditions spécifiques régnant dans les matériaux granulaires, ou les grains interagissent essentiellement via des lois de contact. Ces simulations peuvent aussi bien s'effectuer en 2D qu'en 3D, selon un arbitrage à réaliser entre réalisme et complexité du calcul numérique. [Radjai 2011] et [O'Sullivan 2011] présentent un aperçu récent de l'application de ces méthodes.
La prise en compte des contacts dans ce type de simulation peut se faire de plusieurs manières, et les simulations que nous développons se rattachent à l'approche la plus courante : il y a contact lorsque les grains numériques s'interpénètrent. L'ampleur de cette interpénétration est interprétée comme une déformation, et une loi de contact définit ensuite en fonction de celle-ci les efforts exercés par les particules l'une sur l'autre via ce contact. Le principe fondamental de la dynamique est ensuite appliqué aux particules de pas de temps en pas de temps.
Ce principe de base permet, moyennant certaines adaptations, la prise en compte d'une grande diversité de phénomènes physiques : élasticité, plasticité, frottement, viscosité, cohésion... Il est tout particulièrement adapté à la simulation d'assemblées de sphères (ou de disques en 2D), l'interpénétration se détectant par un simple calcul de distance entre les centres de particules, et la déflexion du contact étant alors définie sans ambigüité par la valeur unique de la déflexion du contact. Ce type d'approche peut toutefois s'étendre à des particules non-sphériques, moyennant cependant un important alourdissement des calculs.

Ce type de simulation permet d'avoir aussi bien accès au comportement d'ensemble du système, aux phénomènes collectifs impliquant plusieurs grains, qu'au détail du chargement sur chacune des particules élémentaires, et sont désormais d'un usage répandu dans un grand nombre de situations [Radjai 2011, O'Sullivan 2011, Nakagawa 2009, Goddard 2010]. En particulier, elles rendent bien compte de la manière extrêmement hétérogène et complexe dont les contraintes et les déformations se distribuent à l'échelle granulaire. Les forces de contacts sont largement distribuées [Blair 2001], les forces importantes tendant à se concentrer sur certains axes du réseau de contacts (les "chaines de force" [Radjai 1998]), tandis que certains grains ne supportent que peu, voire pas du tout de contraintes. Les déformations s'effectuent via des réarrangements impliquant des phénomènes collectifs sur de grandes échelles [Kuhn 2006] [Radjai 2002],[Roux 2002]. Les propriétés macroscopiques se révèlent aussi très dépendantes de la géométrie de la structure (densité, coordinence),[Thornton 2000],[Agnolin 2007a],[Agnolin 2007c], de la forme des particules [Azéma 2009] , des lois de contact...

A ce jour, deux stratégies existent pour introduire la fragmentation des particules en DEM. La première, la plus couramment utilisée, est la méthode dite GFM (pour Grain Fracture Model, en anglais). Les particules initiales y sont représentées comme des agrégats de plusieurs grains plus petits. Les liens reliant les plus petites particules sont susceptibles de se rompre si la contrainte reliant les deux particules dépasse un seuil, typiquement en tension. La technique a été utilisée pour la première fois par Potapov ([Potapov 2000],[Potapov 2001]), en 2D, pour l'étude dynamique de la rupture, d'abord sur des particules isolées, puis sur des lits de particules soumis à la chute d'un boulet. Elle est depuis régulièrement réutilisée dans l'étude de différentes situations d'intérêt pratique. En ce qui concerne le broyage par compression, on pourra noter des travaux sur le concassage de granulats en cellules ([Khanal 2007],[Liu 2005]), ou, encore la modélisation de différents types de concasseurs ([Quist 2010]).
Dans cette étude, nous utilisons une autre méthode, parfois dénommée DFM (pour Discrete Fragmentation Model en anglais). Elle consiste à simuler des grains "entiers", et à simuler leur rupture (lorsque le chargement dépasse un certain seuil) par leur remplacement par un ensemble de fragments plus petits, le plus souvent de même forme. Cette méthode a été développée en parallèle par Tsoungui ([Tsoungui 1998],[Tsoungui 1999a],[Tsoungui 1999b]), et Åström ([Åström 1998]), en 2D. Ces études s'intéressaient principalement à l'évolution de la distribution de taille de particules avec la compaction. Une autre application, toujours en 2D, par [Ben-Nun 2010], prolonge l'étude de l'évolution de la granulométrie avec un nombre de générations de ruptures plus important, et décrit l'évolution du réseau de contacts dans la structure.[Couroyer 2000] utilise la même technique en 3D, mais sans génération de fragments. Enfin, [Marketos 2009] s'intéresse, en 3D, à la dynamique et à la localisation des évènements de rupture en 3D. Cette technique a aussi été récemment utilisée pour la modélisation à grandes échelles de procédés industriels impliquant des flux de particules pouvant se fragmenter, comme le broyeur à boulets ([Cleary 2001],[Cleary 2011],[Brüchmuller 2011]).

La discussion entre GFM et DFM se fait à la fois sur des arguments de convenance et de réalisme de la simulation. La technique GFM alourdit à priori inutilement les calculs en représentant, dès le début des simulations, tous les fragments potentiels sous formes de sous-éléments des agrégats. La technique DFM permet, elle, de ne simuler que le nombre de grains adéquats. En DFM, une plus grande souplesse est aussi permise quant au choix du critère de rupture, et le grain est "neutre", sans orientations privilégiées pour la rupture. En revanche, la nature des fragments générées et le critère de rupture en DFM sont arbitraires, alors que la technique GFM permet théoriquement, si les sous-grains sont suffisament petits, l'analyse de la taille et de la forme des fragments formés. Enfin, une méthode GFM peut être mise en place facilement à partir de codes DEM du commerce, tandis que la DFM nécessite le développement d'un code spécifique.

4.1.2 Limites et objectifs de l'étude DEM

Les simulations DEM, comme toutes simulations numériques, sont soumises à un certain nombre de limitations en termes de tailles des échantillons représentés, liées à la nécessité de garder des temps de calculs raisonnables.
La première, déjà évoquée, porte sur la sphéricité des particules. En pratique, l'immense majorité des simulations DEM réalisées le sont sur des sphères, ou des assemblages de sphères (ou des disques en 2D). Comme évoqué en 4.1.1, il ne s'agit là ni d'un défaut d'imagination du modélisateur, ni d'un manque de conscience de l'impact potentiel des aspects de formes de particules sur les simulations. La détection de contacts et le codage des lois de contacts sont beaucoup plus difficiles dès que les particules ne sont plus sphériques, ce qui alourdit considérablement temps de calcul et développement des codes.
Une autre contrainte porte sur le nombre de particules dans le système qui pèse directement sur la durée des simulations. Un point essentiel à considérer est que le pas de temps du calcul doit être adapté à la cinétique des contacts entre particules. Le pas de temps est calculé de façon à ce que la mise en contact de deux grains s'effectue sur quelques dizaines de pas de temps, par exemple, afin d'éviter toute erreur d'arrondi sur des lois de contacts le plus souvent non-linéaires. Le problème est que cette cinétique de contacts peut être très différente de la cinétique globale du système, en particulier dans le cas de matériaux minéraux, très raides. Les simulations nécessitent donc un nombre très important de pas de temps pour simuler des durées significatives (dans notre cas, jusqu'à plusieurs dizaines de millions), sans possibilité de les allonger sans sacrifier la physique dans la représentation des contacts.
De ce point de vue, une solution fréquemment utilisée consiste à assouplir artificiellement les contacts. En diminuant la raideur des particules de plusieurs ordres de grandeurs, on augmente le temps caractéristique élastique des contacts de plusieurs ordres de grandeurs lui aussi, ce qui permet d'utiliser des pas de temps beaucoup plus long et d'accélérer les calculs. Les déformations au niveau des contacts sont alors évidemment complètement fausses, mais on peut se concentrer sur la conservation de certaines valeurs numériques jugées pertinentes comme le taux de restitution lors d'un choc. Cette méthode est adaptée

à la simulation de systèmes où le rôle pressenti des déformations aux contacts est faible, comme un écoulement peu dense de particules s'entrechoquant. Ce n'est évidemment pas le cas dans la situation qui nous intéresse.
La possibilité de recourir, ou non, à ce type de technique d'accélération des codes explique les différences spectaculaires de nombres limites de particules entre différents travaux de simulation DEM. Si les équipes recourant aux techniques accélérées peuvent revendiquer des nombres de particules désormais de l'ordre du million, voire de la dizaine de millions (**??**), les prétentions dans notre cas sont nécessairement plus modestes : nous nous arrêterons ici à un maximum de quelques dizaines de milliers de particules.

De cette limitation sur le nombre de particules nait une limitation sur la polydispersité des échantillons, surtout en 3D. Pour des raisons numériques évidentes, déjà. A une grosse particule correspond un grand nombre de petites pour former un volume équivalent. Il en résulte que pour une distribution de taille donnée, la nécessité d'avoir un nombre statistiquement significatif de grandes particules ne peut se faire qu'au prix d'une multiplication importante du nombre de petites. Une autre difficulté nait du fait que petites et grosses particules n'ont pas la même inertie. La cinétique du code doit donc être adaptée aux plus petites particules de l'ensemble (qui peuvent être accélérées plus facilement), ralentissant encore les calculs. En pratique, en 3D, un rapport de 1 à 10 entre les plus petites et les plus grandes particules constitue une limite rarement dépassée.

L'introduction de la fragmentation dans le code rend ces contraintes particulièrement pesantes. Une première raison est que la fragmentation des particules entraine leur multiplication et donc l'allongement du temps de calcul. Avec la technique GFM, ces fragments potentiels sont même simulés tout au long de la simulation et pèsent sur la durée des calculs dès les premiers instants. L'échantillon doit donc dans tous les cas être dimensionné en fonction du nombre final de particules attendues. La fragmentation a aussi naturellement tendance à augmenter la polydispersité des échantillons.

Un problème plus subtil vient de la "perte de volume" liée à la génération de fragments. Celle-ci est directement liée au fait que nous simulions des particules sphériques : il est impossible d'empiler d'une manière dense des sphères, il n'est donc pas possible d'à la fois confiner les fragments au volume initialement occupé par la particule, et de générer un volume total de fragments correspondant au volume de la particule parent. Le problème se pose directement en DFM, ou l'on remplace la particule par un ensemble de fragments dont le volume ne correspond pas au volume initial. Mais il existe aussi en GFM de manière cachée, puisque les agrégats de particules collées ont une porosité de départ qui le plus souvent n'a aucun sens physique.
Certaines études de DFM tentent d'apporter des "corrections" : répartition des fragments dans l'espace libre environnant dans [Åström 1998], "gonflement" des fragments jusqu'à ce qu'ils occupent le bon volume chez [Ben-Nun 2010], forte interpénétration initiale sans force de réaction entre les fragments pour [Brüchmuller 2011]. Dans tous les cas ces corrections se révèlent particulièrement problématiques à mettre en œuvre en 3D (les assemblées de disques sont plus denses que ceux de sphères, les "volumes" perdus

sont donc moindres), et dans les milieux denses. De plus, il s'agit d'artefacts purement numériques qui posent à leur tour la question de leur réalisme physique.
La seule solution pour éliminer complètement la perte de volume est de renoncer à simuler des sphères ou des disques. Mais le coût à payer en termes de calculs est assez élevé : la détection du contact et la gestion de son élasticité ne se font plus de manière triviale en mesurant une distance et en appliquant la loi de Hertz. C'est le choix fait dans [Seyedi Hosseininia 2006],[Seyedi Hosseininia 2007], au prix d'une restriction à la 2D et d'un nombre de particules limité.

L'essentiel des études DEM sur la fragmentation des grains ont été effectuées jusqu'à maintenant sur des matériaux 2D, avec les contraintes de réalisme que cela suppose. Toutefois, toutes les limitations exposées plus haut se trouvent renforcées par un passage de la 2D à la 3D. Cela explique la simplicité du modèle utilisé dans cette étude :

- Un échantillon de 4000 particules de départ seulement.
- Une seule génération de fragments (les fragments sont incassables), selon un schéma simple : 13 fragments identiques de taille 1/3.
- Des particules parents et des fragments sphériques, ce qui entraine une importante perte de volume (environ 52 % à chaque rupture) que nous ne cherchons pas à "corriger".

Même avec de telles limitations, une simulation complète prend de quelques jours à plusieurs semaines sur un processeur moderne. Certaines contraintes ont été ponctuellement repoussées essentiellement dans le but d'évaluer les faiblesses du modèle standard (32000 grains plutôt que 4000 en 4.2.3, 2 générations de rupture en 4.2.2.3), mais ces adaptations n'ont pu être étendues au cœur de l'étude du fait de la lourdeur des calculs. Le modèle et son comportement dans le cas général est présenté plus en détail dans la partie 4.2.
Dans de telles conditions, il parait illusoire d'espérer représenter quantitativement le comportement d'un matériau, même modèle (billes de verre). L'évolution de la taille des particules, et des déformations de l'échantillon posent particulièrement problème, du fait respectivement de la limitation à une génération de fracture et de la perte de volume due aux particules sphériques. L'étude doit être vue comme une étude numérique d'un matériau modèle, très éloigné du cas réel du clinker, mais qui nous l'espérons peut nous apporter des enseignements sur le cas général d'un matériau granulaires de grains fragiles. Les parties 4.3 et 4.4 représentent chacune un aspect de cette recherche de conclusion générales.

Le premier aspect, développé en 4.3, consiste en une étude de sensibilité du comportement à certains paramètres, que nous espérons pouvoir extrapoler au comportement général, au moins en ce qui concerne l'importance relative des facteurs. Les paramètres retenus sont :

- le choix du critère de rupture
- la densité initiale de l'assemblée
- la déformation des contacts au moment de la rupture
- la distribution statistique des propriétés fragiles des grains

Une question transversale à cette partie est la question de l'importance relative du niveau du grain et du niveau de l'assemblée de grains. Quels rôles respectifs la manière dont les particules s'agencent, et les propriétés individuelles de celles-ci ?

Le second aspect est une étude de la dynamique de réarrangement qui fait suite à une rupture. Si le résultat qualitatif est connu (la rupture du grain entraine un mouvement relatif de ses voisins et la redistribution des contraintes), le phénomène et son ampleur n'ont jamais vraiment fait l'objet d'une analyse précise. Cet aspect est notamment important du point de vue énergétique : ces réarrangements participent à la dissipation de l'énergie dans le système et jouent donc un rôle dans l'efficacité (ou l'inefficacité...) énergétique du broyage. En particulier, le caractère idéalisé de nos simulations permet d'isoler un niveau spécifique de la dissipation et une notion d'efficacité énergétique, purement pilotée par les effets granulaires (et non par des phénomènes à l'échelle du grain ou du procédé). L'influence de deux paramètres particulièrement pertinents (densité de l'assemblée et déformation à la rupture) est aussi discutée ce point de vue énergétique.

4.2 Présentation du modèle et comportement général

4.2.1 Matériau modèle et procédures de simulation

4.2.1.1 Matériau modèle et forces de contact

Nous nous intéressons à un matériau modèle standard, dont le comportement est bien connu en l'absence de rupture des grains. Nous considérons un ensemble de grains identiques, sphériques, de diamètre d, interagissant via une loi élastique de Hertz-Mindlin et une loi de frottement de Coulomb. Ce type de modèle est très courant dans la littérature de la simulation numérique discrète ([Thornton 2000],[Silbert 2002],[Suiker 2004],[Agnolin 2007a],[Cui 2007]).
Parmi les enseignements de ces études, on notera qu'aucune différence significative (en terme de propriétés géométriques et mécaniques) n'a été relevée entre des assemblées de particules monodisperses ou faiblement polydisperses, ce qui justifie l'utilisation faite ici de particules identiques.
Nous renvoyons à [Agnolin 2007a] pour une description détaillée des procédures d'assemblages des échantillons denses ainsi que des principes micromécaniques du modèle. Nous ne faisons que les rappeler brièvement ici, à l'exception de ceux spécifiquement liés à la fragmentation des particules. Nous attribuons aux billes des propriétés élastiques de l'ordre de celles attendues pour du verre : module de Young $E = 70$ GPa, coefficient de Poisson $\nu = 0.3$. Nous notons $\tilde{E} = E/(1-\nu^2)$ le module intervenant dans la loi de Hertz, reliant la force de contact élastique normale F_N (ou la raideur normale du contact K_N) à la déflexion normale élastique h et le diamètre des grains d à travers la relation :

$$F_N = \frac{\tilde{E}\sqrt{d}}{3}h^{3/2} \quad \text{ou} \quad K_N = \frac{dF_N}{dh} = \frac{\tilde{E}\sqrt{d}}{2}h^{1/2} = \frac{(3d)^{1/3}}{2}\tilde{E}^{2/3}F_N^{1/3}. \tag{4.1}$$

La relation incrémentale qui relie la force élastique tangentielle $\mathbf{F}_T$ au déplacement relatif tangentiel $\mathbf{u}_T$, introduit une raideur tangentielle K_T qui dépend de h (ou F_N) :

$$d\mathbf{F}_T = K_T d\mathbf{u}_T, \quad \text{avec} \quad K_T = \frac{2-2\nu}{2-\nu} K_N \tag{4.2}$$

La condition de Coulomb impose que la force tangentielle $\mathbf{F}_T$ définie par 4.2 soit projetée sur un cercle de rayon μF_N dans le plan tangent si elle devait dépasser cette limite. Le coefficient μ est fixé à 0,3 pour l'ensemble des simulations. De plus, $\mathbf{F}_T$ doit être réduite proportionnellement à la raideur tangentielle K_T lorsque F_N décroit, pour éviter des augmentations de l'énergie élastique incohérente du point de vue physique. Enfin, la force tangentielle doit suivre le mouvement de la matière, satisfaire la condition d'objectivité énoncée par [Kuhn 2006], et donc suivre une rotation adéquate fonction de la rotation moyenne des particules (voir [Agnolin 2007a] pour une description détaillée). Une composante visqueuse est aussi ajoutée à l'effort normal afin de favoriser l'instauration de l'équilibre. Ce point ne sera plus discuté par la suite, l'influence de cet amortissement ayant été démontré négligeable dans des conditions quasistatiques ([Radjai 2011]).
Le broyage par compression suppose des contraintes appliquées suffisamment élevées pour rendre les déflexions élastiques au niveau des contacts suffisantes pour affecter d'une manière significative la structure et le réseau de contact. Le paramètre de rigidité κ est un paramètre adimensionnel utile permettant de quantifier cet effet ([Agnolin 2007a],[Radjai 2011]). Pour une contrainte principale σ_1, il est défini de la manière suivante :

$$\kappa = \left[\frac{\tilde{E}}{\sigma_1}\right]^{2/3}. \tag{4.3}$$

Les déflexions h, établies par l'équation 4.1, sont typiquement de l'ordre de $\kappa^{-1}d$ ([Agnolin 2007a],[Radjai 2011]). Lors d'une compression isotrope ou œdométrique [Agnolin 2007b], La microstructure de l'assemblée de grains en statique se différencie notablement de la limite rigide ($\kappa \to \infty$) pour $\kappa \sim 10^3$, avec une augmentation sensible du nombre de contacts et une diminution de la dispersion de la distribution des efforts. En effet, le réseau de contacts devient plus connecté ce qui augmente l'hyperstaticité du système et atténue progressivement les effets du désordre granulaire. Les contraintes pour cette étude ont été choisies afin de se placer dans l'ordre de grandeur de ce qui est rencontré lors du broyage par compression de matières minérales : de l'ordre de 100 MPa, ce qui correspond à $\kappa \simeq 84$ pour les propriétés élastiques adoptées. L'effet de l'élasticité des contacts devrait être important pour de telles valeurs de κ.

4.2.1.2 Mécanismes de fragmentation

Le critère de rupture peut être établi directement à partir des forces de contact, ou sur le tenseur des contraintes moyennes, exprimé sur le grain i, de volume V_i et de rayon R_i de la

manière suivante :

$$\sigma_{\alpha\beta}^{(i)} = \frac{R_i}{V_i} \sum_j n_{ij}^{(\alpha)} F_{ij}^{(\beta)} \tag{4.4}$$

Dans 4.4, la somme se fait sur les indices j des grains en contact avec le grain i, et $\mathbf{n}_{ij}$ correspond à la définition usuelle du vecteur unité pointant du centre de i vers le centre de j. Il coïncide avec le vecteur normal unité dans le cas de particules sphériques. Dans cette étude, nous adoptons les deux critères de rupture suivants :

- Le critère FM (force maximale) : la rupture a lieu lorsque la force de contact maximale au niveau d'un grain atteint un seuil.
- Le critère VM (Von Mises) : la rupture a lieu lorsque la mesure de Von Mises $\mathcal{M}^{(i)}$ de la composante déviatorique du tenseur des contraintes moyennes $\underline{\underline{\mathbf{s}}}^{(i)}$ atteint un seuil. L'expression de $\mathcal{M}^{(i)}$ et $\underline{\underline{\mathbf{s}}}^{(i)}$ est la suivante :

$$\underline{\underline{\mathbf{s}}}^{(i)} = \underline{\underline{\sigma}}^{(i)} - \frac{1}{3}\left[\mathrm{tr}\underline{\underline{\sigma}}^{(i)}\right]\underline{\underline{\mathbf{1}}}\,,\ \mathcal{M}^{(i)} = \sqrt{\frac{3}{2} s_{\alpha\beta} s_{\beta\alpha}} \tag{4.5}$$

Ces deux critères de rupture rendent compte de deux mécanismes de rupture distincts. Le critère de force maximale correspond à l'initiation de la rupture au voisinage du contact, là où les contraintes sont les plus importantes. Le critère "Von Mises" (VM) est un critère de rupture global, qui suppose que la rupture est initiée au cœur du grain, là ou les contraintes sont de l'ordre de la contrainte moyenne appliquée au grain. Cette distinction tient compte des débats sur le lieu de l'initiation de la rupture lors du broyage par compression évoqués en 3.2.2. L'effet du choix du critère de rupture sera spécifiquement discuté en 4.3.1. Que ce soit pour la force de contact maximale $\mathcal{F}^{(i)}$ ou pour $\mathcal{M}^{(i)}$ (4.5), le grain i se voit attribué une résistance aléatoire $S^{(i)}$, la rupture se déclenchant pour $\mathcal{F}^{(i)} > S^{(i)}$ ou $\mathcal{M}^{(i)} > S^{(i)}$, selon le critère de rupture actif pour la simulation considérée. Les résistances sont distribuées selon une loi de Weibull, un choix courant dans le domaine de la mécanique de la rupture, lui aussi évoqué en 3.2.2. Dans le cas qui nous intéresse, l'expression de cette probabilité est la suivante :

$$P(S < x) = \quad 1 - \exp\left[-\left(\frac{x}{\sigma_0}\right)^m\right] \quad \text{pour VM,} \tag{4.6}$$

$$P(S < x) = \quad 1 - \exp\left[-\left(\frac{x}{F_0}\right)^m\right] \quad \text{pour FM.} \tag{4.7}$$

Le facteur m détermine l'étalement de la distribution statistique. σ_0 ou F_0 sont des grandeurs caractéristiques, correspondant à $P(S > \sigma_0)$ ou $P(S > F_0) = 0.37$. La densité de probabilité cumulée P donnée par (4.6) est présentée au chapitre 3.2.2 (Figure 3.6), pour les valeurs de m utilisée dans cette étude (1.5, 3, 6 et 16). La distribution est très étroite pour $m = 16$. Elle s'élargit peu à peu avec m, mais des valeurs extrêmes telles que par exemple $\sigma_0/4$ ou $2\sigma_0$ ne sont atteintes avec des probabilités significatives que pour la plus petite des valeurs de m testées, $m = 1.5$. L'effet de ce paramètre sera spécifiquement

discuté en 4.3.4.

Une fois brisé, le grain est remplacé dans la simulation par un ensemble de 13 billes, toutes de rayon 3 fois plus petit que celui de la particule initiale. Les 13 fragments sont initialement disposés selon le schéma représenté sur la Figure 4.1 : la structure est dense (cubique face centrée), les 12 grains périphériques tous en contacts avec un grain central. L'orientation initiale de ce groupe est aléatoire (isotrope), et les fragments sont créés avec une vitesse initiale nulle. Ce schéma engendre bien sûr une perte de volume comme discutée dans la partie 4.1.1 : 14/27 du volume est perdu, soit à peu près 52 %. Ce modèle a surtout été utilisé avec une seule génération de rupture : les grains initiaux peuvent casser, mais pas les fragments, à la fois pour éviter d'alourdir les simulations et éviter l'effet cumulé des pertes de masse. Quelques calculs ont été menés avec deux générations de rupture, dans le but de tester cette limitation : ces résultats sont présentés dans la partie 4.2.2.3. D'une manière générale, ces deux limitations (perte de volume à la fragmentation, limitation du nombre de générations de fracture) sont de taille mais malheureusement difficilement évitables en simulation DEM de grains fragiles (4.1.2).

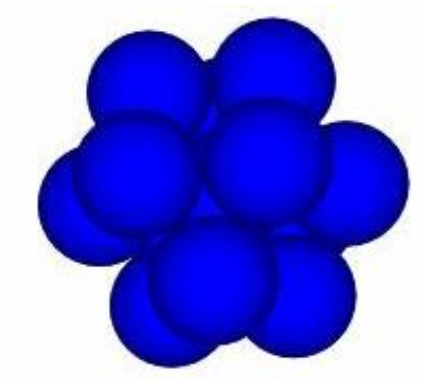

FIGURE 4.1 – Les 13 fragments sphériques créés après la rupture d'une des sphères initiales

Les critères de rupture introduisent des valeurs caractéristiques de force (F_0) ou de contrainte (σ_0) à la rupture, qui nous permettent de définir des valeurs caractéristiques κ_S du paramètre de raideur adimensionnel κ, associées à la limite de rupture :

$$\kappa_S = \left(\frac{\tilde{E}}{\sigma_0}\right)^{2/3} \quad \text{(VM)} \tag{4.8}$$

$$\kappa_S = \left(\frac{\tilde{E}d^2}{F_0}\right)^{2/3} \quad \text{(FM).} \tag{4.9}$$

Cette définition de κ_S fait que la déflexion caractéristique du contact au moment de la rupture est $\kappa_S^{-1}d$. Cette notion de déflexion au moment de la rupture est intéressante puisqu'elle permet de rendre compte à la fois de variations de la raideur du matériau et de

la résistance des particules, par l'intermédiaire d'un paramètre unique. Deux matériaux de même κ_S se comporteront de manière identique toutes choses égales par ailleurs, excepté en ce qui concerne les valeurs numériques prises par les contraintes. Nous classifions donc les propriétés des matériaux testés dans nos simulations en fonction de κ_S de *raide-fragile* (grand κ_S, faible déformation au moment de la rupture) à *souple-résistant* (petit κ_S, grande déformation au moment de la rupture). Pour des valeurs de κ_S très grandes, les déflexions deviennent tellement faibles qu'elles n'affectent que de manière négligeable la structure. Selon les références établies plus haut, ce cas "rigide-fragile" devrait être approché pour $\kappa_S > 10^3$.
Nous avons adopté pour ces simulations 3 valeurs différentes, que ce soit pour σ_0 ou F_0 : 2.066, 18.9 and 152.9 MPa pour σ_0 (κ_S = 1115, 261.5 et 63.26), 1.52, 13.3 et 112.9 N pour F_0 pour un diamètre de grains de 1 mm (κ_S = 1368, 322.2 et 77.43). Ces choix visaient à faire correspondre ces valeurs aux valeurs moyennes rencontrées dans des situations identiques. Plus précisément, ces valeurs de σ_0 et F_0 correspondent aux valeurs moyennes $\mathcal{M}^{(i)}$ et $\mathcal{F}^{(i)}$, pour des assemblées de type L(voir 4.2.1.3) pour σ_1 = 1, 10 and 100 MPa, en l'absence de rupture. De fait, les valeurs de κ_S obtenues au moyen de (4.8) pour le critère VM et (4.9) pour le critère FM sont très similaires. Ces choix de paramètres qui définissent différentes classes de matériaux simulés selon leur valeur de κ_S sont listés dans la Table 4.1. L'impact spécifique de ce facteur sur les simulations sera discuté en 4.3.3.

Classe	σ_0 (MPa)	κ_S (VM)	F_0 (N)	κ_S (VM)
raide-fragile	2.066	1115	1.52	1368
intermédiaire	18.19	261.5	13.3	322.2
souple-résistant	152.9	63.26	112.9	77.43

TABLE 4.1 – Classification des simulations selon les valeurs de κ_S et valeurs correspondantes des paramètres σ_0 et F_0 (selon le critère de rupture choisi), pour des billes de verre ($\tilde{E}$ = 76.9 GPa) de diamètre 1 mm.

4.2.1.3 Assemblées de grains initiales

Nos simulations sont effectuées sur des configurations de 4000 grains identiques. La cellule pallélépipédique qui contient les particules est périodique dans les trois directions de l'espace. Nous utilisons des configurations de densité et de degré de coordinence variable, toutes préparées par commodité à une pression isotrope P = 10 kPa, ce qui correspond à $\kappa \simeq 39000$. La méthode utilisée est celle de ([Agnolin 2007a]), et un analogue 3D de celle de [Gilabert 2008] dans le cas 2D pour les densités les plus faibles.
Pour obtenir les échantillons de densité maximale, comme souvent en simulation DEM, nous comprimons un "gaz granulaire" de grains non-frottants, jusqu'à obtention d'un état d'équilibre à la pression souhaitée. Le résultat obtenu est une assemblée de billes dense dans l'état dit "d'empilement aléatoire dense" (voir [Agnolin 2007a], ainsi que les référence citées dans cette étude), avec une fraction solide initiale ρ_0 proche de 0.64, et un réseau de contact bien connecté, avec une coordinence ζ proche de 6 (assemblées de type

D). Une variante de cette méthode, toujours citée dans [Agnolin 2007a], impliquant une étape de vibration du système, permet d'obtenir des configurations de densité quasiment identique, mais avec une coordinence beaucoup plus faible (assemblées de type D').
Si l'on choisit de directement comprimer un gaz de grains frottants (avec le coefficient de friction utilisé par la suite, $\mu = 0.3$), on obtient des assemblages de densité plus faible (assemblées de type I), avec $\rho_0 \simeq 0.593$. Pour obtenir des structures encore plus lâches (assemblées de type L), nous adoptons une procédure utilisant des forces cohésives dans les étapes initiales. Des structures très aérées sont soumises à des chargements compressifs [Gilabert 2008] qui dominent la résistance en tension des contacts : les structures s'effondrent pour former des strucutures plus denses où l'on peut supprimer les forces de cohésion sans créer plus de dommages. La densité finale ($\rho_0 \simeq 0.58$) reste cependant plus faible que dans les cas obtenus sans faire appel à une force de cohésion dans les phases initiales.
L'effet spécifique sur la fragmentation de l'assemblée de grains de départ sera étudié en 4.3.2.

Method	ρ_0	ζ^*	x_0 (%)	$\frac{\langle \mathcal{M} \rangle}{\sigma_1}$	$\frac{\langle \Delta\mathcal{M} \rangle}{\sigma_1}$	$\frac{\langle \mathcal{F} \rangle}{d^2\sigma_1}$	$\frac{\langle \Delta\mathcal{F} \rangle}{d^2\sigma_1}$
D	0.637 ± 0.003	6.07	1.3	1.89	0.51	1.43	0.48
D'	0.635 ± 0.002	4.56	13.1	2.79	0.65	1.96	0.62
I	0.5931 ± 0.0006	4.64	10.1	2.69	0.53	1.95	0.51
L	0.5762 ± 0.0007	4.61	8.5	2.82	0.60	2.03	0.57

Table 4.2 – Configurations initiales assemblées sous uns pression isotrope de $P_0 = 10$ kPa ($\kappa \simeq 39000$)

La Table 4.2 présente les différents types de configurations initiales ainsi que leurs caractéristiques : fraction solide ρ_0, proportion de grains flottants x_0 (grains qui ne sont soumis à aucune force), coordinence des grains non-flottants ζ^* ($\zeta^* = (1 - x_0)\zeta$, où ζ est la coordinence "brute), moyenne et écart type des valeurs des critères VM et FM sur les grains non-flottants.

4.2.1.4 Procédures de chargement

Les configurations initiales présentées dans la Table 4.2 sont soumises à une compression œdométrique pilotée en contrainte, au cours de laquelle la contrainte principale (par convention, $\sigma_1 = \sigma_{zz}$), se voit assignée une valeur cible (augmentée par paliers au cours de la simulation). La cellule est déformée dans la direction z jusqu'à obtention de la contrainte prescrite, tandis que les dimensions de la cellule sont maintenues constantes dans les directions orthogonales (selon cette même convention, x et y). Lorsque les efforts internes sont équilibrés avec une précision acceptable (voir [Agnolin 2007a] pour les niveaux de tolérance assurant une identification précise des réseaux et des force de contact), et la contrainte σ_1 est suffisamment proche de sa valeur prescrite, la valeur cible est augmentée d'un fac-

teur $\sqrt[10]{10} = 1.259$. Entre deux configurations équilibrées, on impose que le taux de déformation $\dot{\varepsilon}_1$ soit suffisamment faible pour que les effets d'inertie restent négligeables. Plus précisément, on pose une borne supérieure sur le nombre d'inertie $I = \dot{\varepsilon}_1 \sqrt{m/d\sigma_1}$, en imposant que $I \leq 10^{-3}$ (voir [Agnolin 2007a],[Radjai 2011]). La dynamique de déformation de la cellule est inspirée d'une méthode de dynamique moléculaire pilotée en contrainte, la méthode de Parinello-Rahman ([Parrinello 1981],[Allen 1987]), et est décrite en détail dans [Agnolin 2007a] et [Radjai 2011]. Pour des conditions quasistatiques, le tenseur des contraintes internes $\underline{\underline{\sigma}}$ est donné par :

$$\sigma_{\alpha\beta} = \frac{1}{\Omega} \sum_{i<j} F_{ij}^{\alpha} r_{ij}^{\beta}, \tag{4.10}$$

où Ω est le volume de l'échantillon, et où la somme s'effectue sur les paires i, j de billes en contacts, $\mathbf{F}_{ij}$ étant la force s'exerçant sur la bille j. Les contraintes de tension sont par convention comptées négatives. La hauteur de la cellule dans la direction z tend à augmenter si σ_{zz} dépasse la contrainte cible σ_1, et diminuer dans le cas inverse. Moyennant le respect des limitations sur la vitesse de chargement, l'application de cette dynamique de cellule permet une déformation homogène, sans effets de bords, et le mouvement des grains est peu affecté par rapport à la dynamique dans une cellule aux dimensions fixées. A tout instant au cours de la compression œdométrique, pour chaque grain, soit la partie déviatorique du tenseur des contraintes moyennes, soit les forces de contact sont testées (selon le critère de rupture adopté), de sorte que les grains qui verraient leur résistance dépassée sont brisés et remplacés par des fragments. On interrompt la simulation lorsque l'équilibre est atteint pour la 9ème contrainte cible, ou lorsque 75% des particules ont été brisées si cette valeur est atteinte avant le dernier équilibre. Certaines données sont mesurées en continu au cours du chargement. D'autres valeurs, concernant le réseau de contacts, sont mesurées sur les configurations équilibrées à chaque étape intermédiaire.

4.2.2 Contraintes, déformation et rupture

Nous commençons par décrire le comportement général du matériau lors d'une compression œdométrique, simulé selon la procédure décrite ci-dessus en 4.2.1. Plus loin, nous explorons plus systématiquement l'influence des différents paramètres sur le comportement en 4.3, et étudions les phénomènes dynamiques et énergétiques en 4.4.

4.2.2.1 Compression œdométrique sans rupture des particules

Tandis que la contrainte principale, σ_1, augmente de 10 kPa à 100 MPa (soit l'ordre de grandeur des contraintes atteintes lors du broyage par compression dans l'industrie), la compacité augmente en moyenne de 0.580 à 0.623 dans les échantillons L, et de 0.636 à 0.666 dans les échantillons D'. La coordinence ζ passe de 4.257 à 5.969 dans les échantillons L, de 3.999 à 6.462 pour les échantillons D'. La proportion de grains flottants passe de 8.5% à 0.5% pour les L, de 12.2 % à 0.1% pour les D'. Le rapport des contraintes

principales, c'est à dire le rapport entre les contraintes dans les directions non déformées (horizontales dans une cellule œdométrique) et σ_1, diminue régulièrement au cours de la compression œdométrique, de 0.80 à 0.54 pour L, de 0.80 à 0.39 pour D'. La Figure 4.2 représente la distribution statistique des valeurs $\mathcal{F}$ et $\mathcal{M}$ (à la base du critère FM), pour différentes valeurs de σ_1, dans des assemblées de grains incassables soumises à une compression œdométrique. La forme de ces distributions rappelle celle des forces de contact ([Radjai 1998],[Blair 2001],[Agnolin 2007a]) et présente une tendance similaire à une diminution de la dispersion lorsque la contrainte augmente ([Makse 2000],[Agnolin 2007b]). Comme on peut l'observer sur la Figure 4.3 les distributions de $\mathcal{F}$ et $\mathcal{M}$ sont assez semblables (pour faciliter les comparaisons, $\mathcal{F}$ et $\mathcal{M}$ sont adimensionnées par leur valeur moyenne). Ce sont bien sûr les différences en ce qui concerne les valeurs supérieures à la moyenne qui nous intéressent dans le cas du broyage. De ce point de vue, le critère $\mathcal{M}$ es légèrement plus dispersé, c'est à dire que des valeurs supérieures à la moyenne apparaissent légèrement plus fréquentes. Cette tendance était déjà illustrée aux faibles contraintes par les valeurs d'écart type présentées dans la Table 4.2. Les conséquences de cette légère différence sont explorées en 4.3.1. Les distributions des deux critères sont aussi influencées par la densité initiale. Dans les systèmes denses, les distributions sont moins dispersées (Figure **??**, pour $\mathcal{M}$). L'effet est particulièrement sensible pour des contraintes importantes. Les contraintes sont réparties d'une manière plus homogène dans ce type de systèmes, plus denses et mieux connectés. Ces différences dans la distribution des critères expliquent probablement les différences de comportement sensibles observées au cours de l'étude de l'impact de la densité initiale en 4.3.2 .

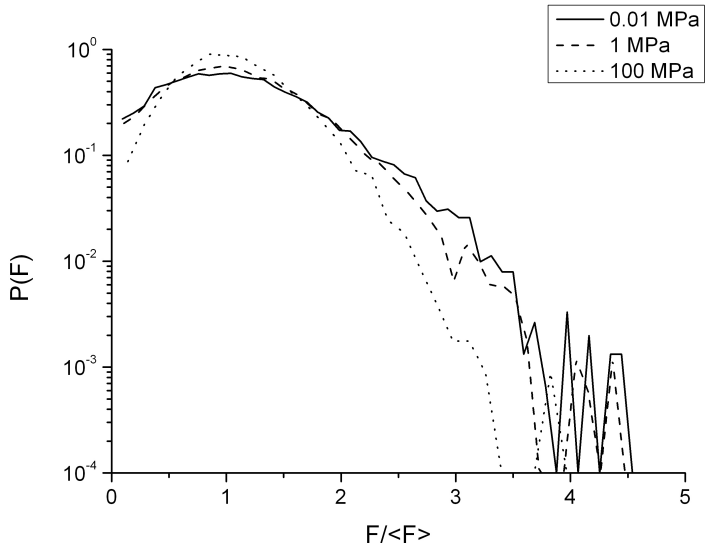

FIGURE 4.2 – Densité de probabilité pour $\mathcal{F}/<\mathcal{F}>$ (FM) dans un échantillon L, pas de rupture, pour differents σ_1.

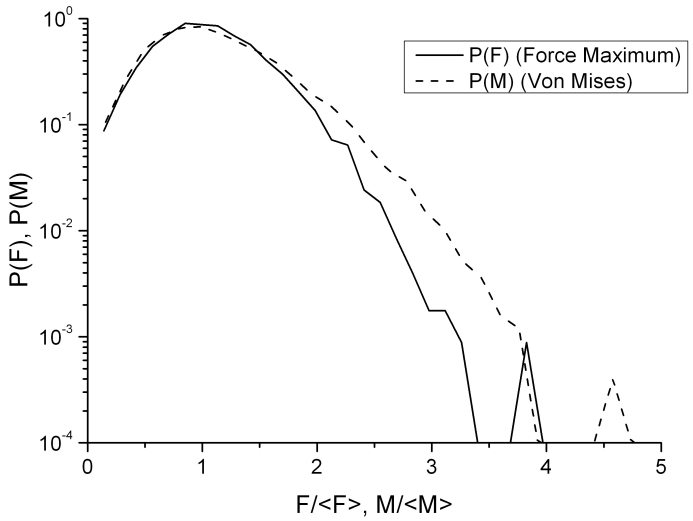

FIGURE 4.3 – Comparaison des distributions de $\mathcal{F}/<\mathcal{F}>$ (FM) et $\mathcal{M}/<\mathcal{M}>$ (VM) (échantillon L , 100 MPa)

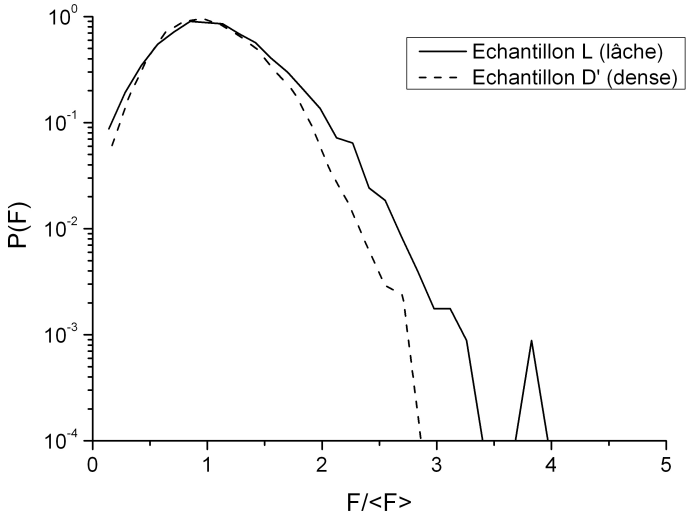

FIGURE 4.4 – Comparaison des distributions de $\mathcal{M}/<\mathcal{M}>$ (VM), pour des échantillons L et D' (100 MPa)

4.2.2.2 Compression œdométrique avec fragmentation des particules : comportement général

La Figure 4.5 représente la contrainte principale σ_1 en fonction de la déformation ε_1 lors de la procédure de chargement décrite en 4.2.1.4 . ε_1 est la déformation de l'échantillon

dans la direction de la compression (comptée positive pour une diminution de volume), et correspond aussi la variation relative de la hauteur de l'échantillon H : $\varepsilon_1 = -\Delta H/H$.

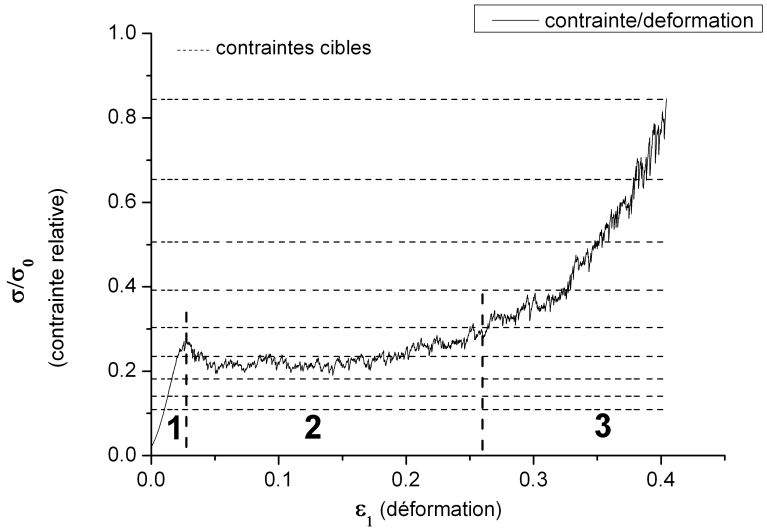

FIGURE 4.5 – Contrainte principale σ_1 en compression oedometrique, en fonction de la déformation ε_1 (échantillon D' , critère FM, *souple-résistant*)

Nous avons vérifié le bon comportement de la simulation en termes de reproductibilité et de sensibilité à la vitesse de compression. Des échantillons statistiquement similaires (issus de la même procédure d'assemblage) ont été soumis à la même procédure de chargement. La Figure 4.6 représente σ_1 en fonction de ε_1 pour deux de ces configurations. Les variations d'un échantillon à l'autres sont faibles, ou en tout cas du même ordre de grandeur que le "bruit" affectant la courbe pour un échantillon donné. La Figure 4.7 donne des exemples de simulations réalisées en augmentant, ou en diminuant la limite maximale pour le taux de déformation de la cellule (cette limite supérieure correspondant au taux de déformation appliqué par la procédure loin des positions d'équilibre). Il s'agit de configurations réduites de 1372 grains (type I), afin de faciliter les calculs dans les cas les plus lents. L'absence d'effet majeur de ce taux de déformation est clairement visible.

On peut observer sur la Figure 4.5 que la déformation ε_1 prend des valeurs extrêmement importantes, avec des réductions de volumes atteignant 40 %. C'est une conséquence de la perte de volume entrainée par la procédure de remplacement des particules brisées par des fragments. Si l'on utilise le volume initial des particules dans le calcul de la fraction solide ρ, on obtient alors des valeurs très grandes, sans sens physique elle non plus (supérieure à 1 dans certains cas...). D'une manière générale, les valeurs de densité ou de porosité obtenues à partir de ce modèle doivent être considérées avec beaucoup de prudence, et uniquement en relatif.

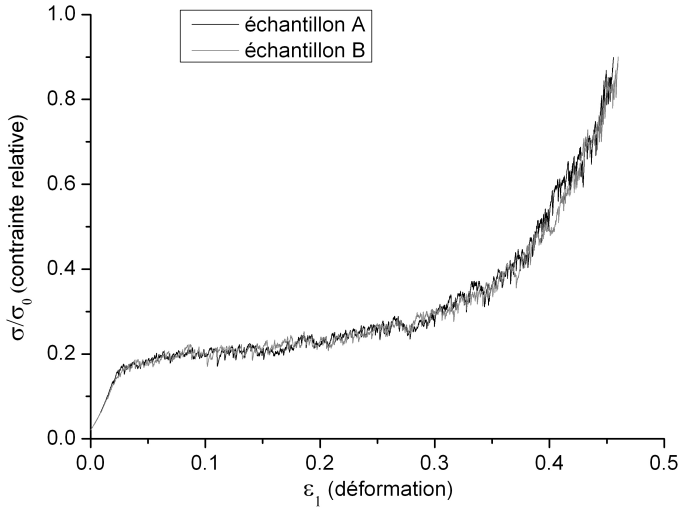

FIGURE 4.6 – Contraintes en fonction de la déformation, pour deux échantillons similaires (assemblée *L*, critère FM, *souple/résistant*

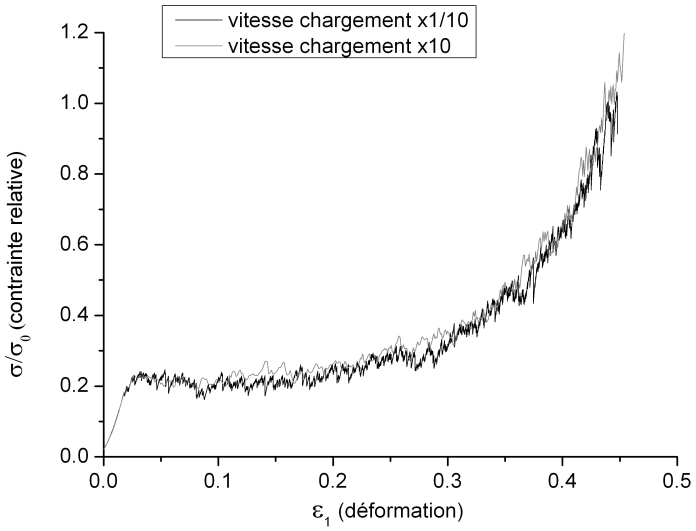

FIGURE 4.7 – Contraintes en fonction de la déofrmation, effet de la vitesse de chargement (x10, x1/10). 1372 grains seulement, assemblée I, critère FM, *souple/résistant*

A partir de la courbe de la Figure 4.5 on peut définir trois étapes successives, ou trois régimes lors de la compression et de la fragmentation des particules, recoupant partiellement les trois phases du broyage par compression définies par [Vallet 1995], déjà évoquées en 3.1.2 . Quasiment aucune rupture ne se produit au cours de la phase 1, le matériau se

comportant alors essentiellement comme une assemblée de grains incassables. Ceci est particulièrement visible lorsque l'on considère la proportion de grains brisés en fonction de la déformation relative ε_1 (Figure 4.8).

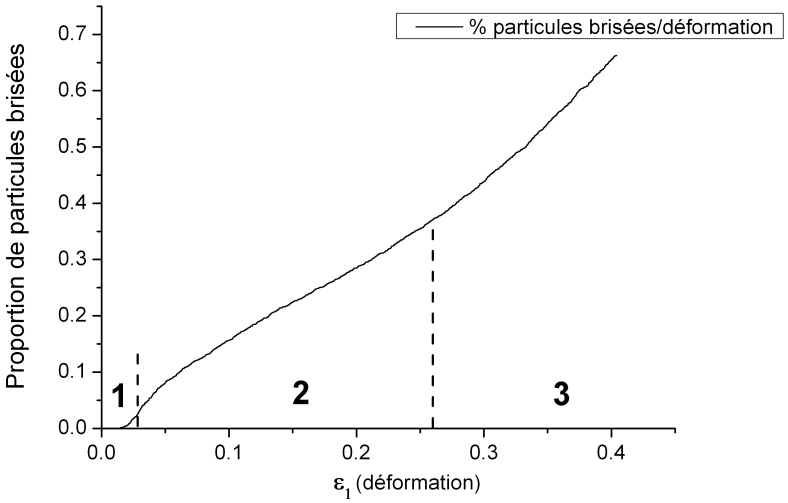

FIGURE 4.8 – Proportion de grains brisés en fonction de ε_1 (même échantillon que la Figure 4.5).

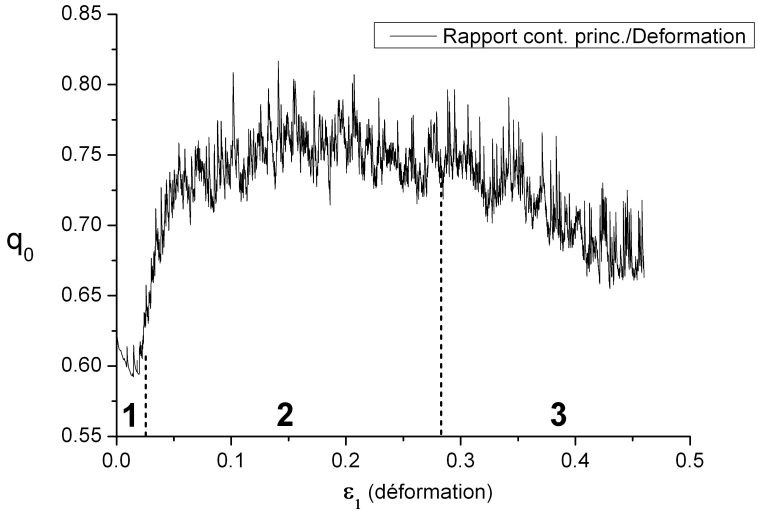

FIGURE 4.9 – Rapport des contraintes principales en fonction de la deformation relative ε_1 (L, critère FM, *souple-résistant*)

La phase 2 se caractérise par la rupture d'une population de plus en plus importante de particules. Dans le cas illustré par la Figure 4.5, le début de la phase 2 entraine une instabilité : la contrainte principale σ_1 diminue sur tout un intervalle de déformation, depuis un maximum local. Au cours de la phase 2, de plus en plus de particules sont détruites alors que la contrainte reste relativement constante (ou augmente légèrement, selon les cas). Le rapport des contraintes principales se stabilise autour d'une valeur de 0.75, pour toutes les simulations effectuées. (Figure 4.9).

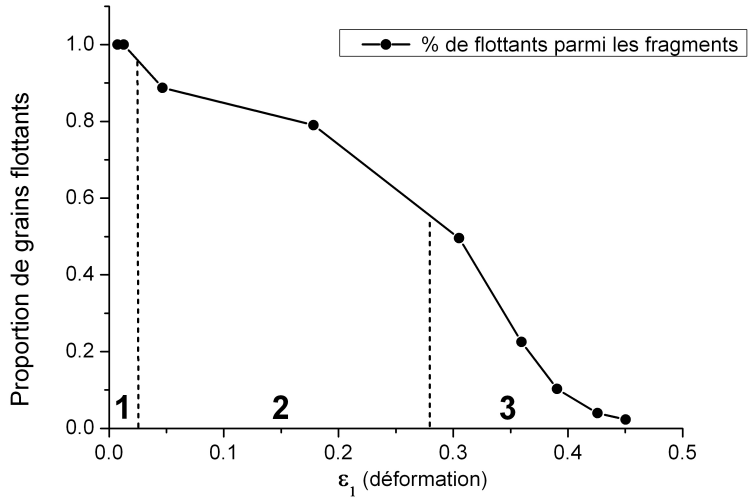

FIGURE 4.10 – Proportion des grains flottants (ne supportant aucune contrainte) parmi les fragments en fonction de ε_1 (même échantillon que la Figure 4.9)

L'augmentation de σ_1 en fonction de ε_1 s'accélère au cours de la phase 3, au fur et à mesure que les fragments issus de la rupture des particules initiales assument une part de plus en plus importante de la contrainte. La Figure 4.10 illustre l'évolution de la proportion de grains "flottants" parmi les fragments au sein d'un système initialement lâche (L). Au moment de leur création, aucun de ces fragments ne supporte de charge, et on voit qu'il faut effectivement un moment avant qu'ils ne soient majoritairement impliqués dans le réseau de contraintes. La Figure 4.11 représente la proportion des contraintes supportées par les différents types de contacts (proportion obtenue en séparant les composantes de la somme dans la relation (4.10)). On observe bien que l'essentiel des efforts est initialement supporté par les grains parents seuls, et que la reprise des efforts par les fragments correspond effectivement au raidissement marquant le début de la phase 3.
Pour mieux illustrer l'existence de ces trois phases, nous avons souhaité comparer les courbes contrainte/déformation dans les 3 cas suivants :

- (i) Avec des grains incassables.
- (ii) Pour la procédure de fragmentation standard, avec remplacement des grains brisés par des fragments.

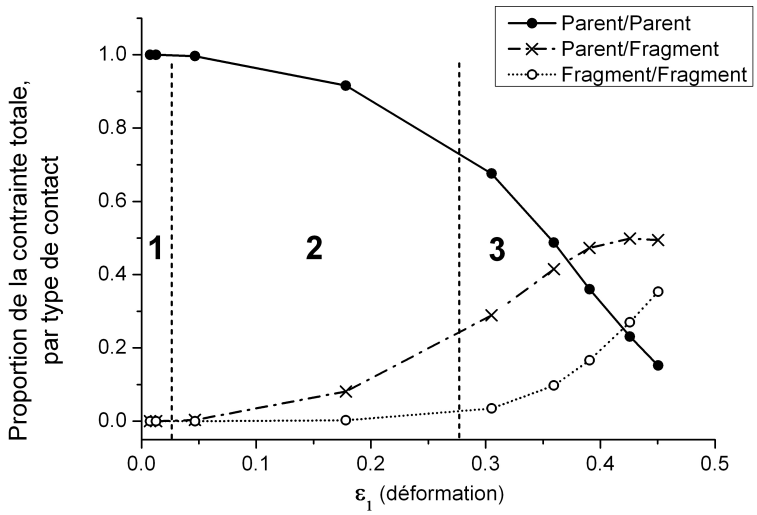

FIGURE 4.11 – Proportion des contraintes supportée par type de contact en fonction de la déformation (même échantillon que la Figure 4.9)

- (iii) Pour une procédure de fragmentation alternative, où le grain brisé est simplement supprimé de la simulation sans être remplacé.

Les trois modèles coïncident au cours de la phase 1. Ensuite, la réponse de (ii) et (iii) est à peu près identique au cours de la phase 2, mais se démarque sensiblement de (i), illustrant le rôle de la fragmentation des particules. La similitude entre (ii) et (iii) dans cette phase illustre quant à elle que les fragments ne jouent initialement aucun rôle dans les propriétés du matériau simulé. Les courbes pour (ii) et (iii) ne se séparent sensiblement qu'au moment de la phase 3, confirmant que le raidissement observé dans le cas standard résulte bien du recrutement dans le réseau de contacts des fragments, et que ce recrutement est loin d'être immédiat dans nos simulations.

4.2.2.3 Simulations avec double génération de fragments

Quelques simulations ont été effectuées avec une double génération de fragments : les fragments de tailles $d/3$ pouvaient à leur tour se fragmenter en fragments plus petits, de taille $d/9$. Pour limiter l'augmentation du temps de calcul (du à la fois à l'augmentation du nombre de particules et à la nécessité d'adapter la cinétique de chargement aux dimensions des plus petites particules présentes dans l'assemblée), ces simulations ont été effectuées sur des systèmes de 1372 grains seulement, de type I. Ces simulations visaient essentiellement à déterminer la pertinence du modèle à une seule génération de fracture, plus rapide et donc plus souple à utiliser (Une simulation complète sur un système de 4000 grains avec simple génération prend déjà plusieurs jours sur un processeur standard).

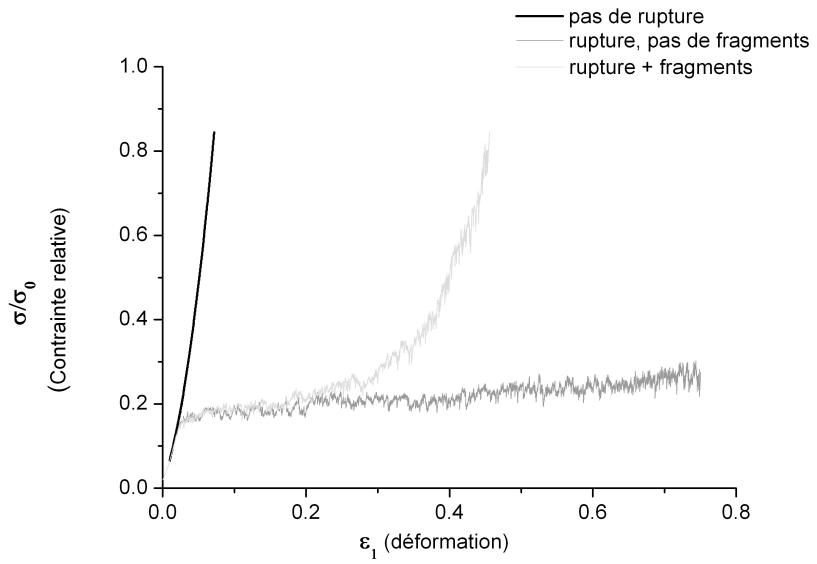

FIGURE 4.12 – Contrainte/déformation : cas sans rupture, avec rupture sans fragments, avec rupture avec fragments (même échantillon que pour la Figure 4.9)

La dépendance en taille du critère de rupture, indispensable pour déterminer la résistance des fragments par rapport à celle des parents, reprend les considérations développées en 3.2.2 en ce qui concerne la théorie de Weibull. On rappelle que celle-ci suppose que la probabilité de rupture augmente exponentiellement avec le volume chargé à une contrainte donnée. Selon que l'on utilise le critère FM ou VM, le volume où s'effectuera la rupture n'est pas le même : nous décrétons qu'il est proportionnel à d^3 dans le cas du critère VM, puisque la rupture a lieu au cœur de la particule, et proportionnel à a^3 pour le critère FM, ou a est le rayon de la zone de contact, puisque la rupture a lieu au voisinage immédiat de cette zone. Les équations 4.6 et 4.7 doivent alors être remplacées par 4.11 et 4.12. Cette définition de la dépendance en taille reste cependant largement discutable, et visait surtout dans notre cas à fournir une variation cohérente afin de comparer simple et double génération.

$$P(S < x) = \quad 1 - \exp\left[-\alpha^3\left(\frac{x}{\sigma_0}\right)^m\right] \quad \text{for VM,} \tag{4.11}$$

$$P(S < x) = \quad 1 - \exp\left[-\alpha x\left(\frac{x}{\alpha^2 F_0}\right)^m\right] \quad \text{for FM.} \tag{4.12}$$

La Figure 4.13 présente la courbe contrainte/déformation, avec simple et double génération de fragments. Une fois encore, la réaction des deux modèles est très similaire au cours de la phase 2. Puisque les fragments sont majoritairement exclus du réseau de contrainte, le fait qu'ils soient fragmentables n'a que peu d'influence sur le comportement, au moins dans les premières phases de la fragmentation. La Figure 4.14 représente la proportion

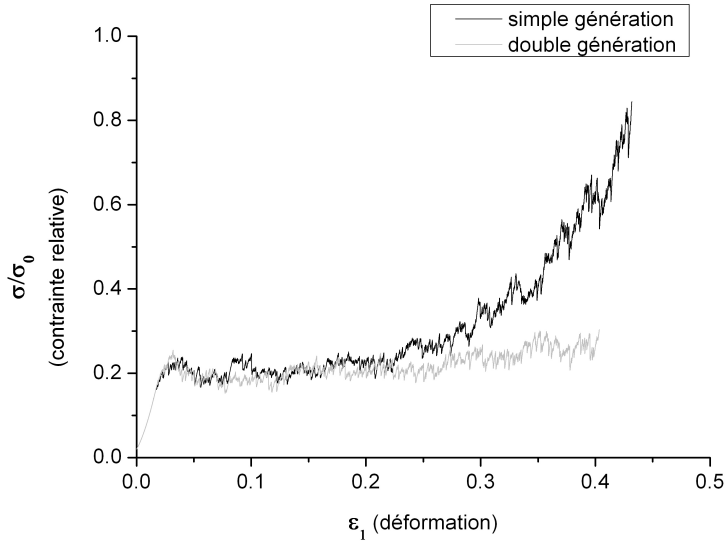

FIGURE 4.13 – Contraintes en fonction de la déformation, comparaison entre simple et double génération de fragments .Echantillon *I*, 1372 grains, critère FM, *souple-résistant*

(par rapport au volume initial) des grains brisés 1 fois et 2 fois (la proportion de grains brisés 2 fois est le rapport entre le nombre de rupture de deuxième génération et le nombre d'évènements possibles si tous les grains étaient brisés intégralement). L'évolution de la proportion des grains brisés 1 fois est relativement comparable à celle du code à simple génération de fracture. En ce qui concerne le second niveau de rupture, on voit qu'il ne concerne une proportion significative des particules qu'assez tard au cours de la compression. Le raidissement au cours de la phase 3 disparait pour la simulation à double fragmentation. Cela correspond aussi au moment ou la proportion de grains brisés une seconde fois commence à augmenter sensiblement. Toutefois il parait difficile de tirer des conclusions à ce moment de la compression, les effets de pertes de volume étant très important dans le cas de la double fragmentation.

4.2.3 Notion de cascade de ruptures

Les "accidents" visibles sur les courbes contrainte/déformation (Figure 4.5, par exemple) indiquent la présence d'instabilités durant le chargement, qui se manifestent par une brusque chute de la contrainte et une accélération du taux de déformation. Chaque évènement de rupture entraine une déstabilisation de la structure granulaire, du fait de l'élimination soudaine du réseau des efforts des contacts portés par le grain brisé. Cela cause cette baisse temporaire de la contrainte. Lorsque le grain casse, une partie des contraintes doit être répartie sur les grains voisins. Cela peut entrainer un phénomène que nous baptisons "rupture en cascades" : cet incrément de contrainte peut engendrer le dépassement de la résistance de certains des voisins qui vont à leur tour se briser. Un

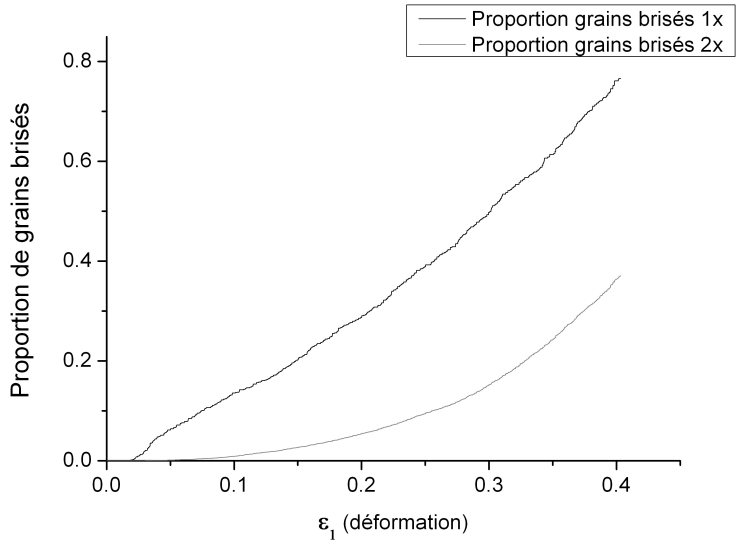

FIGURE 4.14 – Double génération de rupture : proportion (par rapport au volume initial) de grains brisés 1 fois et 2 fois en fonction de la déformation (même échantillon que le cas double rupture de la Figure 4.13

premier grain brisé peut ainsi entrainer la rupture de tout un ensemble de grains, avant qu'une nouvelle configuration stable n'apparaisse, où la contrainte initiale est équilibrée par un nouveau réseau de contact. Nous considérons un ensemble d'évènements de rupture comme appartenant à la même *cascade*, lorsqu'une certaine valeur de la contrainte est atteinte pour un premier grain, et que cette valeur de la contrainte n'est de nouveau atteinte qu'après la rupture du dernier grain de la cascade. Considérons un chargement piloté en contrainte, au cours duquel σ_1 est augmentée par paliers (en supposant que l'on attende que l'équilibre s'installe entre chaque palier). Alors tous les grains appartenant à une même cascade se briseront en même temps, quelle que soit la valeur de l'incrément de contrainte appliqué. En suivant cette définition, pour les cas les plus couramment considérés dans cette étude, de l'ordre de 90% des grains sont brisés au cours d'une cascade, plutôt que dans des évènements de rupture isolés. Ce principe de rupture en cascade joue donc un rôle capital dans notre modélisation du procédé de broyage.

Pour étudier plus précisément ce phénomène, nous avons développé une nouvelle procédure de chargement, la procédure en cascade, ou *procédure 2* (la *procédure 1* est la procédure décrite en 4.2.1.4). L'objectif est de stabiliser l'échantillon entre deux cascades successives :

- L'échantillon est d'abord comprimé graduellement, à un taux de déformation constant. Dès qu'un évènement de rupture se produit, on enregistre la valeur de σ_1 au moment de la rupture.
- On poursuit la simulation avec la valeur enregistrée de σ_1 pour contrainte cible, en

laissant éventuellement d'autres évènements de rupture se produire. La cascade est terminée lorsque la contrainte est équilibrée avec succès. On peut alors reprendre la première étape pour la simulation d'une nouvelle cascade.

L'évolution de la contrainte en fonction de la déformation a été comparée entre la procédure 1 et la procédure 2, et aucune différence sensible n'a pu être relevée.

Cette notion de cascade amène à considérer l'idée d'une corrélation spatiale entre les évènements de rupture. Vu que la rupture d'un grain entraine la rupture de plusieurs autres lors du transfert des efforts, on pourrait s'attendre à ce que les positions des évènements de rupture successifs soient fortement corrélées, tous les évènements de la cascade se produisant au voisinage immédiat du lieu de la rupture initiale. Des phénomènes de ruptures localisées seraient à l'origine de la formation de bandes de compaction ([Das 2011]) dans certaines roches poreuses, une forme classique de localisation des déformations en géomécanique ([Vardoulakis 1995]). Elles ont par exemple été observées sur des grès par [Charalampidou 2011] qui rapporte la formation de telles bandes perpendiculairement à l'axe principal du chargement.
L'existence de tels phénomènes de localisation dans le cas d'assemblage de grains indépendants (par opposition à des grains collés, comme pour un grès) est une question ouverte. L'étude DEM [Marketos 2009] reproduit très clairement de telles localisations lorsque les grains sont cimentés. La localisation reste cependant faible et diffuse, à la limite de la détection, pour des grains indépendants. Plus récemment, [J.R. Valdes 2012] observe expérimentalement des bandes de compaction bien définies dans une assemblée de grains fragmentables indépendants (des céréales de riz soufflées).

Nous n'avons pas pu mettre en évidence une telle corrélation spatiale au cours de nos simulations. Afin de maximiser les chances de l'observer, nous avons conduit une simulation sur un échantillon 8 fois plus gros que ceux utilisés le plus couramment (32 000 grains au lieu de 4 000), préparé dans l'état D. Nous utilisons le critère de rupture FM, et une valeur de κ_S souple-résistante. Pour un tel échantillon, l'arête de la boite périodique est d'environ 30 diamètres de particules. La Figure 4.15 représente la position des différents évènements de rupture pour une cascade donnée. La vue est centrée sur l'évènement de rupture initial. Les ruptures paraissent réparties de manière homogène à l'intérieur de la boite. Cette impression est confirmée par les analyses statistiques, quelle que soit la situation analysée, et quelle que soit la dimension de la boite.

Même si les évènements ne sont pas confinés à un certain périmètre, ils peuvent tout de même être spatialement corrélés entre eux. Nous avons aussi testé l'idée qu'un grain se brise préférentiellement au voisinage de l'évènement de rupture l'ayant immédiatement précédé. Cette corrélation, plus faible, pourrait être compatible avec une absence de corrélation à l'échelle de la cascade, celle-ci pouvant disparaitre du fait de la succession de "sauts" d'un évènement à l'autre dans des directions à priori aléatoires. Dans la Figure 4.16 la statistique de la distance entre deux évènements de rupture est comparée à celle de la distribution de la distance entre deux grains choisis au hasard dans la boite, dans le cas

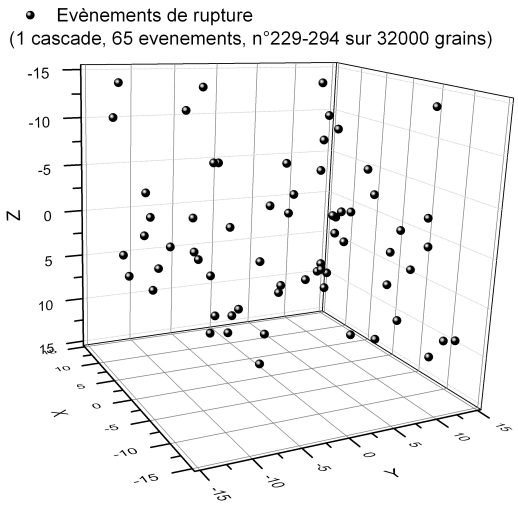

FIGURE 4.15 – Distribution au sein de l'échantillon des évènements de rupture au cours d'une cascade. L'unité de longeur est le diamètre des particules. (32000 grains, assemblée D' , critère FM)

de l'échantillon de 32 000 grains. Nous avons pris en compte les 575 premiers évènements de rupture. Les deux distributions ne présentent pas de différences vraiment significatives, à l'exception d'une légère différence en ce qui concerne les voisins les plus immédiats, ce qui incite à conclure à l'absence de corrélation spatiale, c'est à dire que le transfert de charge n'entraine pas de rupture préférentielle des voisins du dernier grain brisé. Si une corrélation spatiale existe (ce qui reste probable), elle intervient à une échelle supérieure à celle que nous avons pu considérer ici, soit de l'ordre de 30 diamètres de grains. Soit une distance bien supérieure à ce que nous pourrions considérer comme le voisinage immédiat du grain.
Cela semble en contradiction avec certains résultats de la littérature reportés plus haut ([Marketos 2009, J.R. Valdes 2012]). Une possible explication serait la totale absence d'effets de bord dans nos simulations, du fait du choix de conditions aux limites périodiques. Ces effets de bords pourrait favoriser le confinement des évènements de rupture et donc leur localisation.

4.3 Effets comparés des paramètres sur la dynamique de fragmentation

Nous explorons maintenant l'influence de plusieurs paramètres du modèle sur le comportement global, exprimé par des grandeurs comme l'évolution de la contrainte et du nombre de particules brisées en fonction de la déformation, ou l'évolution de la coordinence et la répartition des efforts entre les types de contacts. La procédure de chargement est la procédure 1 décrite en 4.2.1.4. Plus spécifiquement, nous comparons les deux critères de

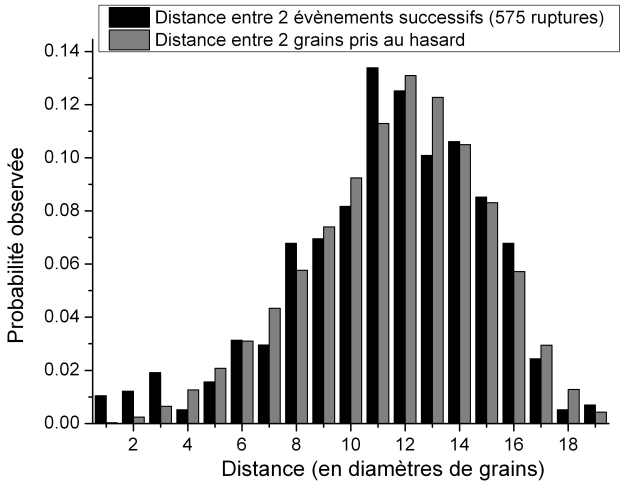

FIGURE 4.16 – Distribution statistique des distance entre deux évènements de rupture, comparée à celle des distances entre deux grains choisis au hasard (32 000 grains, assemblée D', critère FM)

rupture VM et FM, nous étudions la sensibilité de la simulation à la densité initiale ρ_0 de l'échantillon, au paramètre de déformation des contacts à la rupture κ_S, et à la dispersion du critère de rupture via le paramètre m de la loi de Weibull des résistances (Equations 4.6–4.7). Les simulations sont référencées selon un système de notation à 2 lettres. La Table 4.3 récapitule les simulations présentées dans ce chapitre, ainsi que les valeurs prises par les paramètres pertinents.

4.3.1 Effet du choix du critère de rupture

Afin d'étudier l'impact de ce choix du critère de rupture, nous devons d'abord établir une correspondance entre F_0 and σ_0, la force et la contrainte caractéristique de chacun des critères. Nous utilisons les correspondances présentées par la Table 4.1, basées sur les valeurs prises par $\mathcal{F}$ et $\mathcal{M}$ lors de la compression d'échantillons en l'absence de rupture. L'évolution de la contrainte est comparée sur la Figure 4.17. Le comportement avec les deux critères de rupture est très semblable. Tout juste peut on noter que l'utilisation du critère VM entraine une résistance légèrement plus faible de la structure. Cela peut s'expliquer par les différences dans les distributions statistiques entre les deux critères évoquées en 4.2.2.1. Les valeurs extrêmes étant légèrement plus courantes avec le critère VM, la rupture pourra s'initier pour des valeurs inférieures de la contrainte macroscopique. L'effet n'est pas très prononcé cependant, et ce malgré les justifications physiques assez différentes des deux critères, ce qui nous conduit à conclure que le comportement macroscopique n'est que peu affecté par le choix particulier d'un critère de rupture.
En ce qui concerne la proportion de grains brisés au cours de la rupture (Fig. 4.18), ou les nombres de coordination (4.19), aucune différence significative n'a pu être relevé.

Nom	Critère	Etat initial	κ_S	m
AA	FM	L	*souple-résistant*	6
AV	VM	L	*souple-résistant*	6
BA	FM	L	*intermédiaire*	6
CA	FM	L	*raide-fragile*	6
DA	FM	D'	*souple-résistant*	6
DV	VM	D'	*souple-résistant*	6
EA	FM	D'	*intermédiaire*	6
FA	FM	D'	*raide-fragile*	6
GA	FM	L	*souple-résistant*	16
HA	FM	L	*souple-résistant*	1.5
MA	FM	L	*souple-résistant*	3
RA	FM	cfc	*souple-résistant*	6
SA	FM	cfc	*souple-résistant*	16
TA	FM	cfc	*souple-résistant*	1.5
UA	FM	L	*souple-résistant*	grains identiques ($m = \infty$)
ZA	FM	I, 1372 grains	*souple-résistant*	6
1A	FM	D	*souple-résistant*	6

TABLE 4.3 – List des simulations (cfc : structure cubique face centrée)

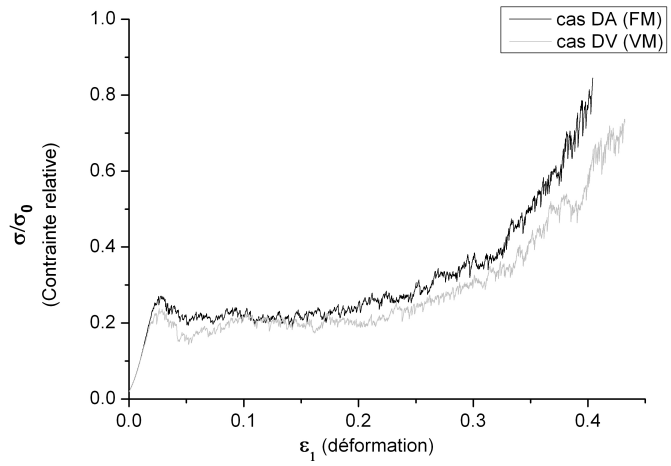

FIGURE 4.17 – Contrainte σ_1 en fonction de la déformation ε_1, comparaison des critères VM et FM.

4.3.2 Effet de la densité initiale

Si la densité initiale des assemblées de grain est définie sans ambiguité, la non-conservation du volume rend difficile sa définition après les premiers évènements de rupture. En effet,

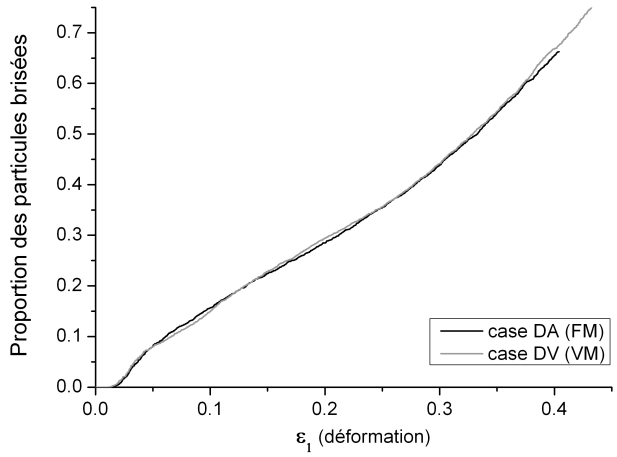

FIGURE 4.18 – Proportion des particules brisées en fonction de la déformation ε_1, comparaison des critères VM et FM.

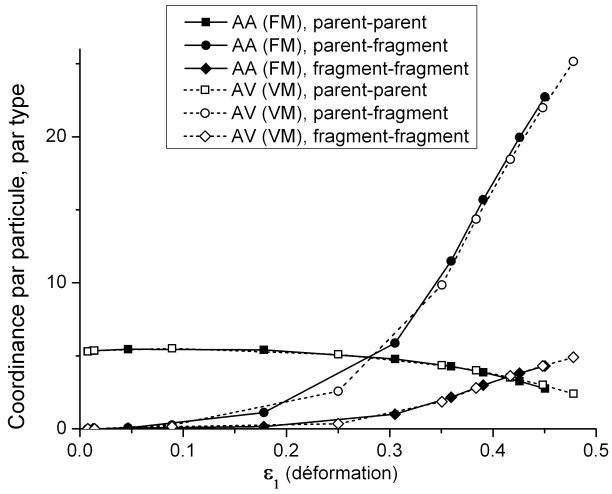

FIGURE 4.19 – coordinence en fonction de ε_1, par type de contacts, comparaison des critères VM et FM.

la perte de volume à chaque rupture entraine une diminution artificielle de la densité. Pour tenir compte de ce problème, nous définissons une densité "corrigée" ρ^* :

$$\rho^* = \frac{V_{g,0}}{V} \tag{4.13}$$

$V_{g,0}$ est le volume des grains initial, c'est à dire avant les pertes de volume, et V est le volume de la boite. Cette densité corrigée présente l'avantage de ne pas être affectée directement par les évènements de rupture. Toutefois, du fait des pertes de volume, elle

prend des valeurs iréalistes, très élevées (parfois même supérieures à 1).
Les Figures 4.20 à 4.23 représentent l'évolution de l'état du système en fonction de cette densité corrigée ρ^* : contrainte principale, proportion de particules brisées, proportion des efforts portés par type de contact, coordinence. On constate que le comportement des deux systèmes varie essentiellement dans les phases initiales du chargement. Dans le cas d'une structure initiale dense, la phase initiale, sans rupture, est remarquablement plus longue, et dure jusqu'à une valeur de la contrainte sensiblement supérieure, du fait d'une structure des contacts plus interconnectée et plus robuste. Toujours dans ce cas dense, la première rupture peut être suivie par une baisse brutale de la contrainte (comme sur la Figure 4.20), lorsque la contrainte importante atteinte avant la première rupture ne peut plus être soutenue par la structure désormais fragilisée. Il en résulte une cascade parfois très longue, entrainant la rupture de jusqu'à 25 % de l'ensemble des grains présents dans le système, avant que cette valeur maximale soit de nouveau atteinte. Cette cascade initiale explique que les particules soient brisées plus rapidement (en termes de déformation), comme on peut l'observer sur la Figure 4.21. Le déclenchement des premières ruptures s'effectue de manière beaucoup moins brutale dans le cas lâche.
Les différences entre les deux systèmes semblent ensuite totalement disparaitre passé ces premiers évènements de rupture, y compris au niveau de l'organisation du réseau de contacts (Figures 4.22 à 4.23). Du fait de l'importante réorganisation du système suite aux évènements de rupture, l'information de l'état initial de l'assemblée disparait. On retrouve la notion "d'état critique", bien connue en mécanique des sols ou des matériaux granulaires en général : des configurations de départ très différentes tendent toutes vers le même état critique une fois qu'un régime d'écoulement s'est instauré. Cet "état critique de rupture" n'est toutefois pas un état stationnaire, au sens ou le système continue évidemment d'évoluer avec la compaction. Cet état critique de rupture s'instaure toujours pour une proportion de particules brisées en 15 et 20 %, dans toutes les configurations explorées (Figure 4.21).

La Figure 4.24 reprend les données de la Figure 4.20, mais en fonction de la densité réelle ρ, cette fois. On voit que l'instauration d'un régime critique de rupture s'observe aussi en fonction de cette variable. Il est en général instauré pour $\rho > 0.66$. On notera les artefacts dus à la perte de volume lors des évènements de rupture : la densité peut même se mettre à diminuer au cours de la compression, notamment lors des évènements de cascade. On constate aussi l'existence d'une densité réelle limite atteinte dans tous les systèmes, pour $\rho = 0.70 - 0.72$. Ce résultat correspond aux densités maximales observées par [Roux 2007] pour des assemblées bidisperses de grains non cassants, de rapport de taille $1/3$, soit une configuration proche de celle de nos simulations.
En termes de déformation, cette convergence vers un état critique de rupture depuis des densités initiales différentes se manifeste logiquement par une moins grande déformabilité des systèmes denses, comme on peut le constater Figure 4.25 : l'augmentation de la contrainte en fonction de la déformation est plus rapide dans le cas dense que dans le cas lâche.

La situation illustrée par la Figure 4.26 constitue un cas extrême d'assemblage dense :

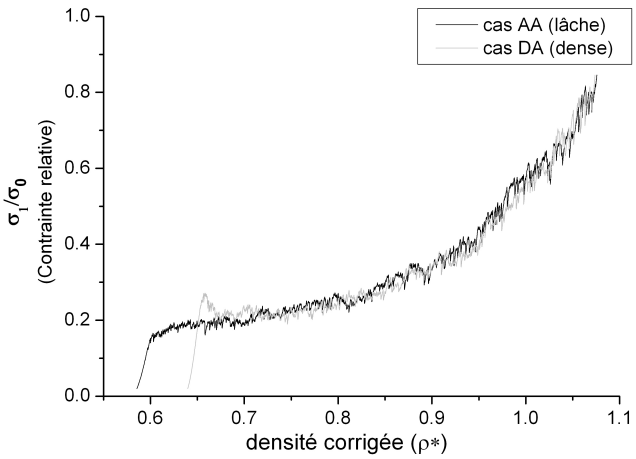

FIGURE 4.20 – σ_1 en fonction de la densité corrigée ρ^*, structure initiale dense et lâche

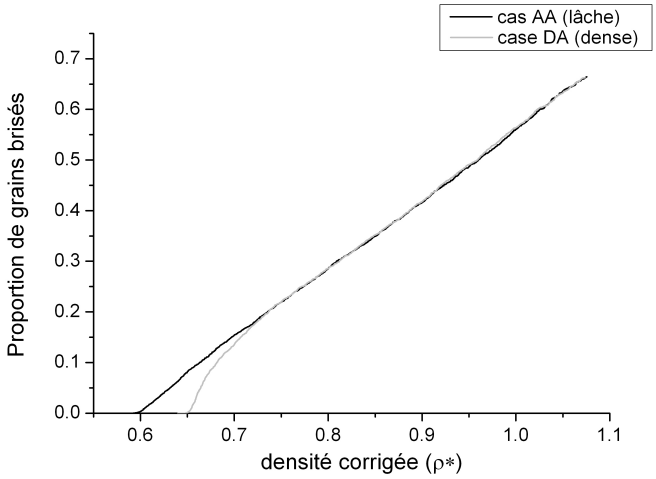

FIGURE 4.21 – Proportion de particules brisées en fonction de ρ^*, structure initiale dense et lâche

une structure cristalline dense (cubique faces centrées). La contrainte σ_1 atteint des valeurs extrêmement importantes, avant qu'une cascade catastrophique ne se déclenche, qui aboutit éventuellement à un effondrement total de la structure (la contrainte tombe à 0 pendant une certaine durée). Le comportement est alors entièrement déterminé par les propriétés fragiles des grains, et en particulier la dispersion des résistances. Le grain le plus faible de l'ensemble cassera en premier, suivi de ses voisins, propageant le dommage à partir de ce point faible initial. Dans un système aussi bien connecté, dépourvu de tout désordre granulaire, le système se comporte alors en fait essentiellement comme un solide continu et fragile. Dans ces structures très organisées,

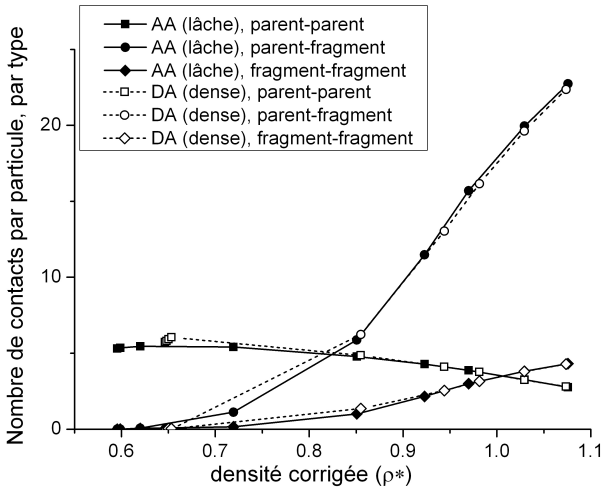

FIGURE 4.22 – Proportion de la contrainte par type de contact en fonction de ρ^*, strucuture initiale dense et lâche

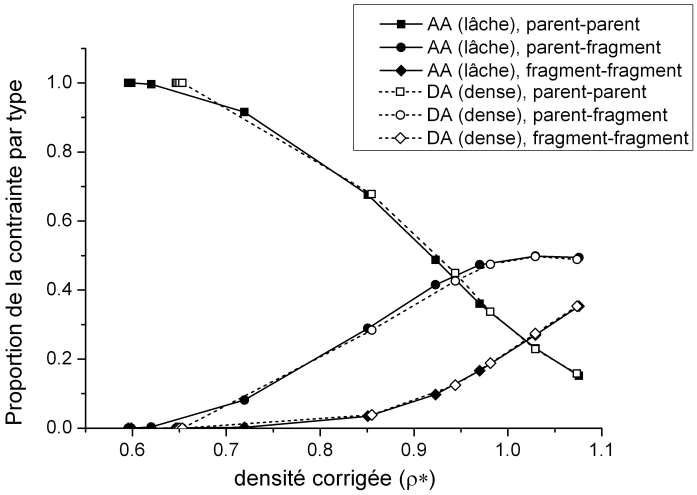

FIGURE 4.23 – Nombre de contacts par type, en fonction de ρ^*, structure initiale dense et lâche

il est aussi plus difficile de faire disparaitre toute trace de l'organisation initiale du système.

La densité n'est pas la seule propriété de l'assemblage initial à disparaitre avec les premiers évènements de rupture. Les configurations D et D' sont toutes deux de densités quasiment identiques, mais les configurations D présentent une coordinence plus importante (voir Table 4.2). La Figure 4.27 représente le nombre total de contacts dans les deux systèmes, dans la première étape du processus de broyage. La différence entre les cas D et D' s'estompe dès que la cascade initiale due aux premiers évènements de rupture s'enclenche

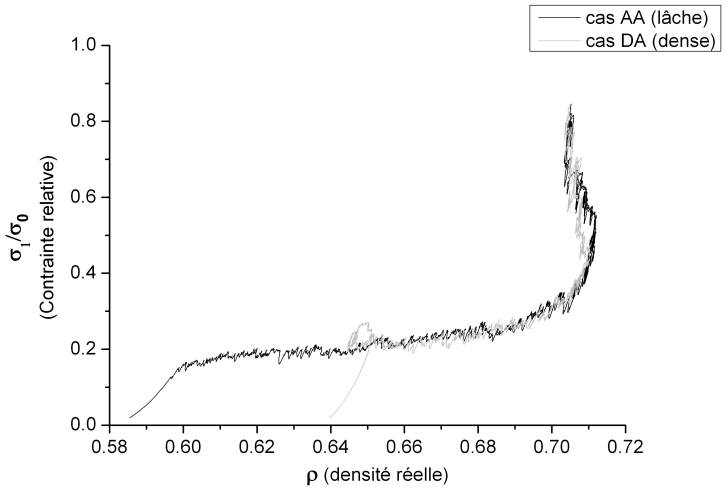

FIGURE 4.24 – σ_1 en fonction de la densité réelle ρ, structure initiale dense et lâche

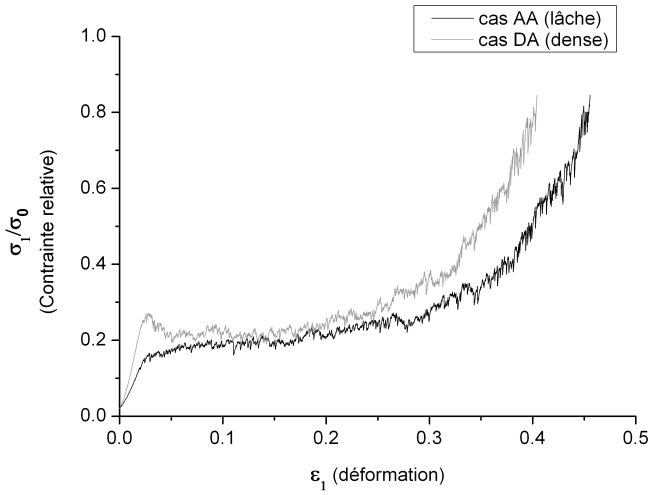

FIGURE 4.25 – σ_1 en fonction de ε_1, structure initiale dense et lâche

(comparer les valeurs de la déformation avec la Figure 4.25).

4.3.3 Effet de la déformation caractéristique à la rupture

Le paramètre κ_S a été introduit en 4.2.1.2 (voir les Equations 4.8 et 4.9), afin de caractériser la déflexion relative des contacts par rapport au diamètre des grains, au moment de la rupture. Trois classes de comportements sont étudiées : *raide-fragile* (grand κ_S, faible déflexion des contacts), *intermédiaire*, *souple-résistant* (petit κ_S, déflexion importante), avec une variation d'un facteur 15-20 (voir Table 4.1) de raide-fragile à souple-résistant.

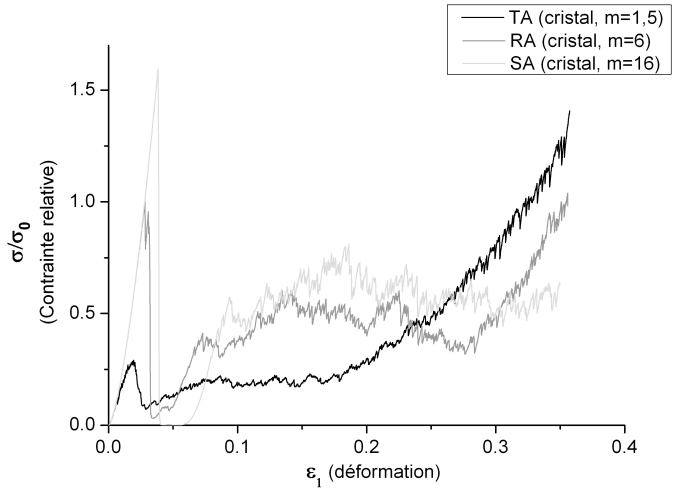

FIGURE 4.26 – Contrainte σ_1 en fonction de la déformation ε_1, structure cristalline dense, valeur de m variable.

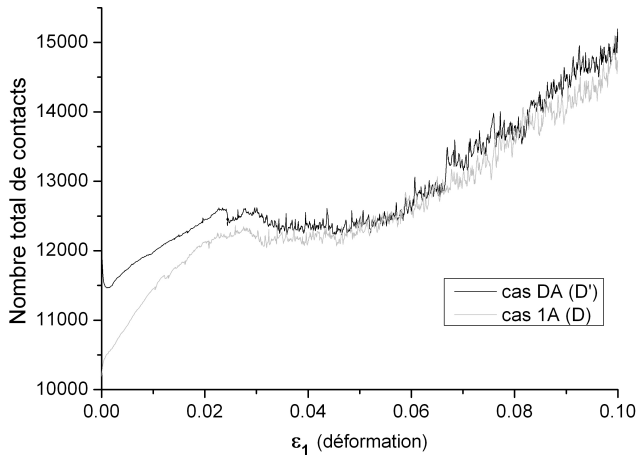

FIGURE 4.27 – Nombre total de contacts, pour des structures initiales D et D'

A noter qu'aucune de ces valeurs ne correspond au cas limite rigide-fragile, même si dans le cas raide-fragile on se trouve tout près du seuil défini en 4.2.1.2. Tous les résultats présentés dans les chapitres précédents (y compris l'exemple-type de la Figure 4.5) correspondent au cas souple-résistant.

En ce qui concerne le broyage de particules minérales, les différents matériaux sont surtout susceptibles de varier de par leur résistance (plus que de par leur rigidité), mais cette distinction basée sur les valeurs de κ_S peut à priori s'appliquer à tout type de matériau purement fragile. Les paramètres du modèle n'ont pas été adaptés à un matériau précis,

mais le cas souple-résistant pourrait correspondre à un matériau très résistant comme des billes de verre, tandis que le cas rigide-fragile correspondrait mieux à des particules très fragiles comme des agrégats de particules ou des roches de faible résistance. Le clinker de ciment pourrait correspondre au jeu de propriétés intermédiaire.

L'effet de κ_S sur la courbe contrainte déformation est illustré par la Figure 4.28. Dans le cas raide-fragile, les systèmes sont légèrement moins résistants que dans le cas souple-résistant (relativement à la résistance caractéristique des particules). C'est une conséquence directe de la moindre dispersion des critères de rupture aux contraintes les plus importantes, du fait du recrutement de nouveaux contacts qui diminue le désordre granulaire (voir Figure 4.4). L'intensité relative des instabilités suivant chaque évènement de rupture est elle aussi intéressante. L'aspect bruité des courbes n'est pas, on le rappelle, un artefact numérique mais est l'illustration directe de la déstabilisation de la structure après un évènement de rupture. Dans le cas des systèmes raide-fragile, la chute de contrainte après chaque rupture est proportionnellement beaucoup plus intense, pouvant même conduire à l'effondrement total de la structure de 4000 grains ($\sigma_1 = 0$). La Figure 4.29 est un détail de la Figure 4.28 dans le cas raide-fragile, permettant de mieux percevoir ces instabilités.

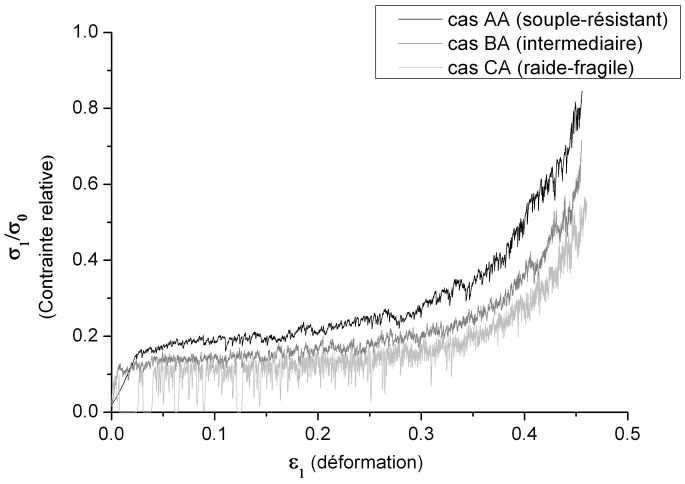

FIGURE 4.28 – Contrainte σ_1 en fonction de la déformation ε_1, dans les cas raide-fragile, intermédiaire et souple-résistant

Le paramètre κ_S a un impact direct sur la stabilité de la structure granulaire et sa réorganisation après un évènement de rupture. Plus précisément, vu que le système se déforme plus avant rupture dans le cas souple-résistant, il s'adapte plus facilement aux perturbations entrainées par la rupture d'un grain, et donc les réorganisations (et donc la chute de pression), sont moins intenses. Un autre facteur clé est la plus grande coordinence des systèmes souples-résistant au moment de la rupture. Par exemple, pour une géométrie de départ donnée (L), avec le critère FM, le nombre de contact par particules au moment

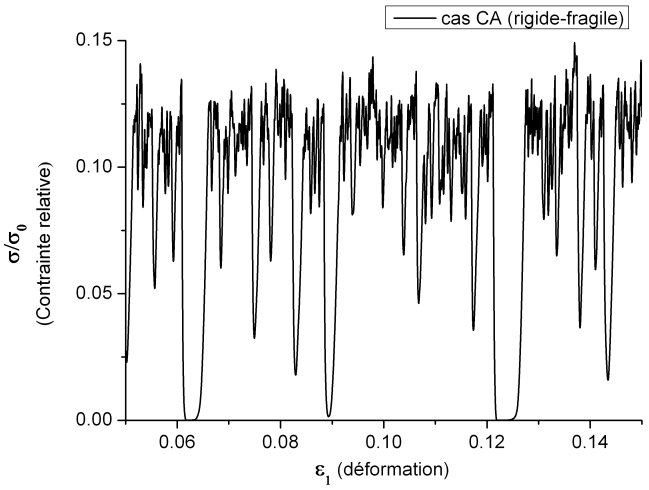

FIGURE 4.29 – Detail de la contrainte σ_1 en fonction de la déformation ε_1, cas raide-fragile

de la première rupture est de 5.23 avec des grains souples-résistants, et de 4.47 avec des grains raides-fragiles (5.83 contre 4.30 dans le cas D'). Des systèmes avec un réseau de contacts mieux connecté sont moins susceptibles de s'effondrer du fait d'un évènement de rupture. Cet effet a une importance capitale du point de vue énergétique, puisque cette réorganisation des grains est susceptible d'entrainer des dissipations importantes.
Au contraire, des propriétés comme la proportion de grains brisés (Figure 4.30) ou la proportion des efforts par type de contact sont remarquablement peu affectées par la valeur de κ_S. La seule différence visible est due à la déformation élastique des contacts, qui provoque le déclenchement des ruptures pour des valeurs de la déformation légèrement plus importantes dans le cas souple-résistant. C'et une confirmation du résultat présenté en 4.3.2 : ce type de propriétés semble essentiellement déterminé par les caractéristiques géométriques de la structure, et non par les propriétés des grains individuels.

4.3.4 Effet de la dispersion des propriétés des particules

La dispersion des propriétés à la rupture des grains est gouvernée par le paramètre m dans les équations 4.6-4.7, l'étalement de la distribution diminuant lorsque m augmente. Pour cette étude numérique, 4 valeurs de m ont été retenue : $m = 1.5, 3, 6, 16$. Des simulations ont aussi été réalisées avec des grains de propriétés identiques, un cas limite qui correspondrait à $m = \infty$. Tous les résultats présentés jusqu'à maintenant ont été obtenus pour la valeur standard $m = 6$. Le cas $m = 16$ correspondrait à la rupture d'un matériau aux caractéristiques très homogènes, comme des billes de verre bien calibrées. Le cas $m = 1.5$ représente au contraire un matériau extrêmement inhomogène, comme un échantillon de sol. Les cas intermédiaires $m = 3$ et 6 (la valeur standard) seraient plus représentatif du cas du clinker. On rappelle les estimations du paramètres m pour le clinker (en 3.2.2) : entre 2.8 et 4 selon [Tavares 2006], 3.8 selon [Dronsart 1997].

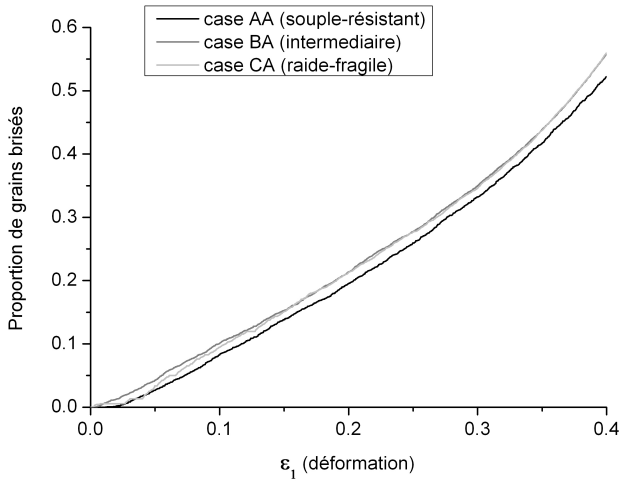

FIGURE 4.30 – Proportion de particules brisées en fonction de la déformation ε_1, cas raide-fragile, intermédiaire et souple-résistant

D'une manière générale, une plus grande dispersion du critère de rupture entraine une rupture plus progressive des grains au cours du chargement. Cela a deux effets visible sur les Figures 4.31 et 4.32.

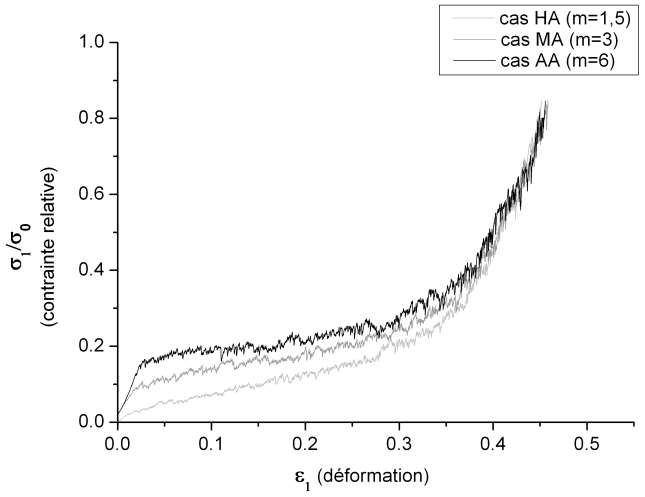

FIGURE 4.31 – Contrainte σ_1 en fonction de la déformation ε_1, m=1.5 à 6 (dispersions élevées)

Lorsque les résistances sont plus dispersées, les premiers évènements de rupture interviendront pour des valeurs plus faibles de la contrainte. Pour les dispersions les plus importantes ($m = 1.5$), les grains les plus faibles se brisent dès les premiers instants du

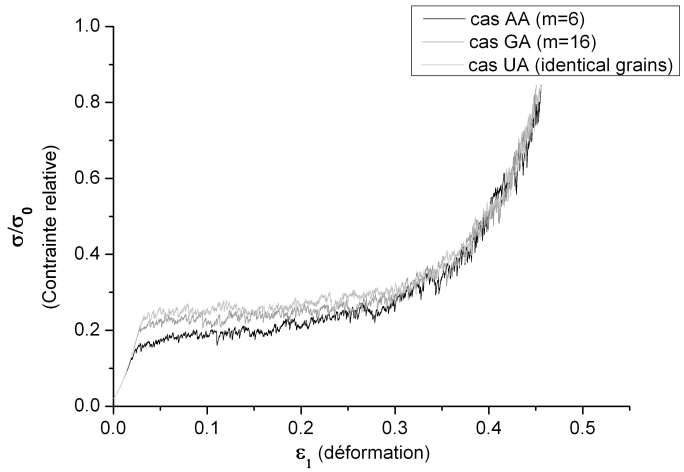

FIGURE 4.32 – Contrainte σ_1 en fonction de la déformation ε_1, m=6 à 16 (dispersions faibles)

chargement. Au contraire, une faible dispersion favorise l'instauration d'une contrainte importante avant la rupture des premiers grains, ce qui dans le cas dense peut conduire à exacerber de manière spectaculaire la cascade de rupture engendrée par les premières ruptures, comme illustré par la Figure 4.33. Au cours de la phase suivante, une plus grande dispersion continue de favoriser une rupture plus progressive des grains : au lieu du plateau observé pour une faible dispersion, on assiste à une augmentation progressive de la contrainte au fur et à mesure que la structure se consolide par élimination des grains les plus faibles. Cette élimination des grains en fonction de leur résistance a clairement un effet sur la statistique de la résistance des grains survivants, qui augmente en moyenne au fur et à mesure que le broyage progresse (Figure 4.34). Pour les valeurs les plus importantes de la dispersion, cet effet de "sélection naturelle" modifie notablement les propriétés moyennes des grains survivants.

On s'intéresse maintenant à l'ordre dans lequel les grains cassent. On assigne à chaque grain un rang n correspondant à sa résistance ($n = 1$ pour le grain le moins résistant de la simulation, $n = N$ pour le plus résistant), et un rang n' correspondant au moment de sa rupture ($n' = 1$ pour le premier grain à casser, $n' = 2$ pour le second...). On définit ensuite la statistique $\Delta_{rank}(n')$ au moyen de l'expression 4.14 :

$$\Delta_{rank}(n') = \frac{|n' - n|}{\langle |n' - n| \rangle_{n'}} \tag{4.14}$$

$\Delta_{rank}(n')$ est une évaluation du caractère "prédictible" de la rupture des grains au regard de leur résistance. $\Delta_{rank}(n') = 0$ signifie que la particule a été brisée parfaitement à son tour dans la hiérarchie des résistances, alors qu'une rupture des grains aléatoire indépendamment de leur résistance conduirait en moyenne à $\Delta_{rank}(n') = 1$. En d'autres termes, une valeur faible de $\Delta_{rank}(n')$ veut dire que la rupture des grains est principalement

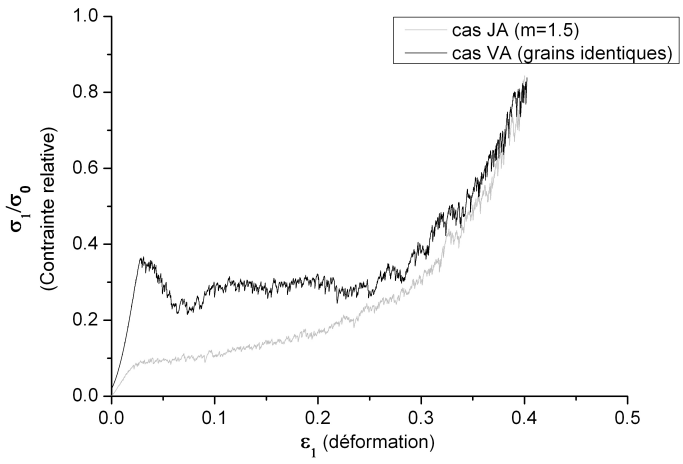

FIGURE 4.33 – σ_1 en fonction de ε_1, effet du paramètre m sur la cascade initiale (cas dense)

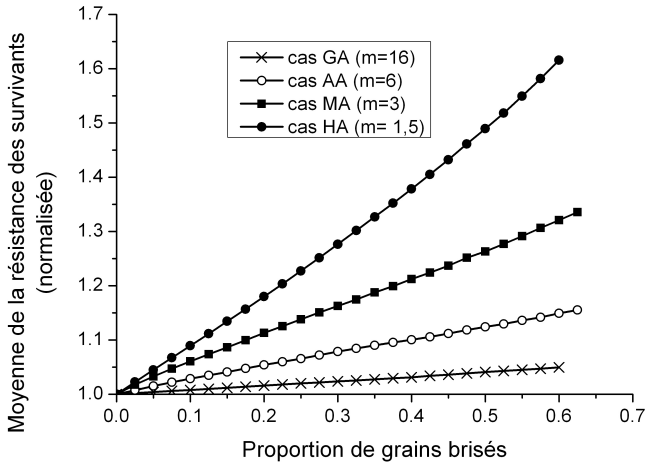

FIGURE 4.34 – Evolution de la résistance moyenne des survivants au cours du broyage

pilotée par la valeur de leur résistance, tandis qu'une valeur plus proche de 1 indique que c'est le désordre de la structure granulaire qui joue un rôle dominant. On représente Figure 4.35 l'évolution de $\Delta_{rank}(n')$ au cours de l'essai, pour différentes valeurs de m. Les valeurs sont moyennées sur 200 évènements afin d'isoler du bruit les tendances de l'évolution de la donnée.

Deux tendances majeures apparaissent dans les résultats. Tout d'abord, une plus forte dispersion est caractérisée par une plus faible valeur de $\Delta_{rank}(n')$: le grand étalement de la distribution de résistance domine le désordre granulaire, et les grains ont tendance à se

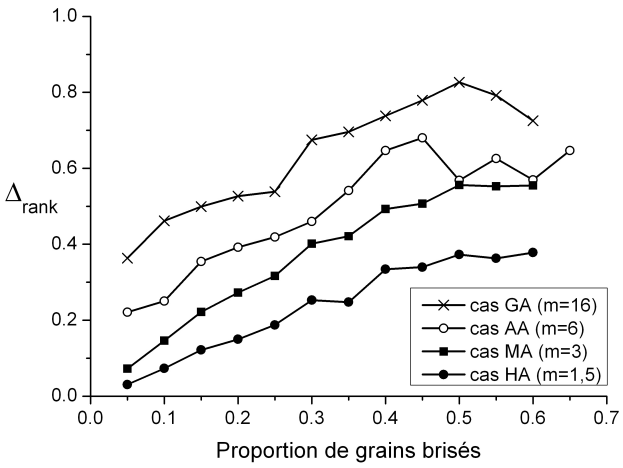

FIGURE 4.35 – Evolution de $\Delta_{rank}(n')$ au cours de l'essai, pour différentes valeurs de m

rompre dans l'ordre, les plus faibles en premier. Ensuite, $\Delta_{rank}(n')$ a tendance à augmenter au fur et à mesure que les grains sont brisés, et ce quelque soit la valeur de m. Cela s'explique par la forme de la distribution de Weibull, et par la présence d'une queue de distribution pour les valeurs les plus faibles (Figure 3.6).

Au début de l'essai, les particules qui vont se briser sont les particules très faibles, et elles présentent des propriétés sensiblement différentes les unes des autres, d'où une faible valeur de $\Delta_{rank}(n')$. Au fur et à mesure qu'elles disparaissent, la rupture commence à affecter les particules de résistances moyennes, dont les propriétés sont beaucoup moins dispersées ce qui conduit à des valeurs de $\Delta_{rank}(n')$ plus proches de 1, caractéristiques d'une configuration pilotée par le désordre granulaire : les grains brisés sont ceux soumis à des efforts importants, indépendamment de leur résistance.

L'effet de la dispersion des propriétés est sensible pour toutes les valeurs de m (Figure 4.32), mai l'approximation de grains identiques peut encore faire sens jusque pour des valeurs de m aussi basse que 6. Ou si l'on fait le choix d'interpréter le résultat en terme de compétition entre "désordre granulaire" et de "désordre de propriétés des particules", le désordre granulaire semble dominer pour $m \geq 6$. Pour des valeurs de m plus basses, les propriétés individuelles des grains tendent à prendre le dessus, et affectent notablement le comportement du matériau en entrainant la rupture prématurée des particules les plus faibles.

Au vu des valeurs affichées dans la littérature (m entre 2.8 et 4), le clinker devrait donc se trouver à la charnière entre ces deux tendances, interdisant de négliger la dispersion des propriétés aussi bien que l'impact de l'hétérogénéité des contraintes. De plus, ce résultat ne saurait être généralisé au delà d'un cas monodisperse, une distribution de la taille des particules étant susceptible d'avoir un impact majeur tant sur la distribution des propriétés des particules (voir 3.2.2) que sur l'hétérogénéité de la répartition des contraintes.

4.3.5 Bilan de l'étude paramétrique

L'examen du comportement de notre matériau modèle en fonction des paramètres d'étude nous amène aux conclusions suivantes :

- Le choix du critère de rupture entre VM et FM n'a qu'une importance relativement faible, et est essentiellement le fait d'une dispersion supérieure du critère VM. De fait, le modèle semble relativement peu influencé par le choix du critère de rupture.
- La densité de l'assemblée de départ a un effet important dans les premiers instants de la simulation. Un empilment dense favorisera un déclenchement tardif, mais plus brusque, des premiers évènement de rupture. A delà de 15-20 % de particules brisées, on atteint un régime critique : l'information de l'organisation initiale de l'assemblée de grains a totalement disparu, probablement du fait de l'importante réorganisation du système après les différents évèneemnts de rupture.
- Le paramètre κ_S a une influence capitale sur la stabilité de la structure après un évènement de rupture, avec une plus grande capacité des systèmes souple-résistants, plus déformables, à accommoder la perturbation provoquée par la rupture d'un grain, qui se manifeste par une chute de contrainte relative après rupture plus faible.
- L'effet de la dispersion de la distribution des résistances des grains se fait principalement sentir lors des premiers évènements de rupture, où se sont effectivement les grains les plus faibles qui sont brisés en premier. Mais le désordre granulaire semble jouer un rôle prépondérant par rapport au désordre dans les propriétés des particules durant la majeure partie du processus de broyage, sauf en ce qui concerne les distributions les plus dispersées parmi celles étudiées (m = 3,m = 1.5).
- Certaines propriétés semblent essentiellement gouvernées par la géométrie du système (densité, structure initiale avant l'instauration du régime critique) : proportion de grains cassés en fonction de la déformation, proportion des contraintes transmises par type de contact ainsi que leur nombre. Pour ces propriétés, les propriétés des particules et en particulier leur résistance ne font que gouverner la contrainte nécessaire pour atteindre un certain état de déformation ou de densité.

4.4 Dynamique des grains après une rupture, effets énergétiques

Cette partie est axée sur l'étude de la dynamique du système après un évènement de rupture : comment la structure de l'échantillon est modifiée, comment l'énergie est transformée et dissipée au cours de la réorganisation.

4.4.1 Procédure pour la rupture d'un grain unique et suivi des échanges énergétiques

Afin de mieux étudier la perturbation générée par les évènements de rupture, nous définissons une nouvelle procédure de chargement "grain unique", ou procédure 3, qui nous

permet d'isoler chaque évènement de rupture. Nous récapitulons les différentes procédures de chargement dans la Table 4.4.
On peut résumer la procédure 3 de la manière suivante :

- Le taux de déformation est fixé à sa valeur maximale, jusqu'à ce qu'un évènement de rupture se produise.
- La contrainte au moment de la rupture, σ_1^*, est enregistrée, et fixée comme contrainte cible pour l'échantillon. Aucune nouvelle rupture n'est autorisée à ce stade.
- Une fois la contrainte cible σ_1^* équilibrée, on sauvegarde la configuration.
- Come la rupture des grains n'étaient pas autorisée au cours de l'étape précédente, deux cas de figure peuvent se présenter. Si aucun grain n'a atteint son seuil de rupture dans la configuration équilibrée, on reprend la procédure de chargement jusqu'à une nouvelle rupture. Sinon, le grain dont le rapport contrainte subie/résistance est le plus élevé est sélectionné pour la rupture, tandis que les autres grains ne sont toujours pas autorisé à se rompre.

Cette procédure permet d'isoler chaque évènement de rupture, permettant ainsi d'analyser la perturbation générée par une rupture sans que les signaux ne se mélangent, en particulier du fait des ruptures en cascade. Elle permet aussi de générer des configurations stabilisées ne différant que par un unique grain brisé.

Procedure	Equilibre des configurations	Description
1 (Standard)	Pour des valeurs définies de σ_1	4.2.1.4
2 (Cascade)	Après chaque cascade de rupture	4.2.3
3 (grain isolé)	Après chaque évènement de rupture	4.4.1

TABLE 4.4 – Les trois différentes procédures de chargement utilisées dans cett étude, variant de par le choix des états intermédiaires stabilisés.

Enfin, cette procédure est particulièrement adaptée à l'étude des transformations énergétiques à l'œuvre dans le système, nous permettant de suivre l'évolution de l'énergie élastique E_{elas} et de l'énergie cinétique E_{kin}, ainsi que le travail des forces extérieures ΔW_{ext} et la dissipation ΔW_{dis} à chaque pas de temps. La conservation de l'énergie impose de respecter (4.15 :

$$\Delta E_{\text{elas}} + \Delta E_{\text{kin}} = \Delta W_{\text{ext}} - \Delta W_{\text{dis}} \tag{4.15}$$

Où ΔE_{elas} et ΔE_{kin} sont les incréments d'énergie élastique et cinétique sur le pas de temps. Nous définissons aussi une notion d'efficacité énergétique de la rupture du grain, inspiré de [Nguyen 2009]. Au moment de la rupture, l'énergie élastique stockée dans les contacts de la particule, E_{break}, disparait instantanément. Mais le mouvement des particules et leur réorganisation va aussi provoquer la libération d'une quantité importante d'énergie élastique, dont une bonne part sera dissipée. Nous définissons donc l'efficacité énergétique eff au moyen de la relation 4.16 :

$$\text{eff} = \frac{\Delta E_{\text{elas}}(t = 0^+)}{\int_0^\infty \Delta W_{\text{dis}}(t)\text{dt}} = \frac{E_{\text{break}}}{\Delta W_{\text{dis}}^{\text{tot}}}\text{, with } t = 0 \text{ at breakage} \tag{4.16}$$

Dans 4.16, le dénominateur est simplement la dissipation cumulée mesurée au cours de la réorganisation. Une proportion écrasante de la dissipation a lieu immédiatement après l'évènement de rupture : il n'y a donc pas d'ambigüité sur sa définition, à partir du moment où le temps d'intégration est chois suffisamment long. eff représente donc le rapport entre l'énergie consommée lorsque le grain est brisé individuellement (dans le champ de contrainte auquel il est soumis), et de l'énergie dissipée du fait des réorganisations succédant à la rupture. Nous pensons que cette définition correspond au mieux à la notion "d'énergie élastique libérée" développée par [**?**], qui définit une part de l'énergie élastique emmagasinée non dissipée directement dans la rupture, mais libérée puis dissipée dans le système à la suite de la création de nouveaux degrés de liberté suite à celle-ci.

4.4.2 Perturbation de l'assemblée de grain par un évènement de rupture unique

Nous comparons maintenant des configurations successives obtenues au moyen de la procédure 3 (grains uniques), qui ne diffèrent donc que par un unique grain brisé. Sauf précisé explicitement, tous les exemples sont issus d'un cas L, dans le cas souple résistant, avec $m = 6$ et l critère de rupture FM. La Figure 4.36 représente le déplacement vertical (direction de la contrainte principale) de chaque grain, en fonction de leur coordonnée verticale. Les points se répartissent pour la plupart le long d'une ligne droite, suggérant que la déformation se répartit de manière homogène dans l'échantillon, alors que l'on aurait pu s'attendre par exemple à une localisation privilégiée de celle-ci au niveau de l'évènement de rupture.

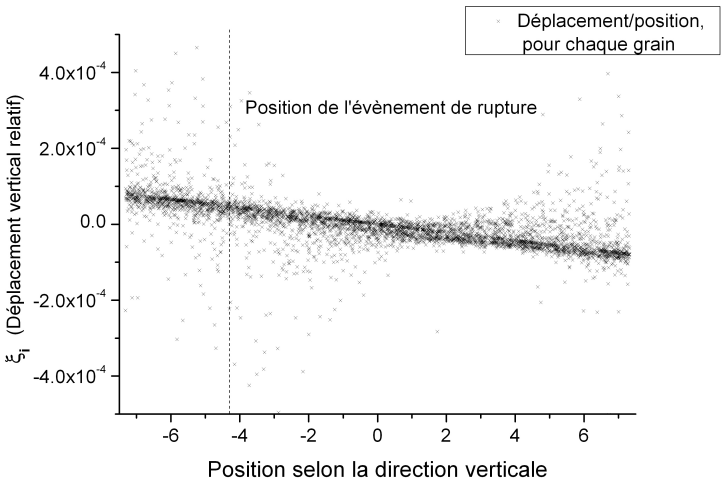

FIGURE 4.36 – Déplacement des grains dans la direction de chargement, en fonction de leur position selon cette direction

La relation 4.17 définit le déplacement non-affine du grain i, ξ_i^p, à partir de son déplacement total ξ_i :

$$\xi_i^p = \xi_i - E_{33} x_{3,i} \tag{4.17}$$

Où E_{33} est la déformation moyenne dans la direction verticale, et $x_{3,i}$ la coordonnée verticale du grain i. Nous classons ensuite les grains en fonction de la norme de ce déplacement non-affine, et représentons Figure 4.37 (cas souple-résistant) et 4.38 (cas raide-fragile) les grains avec les valeurs les plus importantes. Les grains noirs représentent 25% de la somme totale des normes des déplacements non-affine, 50% si on rajoute les grains gris sombres, et 75% en incluant les grains gris clairs. Le graphique est centré sur l'évènement de rupture, et les diamètres des grains sont divisés par 3 afin de faciliter la visualisation.

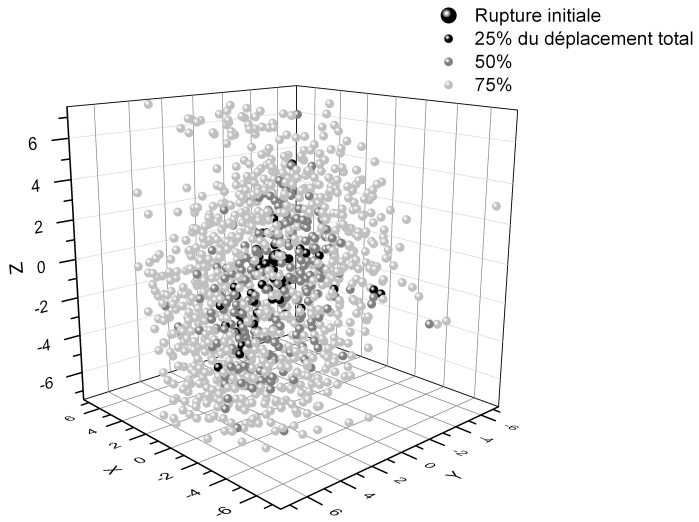

FIGURE 4.37 – Grains présentant le déplacement non-affine le plus important, cas souple-résistant

Dans le cas souple-résistant, illustré par la Figure 4.37, l'essentiel de la perturbation se concentre au voisinage du grain brisé, où les grains présentant le plus grand déplacement non affine forme un agrégat de forme irrégulière. Dans le cas d'un système raide-fragile (Figure 4.38, le déplacement non-affine se répartit sur une zone plus large, conformément aux observations faites en 4.3.3, où l'on dénotait des instabilités plus conséquentes dans les systèmes raide-fragiles suite à la rupture des grains.
Enfin il convient de noter qu'une étude sur la direction de ce déplacement non-affine n'a pas permis de distinguer une direction privilégiée, que ce soit par rapport à la direction de la déformation principale, ou par rapport à l'axe reliant le grain considéré à l'évènement de rupture. Ce déplacement non-affine prend donc une direction semble-t-il essentiellement aléatoire.

D'une manière semblable, on peut aussi caractériser la structure spatiale de la perturbation

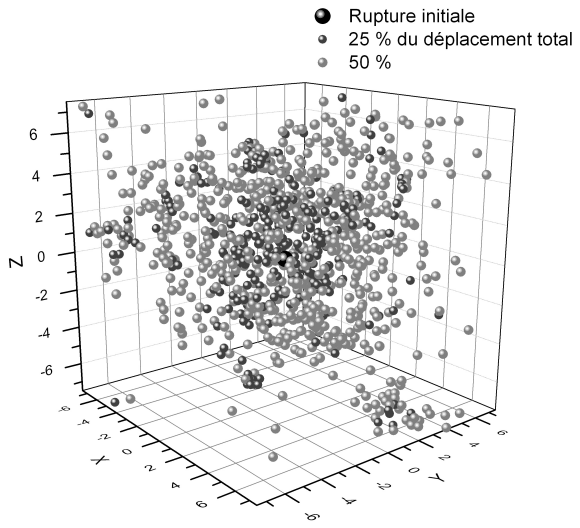

FIGURE 4.38 – Grains présentant le déplacement non-affine le plus important, cas raide-fragile

en termes d'augmentation de la contrainte. La Figure 4.39 montre quels grains ont été soumis à la plus importante augmentation de contrainte (plus précisément la norme de Von Mises de la contrainte moyenne, définie par 4.5), dans un cas souple-résistant. Le code couleur est le même que pour le déplacement non-affine.
Les grains les plus proches de l'évènement de rupture sont effectivement les plus susceptibles de voir la contrainte subie augmenter. Cependant, la localisation est beaucoup moins évidente que dans le cas du déplacement. L'équilibre des forces implique la transmission des contraintes dans la structure le long de longues chaines de force, expliquant que la perturbation en termes de contraintes soit « transportée » loin de l'évènement de rupture. Comme c'est cette augmentation de la contrainte après un évènement de rupture qui est responsable des phénomènes de rupture en cascade, ce défaut de localisation de l'augmentation de la contrainte explique sans doute l'absence de localisation relevé en 4.2.3 au niveau de la cascade.

4.4.3 Echanges énergétiques après un évènement de rupture unique

Dans cette section, nous présentons des évolutions caractéristiques des différentes énergies au cours du temps après un évènement de rupture. Tous les exemples sont issus de systèmes L, dans le cas souple-résistant, avec $m = 6$ et le critère FM. Les Figures 4.40 et 4.41 représentent respectivement l'évolution au cours du temps de l'énergie élastique et de l'énergie cinétique dans le système, après qu'un grain se soit brisé à l'instant $t = 0$. Les énergies sont adimensionalisées par division par E_0, la valeur de l'énergie élastique juste avant la rupture. Les temps sont adimensionalisés par division par t_0, un temps caractéristique défini par 4.18 :

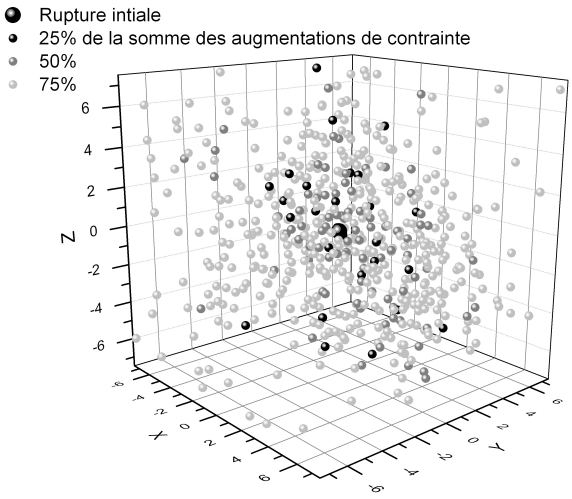

FIGURE 4.39 – Position des grains présentant la plus forte augmentation de contrainte, cas souple-résistant

$$t_0 = \sqrt{\frac{m}{K_N^0}} \tag{4.18}$$

où K_N^0 est la valeur de la constante élastique K_N, pour un contact transmettant l'effort F_0 dans le cas FM, ou $\sigma_0 d^2$ dans le cas VM. La valeur de t_0, pour des billes de verre de diamètre $d = 1$ mm, dans la gamme de contraintes considérées ici, est typiquement de l'ordre de 10^{-7} s. t_0 est aussi proportionnel à la période d'oscillation non amortie du système masse-ressort formé par les deux grains en contact, et est utilisé ici ([**?**]) pour définir le pas de temps de la simulation numérique (typiquement $t_0/50$, afin de reproduire précisément la dynamique du contact).

L'énergie élastique (Figure 4.40) présente des oscillations amorties autour d'une valeur d'équilibre finale, le plus souvent, mais pas toujours, plus élevée que la valeur avant rupture. L'énergie cinétique (Figure 4.41) présente un pic très prononcé juste après la rupture, qui est rapidement dissipé ou absorbé. On observe aussi des oscillations durant l'équilibrage de la contrainte, mais de plusieurs ordres de grandeur inférieures aux valeurs atteintes lors du pic.
Nous nous focalisons maintenant sur une échelle de temps plus courte, juste après la rupture du grain. Les Figures 4.42, 4.43, 4.44 représentent respectivement l'énergie élastique, l'énergie cinétique et la dissipation (par t_0) en fonction du temps. L'énergie élastique chute immédiatement en dessous de E_0 du fait de la disparition des contacts de la particule brisée. On rappelle que c'est cette différence notée E_{break} qui intervient dans le calcul de l'efficacité énergétique eff. L'énergie élastique continue de décroitre du fait de l'ouverture d'autres contacts suite à la désorganisation engendrée par la rupture, atteint

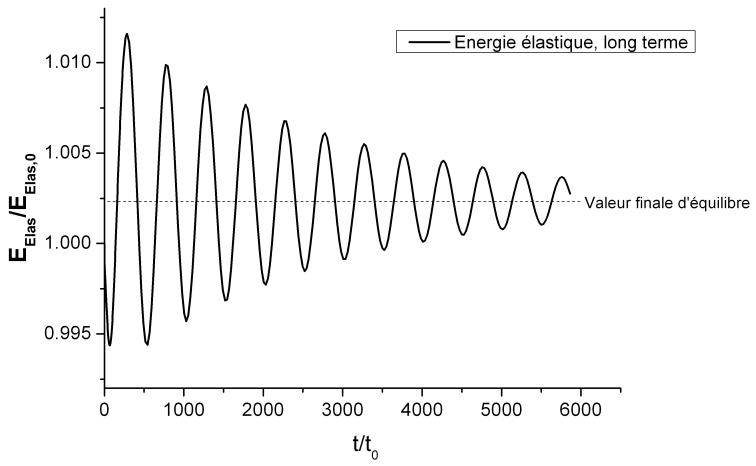

FIGURE 4.40 – Evolution de l'énergie élastique après un évènement de rupture en $t = 0$ (long terme)

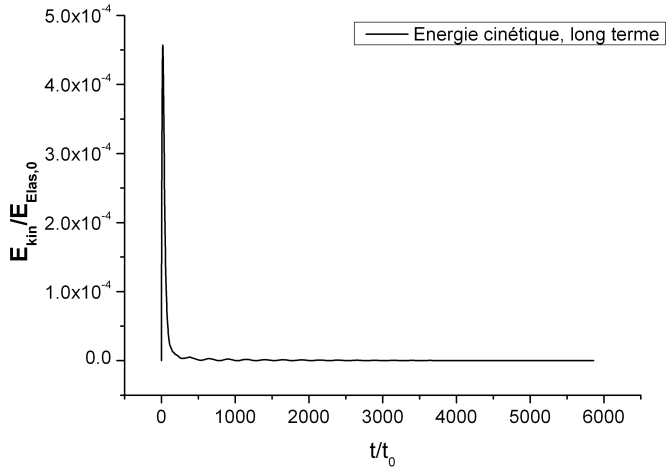

FIGURE 4.41 – Evolution de l'énergie cinétique après un évènement de rupture en $t = 0$ (long terme)

un minimum avant de s'élever de nouveau et de passer par les oscillations visibles sur la Figure 4.40. Le pic d'énergie cinétique (Figure 4.43) est atteint très rapidement, en de l'ordre de $10t_0$; C'est le temps nécessaire pour des particules soudainement accélérées suite à la disparation d'un de leurs contacts pour parcourir (en l'absence d'obstacle) une distance de l'ordre de $1/10$ de leur diamètre. La résorption de ce pic d'énergie cinétique est plus lente, et prend de l'ordre de 100 t_0 dans un système souple résistant, 1000 t_0

dans un système rigide-fragile. Les sources de ce pic d'énergie cinétique sont la perte d'énergie élastique observée sur la Figure 4.40,mais aussi le travail des forces extérieures avec la réduction du volume de l'échantillon qui se poursuit. La dissipation par unité de temps présente un pic assez similaire à celui de l'énergie cinétique, avant de chuter elle aussi à des valeurs très faibles. C'est un point important au regard de notre définition de l'efficacité énergétique eff. En pratique, nous faisons le choix d'intégrer la dissipation jusqu'à obtention de l'équilibre final.
Si l'on compare les trois courbes, on observe que les trois évènements, la chute d'énergie élastique, les pics d'énergie élastique et de dissipation, ont lieu sur des échelles de temps très comparables. Avec des billes de 1 mm, le pic initial d'énergie cinétique est atteint en de l'ordre de 1 μs l'amortissement prenant ensuite entre 10 et 100 μs.

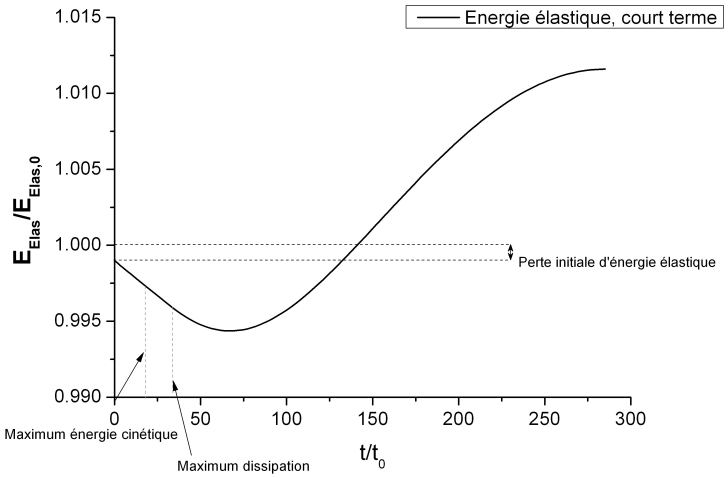

FIGURE 4.42 – Evolution de l'énergie élastique, court terme

La Figure 4.45 représente pour différents évènements de rupture la valeur maximale atteinte par l'énergie cinétique, en fonction de la dissipation totale mesurée. La corrélation entre les deux est clairement visible : en dépit d'une dispersion importante, les deux grandeurs ont tendance à augmenter l'une en fonction de l'autre. On observe aussi que le paramètre ks a une grande influence sur l'énergie cinétique libérée et la dissipation : dans le cas raide-fragile, et la dissipation et l'énergie cinétique maximale atteinte sont en général plus importantes.
Il existe aussi une corrélation entre l'énergie de rupture (l'énergie stockée dans les contacts de la particule au moment de sa rupture), et l'énergie cinétique dégagée, visible sur la Figure 4.46. Toutefois, cet effet est beaucoup plus discret que le précédent. Il en résulte que l'efficacité énergétique eff décroit fortement avec l'énergie cinétique maximale dégagée (Figure 4.47).
Une conséquence immédiate est que le paramètre κ_S a un impact très important sur l'efficacité énergétique. Dans un cas raide-fragile, le désordre important généré par chaque

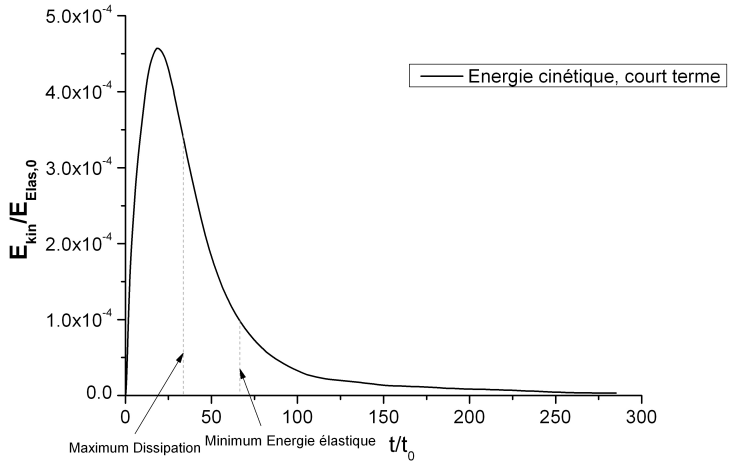

FIGURE 4.43 – Evolution de l'énergie cinétique, court terme

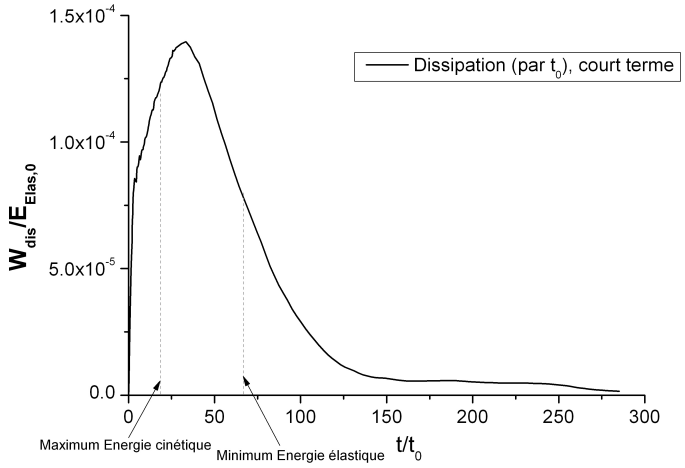

FIGURE 4.44 – Taux de dissipation, court terme

évènement de rupture entraine la création d'une quantité importante d'énergie cinétique et une forte dissipation, ce qui a pour conséquence une faible efficacité énergétique. La capacité de la structure à encaisser la rupture sans effondrement catastrophique est un paramètre clé pour l'utilisation de l'énergie.

Cependant, les explications basées uniquement sur la libération d'énergie cinétique (et sa dissipation) ne suffisent pas à rendre compte de toutes les différences en termes d'utilisation de l'énergie. La Figure 4.48, comme la Figure 4.45, représente la dissipation totale en fonction du maximum de l'énergie cinétique, mais en comparant cette fois des systèmes lâches et denses. La meilleure connectivité dans les structures denses entraine un

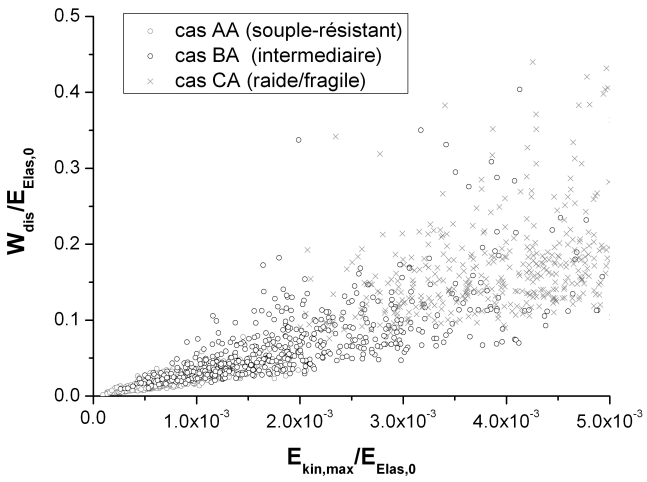

FIGURE 4.45 – Dissipation totale en fonction du maximum de l'énergie cinétique, pour différents κ_S

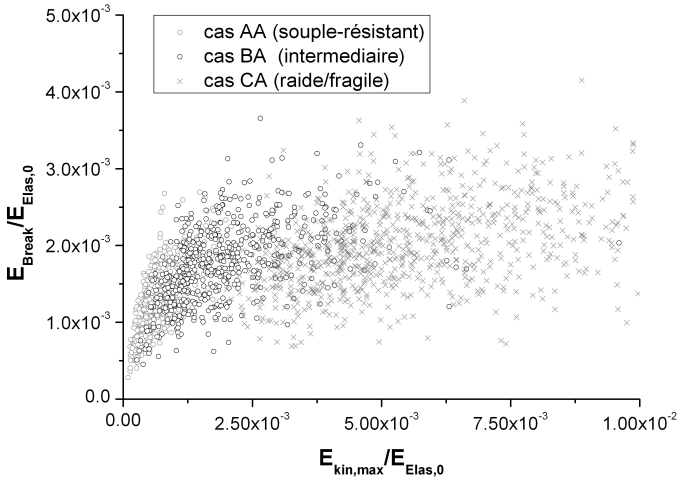

FIGURE 4.46 – Energie de rupture en fonction du maximum de l'énergie cinétique, pour différents κ_S

maximum d'énergie cinétique plus faible et moins de dissipation. Mais d'une manière peut être plus surprenante, il est aussi visible que pour un même maximum d'énergie cinétique, la dissipation est plus importante dans un cas lâche que dans un cas dense. Il en résulte des différences en termes d'efficacité énergétique qui ne peuvent pas s'expliquer simplement au travers du maximum d'énergie cinétique (Figure 4.49.

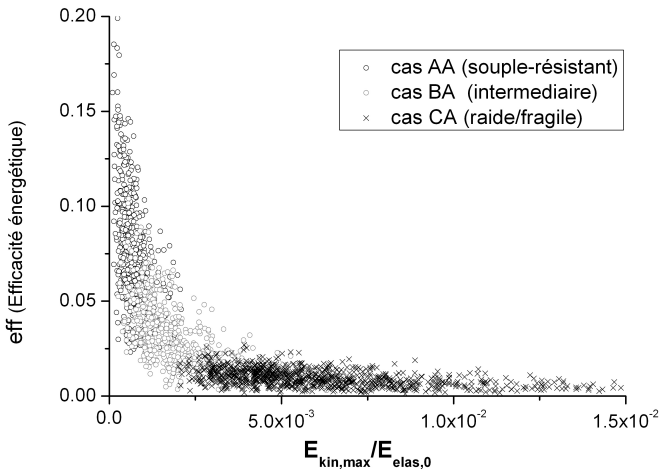

FIGURE 4.47 – Efficacité énergétique en fonction du maximum de l'énergie cinétique, pour différents κ_S

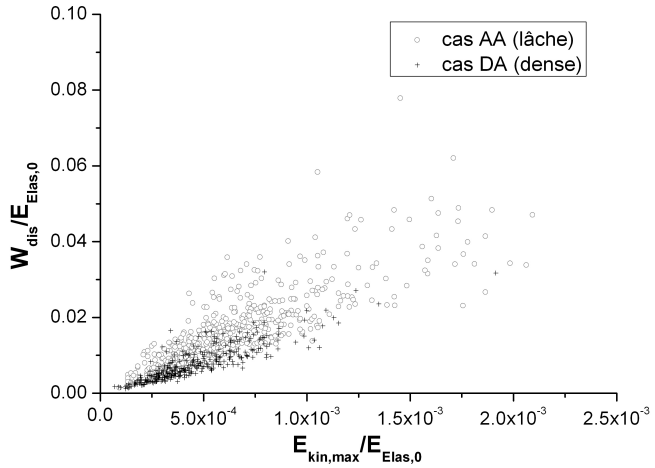

FIGURE 4.48 – Dissipation totale en fonction du maximum de l'énergie cinétique, cas lâche et cas dense

Les systèmes denses semblent donc présenter une efficacité énergétique supérieure par rapport aux systèmes lâches. A ce stade, il parait cependant indispensable de distinguer selon que les évènements de rupture ont lieu avant ou après l'instauration du régime critique de rupture décrit en 4.3.2. En effet, nous avons vu que les différences entre systèmes lâches et denses semblaient s'estomper après une phase initiale, jusqu'à une proportion de grains brisés de l'ordre de 15 ou 20 %.
Les Tables 4.5 et 4.6 donne l'efficacité énergétique moyenne pour différents échantillons

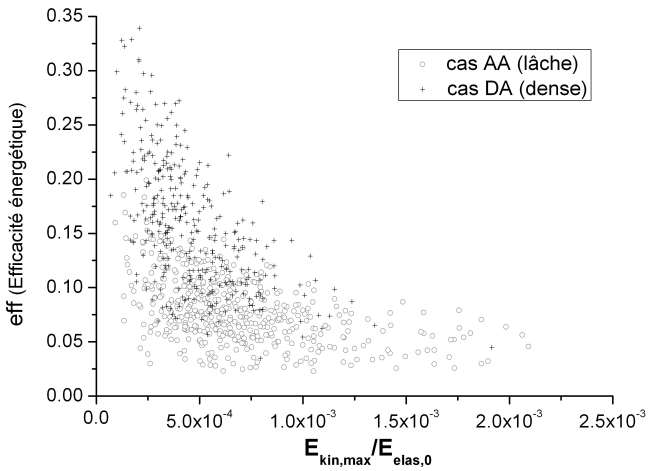

FIGURE 4.49 – Efficacité énergétique en fonction du maximum de l'énergie cinétique, cas lâche et cas dense

caractérisés par leur type d'assemblée de départ, et leur valeur de κ_S, avant et après l'instauration de l'état critique de rupture. Cette donnée brute confirme que dans tous les cas, l'efficacité énergétique est meilleure dans un système souple-résistant par rapport à un système raide-fragile. Ensuite, on constate effectivement une plus grande efficacité de la rupture dans le cas d'échantillons denses avant l'état critique de rupture, qui disparait après son instauration. On constate aussi qu'en début de chargement, c'est l'efficacité énergétique dans les assemblages denses qui est exeptionellement élevée, comparée à l'efficacité mesurée après l'instauration du régime critique de rupture.
Comme nous l'avons vu, cette différence d'efficacité énergétique ne peut pas uniquement s'expliquer du fait d'une plus ou moins grande déstabilisation de l'assemblée de grains, mesurée au moyen de la mesure de l'énergie cinétique.Une explication serait une plus grande capacité des assemblages denses à re-capturer l'énergie cinétique créée par un évènement de rupture sans la dissiper, peut être du fait de leur plus grande connectivité. Cette spécificité disparait avec les caractéristiques spécifiques des systèmes denses après instauration du régime critique de rupture.
On notera que la taille des échantillons considérés est très variable, voire inssuffisantes dans quelques cas (seulement 25 points dans le cas AA, après instauration de l'état critique, par exemple). Ce problème est dû au fait que le rôle spécifique de l'état critique de rupture n'a été identifié qu'après la réalisation des simulations numériques. Les échantillons n'ont donc pas pu être composé en fonction de cette caractéristique essentielle, et il a fallu composer avec les simulations existantes. Le nombre d'essais réalisés reste malgré tout statistiquement satisfaisant dans la majorité des cas.

Nous avons aussi démontré que l'efficacité énergétique peut varier pour deux raisons distinctes : le système peut être moins perturbé par un évènement de rupture, ce qui

Simulation	eff	Δeff	Nombre de simulations
AA (lâche, *souple-résistant)*	0.0739	0.0314	262
DA (dense, *souple-résistant)*	0.1740	0.0573	260
BA (lâche, *intermediaire)*	0.0278	0.0157	212
EA (dense, *intermediaire)*	0.0903	0.0396	246
CA (lâche, *raide-fragile)*	0.0080	0.0043	121
FA (dense, *raide-fragile)*	0.0331	0.0147	448

TABLE 4.5 – Statistiques de l'efficacité énergétique, pour différentes conditions de densité initiale et de κ_S, avant instauration de l'état critique de rupture

Simulation	eff	Δeff	Nombre de simulations
AA (lâche, *souple-résistant)*	0.0950	0.0330	25
DA (dense, *souple-résistant)*	0.1083	0.0285	72
BA (lâche, *intermediaire)*	0.0371	0.0159	182
EA (dense, *intermediaire)*	0.0382	0.0199	246
CA (lâche, *raide-fragile)*	0.0107	0.0045	436
FA (dense, *raide-fragile)*	0.0115	0.0048	495

TABLE 4.6 – Statistiques de l'efficacité énergétique, pour différentes conditions de densité initiale et de κ_S, après instauration de l'état critique de rupture

entraine un dégagement d'énergie cinétique et une dissipation plus faible ; ou l'énergie cinétique est plus facilement re-capturée sous forme d'énergie élastique, plutôt que d'être dissipée. Afin de mieux illustrer ce concept, nous décomposons l'efficacité énergétique de la manière suivante :

$$\begin{aligned} \mathrm{eff} &= \frac{E_{\mathrm{break}}}{\Delta W_{\mathrm{dis}}^{\mathrm{tot}}} = \mathrm{eff}_{\mathrm{kin}} \times \mathrm{eff}_{\mathrm{cap}} \\ \mathrm{eff}_{\mathrm{kin}} &= \frac{E_{\mathrm{break}}}{E_{\mathrm{kin}}^{\mathrm{max}}} \\ \mathrm{eff}_{\mathrm{cap}} &= \frac{E_{\mathrm{kin}}^{\mathrm{max}}}{\Delta W_{\mathrm{dis}}^{\mathrm{tot}}} \end{aligned} \tag{4.19}$$

Ce qui revient simplement à introduire l'énergie cinétique maximale ($E_{\mathrm{kin}}^{\mathrm{max}}$) dans la relation (4.16). Chacun des deux ratios $\mathrm{eff}_{\mathrm{kin}}$ et $\mathrm{eff}_{\mathrm{cap}}$ capture l'un des aspects influençant l'efficacité énergétique. $\mathrm{eff}_{\mathrm{kin}}$ caractérise la capacité du système à encaisser un évènement de rupture sans effondrement, tandis que $\mathrm{eff}_{\mathrm{cap}}$ ("cap" pour capture) caractérise la capacité à re-capturer l'énergie cinétique sans la dissiper. Une augmentation de l'un de ces deux ratios entraine l'augmentation de l'efficacité énergétique.
Les Figures 4.50 et 4.51 présentent, avant et après instauration de l'état critique de rupture les valeurs moyennes de $\mathrm{eff}_{\mathrm{cap}}$ en fonction de $\mathrm{eff}_{\mathrm{kin}}$, pour les 6 types de simulation de la Table **??**, variant de par la densité de départ et le κ_S. Les barres d'erreurs représentent 2 fois l'écart type, chaque point représentant une moyenne sur les simulations de rupture de grains isolés dans un cas donné. Les hyperboles représentées correspondent à des niveaux

d'efficacité énergétique constante, qui augmente au fur et à mesure que l'on s'éloigne de l'origine. La dispersion des données illustre qu'un évènement de rupture, peut dans les mêmes types de conditions avoir des conséquences très différentes du point de vue énergétique.

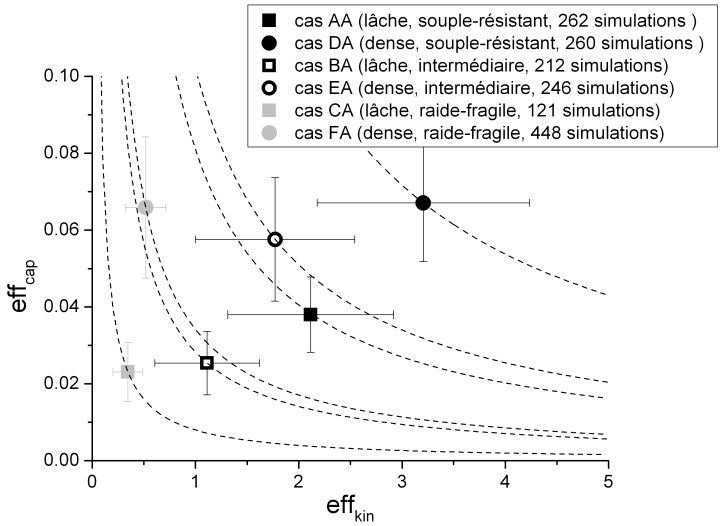

FIGURE 4.50 – $\mathrm{eff_{cap}}$ en fonction de $\mathrm{eff_{kin}}$ pour différentes densités de départ et κ_S, avant instauration de l'état critique de rupture.

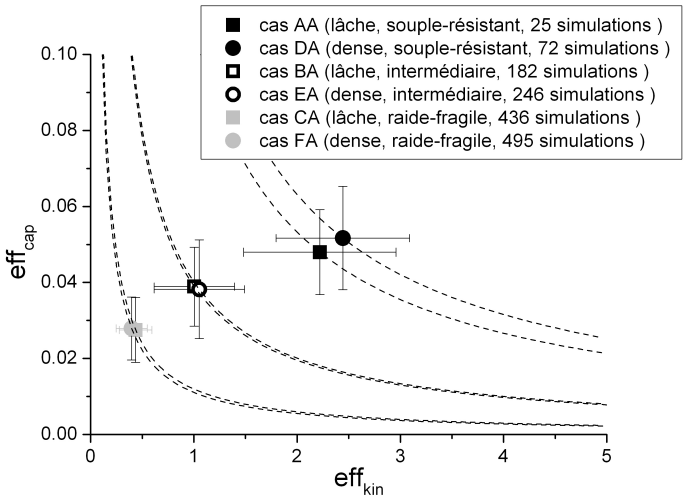

FIGURE 4.51 – $\mathrm{eff_{cap}}$ en fonction de $\mathrm{eff_{kin}}$ pour différentes densités de départ et κ_S, après instauration de l'état critique de rupture.

La Figure 4.50, avant l'état critique de rupture, illustre la nature physique différente des variations d'efficacité énergétique issues d'une modification de la densité initiale ou

de κ_S. Une variation de κ_S interviendra sur l'efficacité énergétique principalement par l'intermédiaire de eff_{kin}, signe que c'est la stabilité du système après rupture qui est en jeu. Dans le cas d'une variation de densité initiale, la variation de eff_{cap} joue un rôle plus important, montrant que la capacité du système à re-capturer l'énergie est cette fois le paramètre clé.
Après l'instauration de l'état critique de rupture (Figure 4.51), l'effet de la densité initiale disparait. Par comparaison avec la Figure 4.50, on note une fois encore que les caractéristiques énergétiques des évènements de rupture, après l'état critique, se rapprochent plus du cas lâche que du cas dense, avant l'état critique.

4.4.4 Bilan de l'étude dynamique et énergétique

L'analyse des effets d'une rupture de grain isolée, effectuée au moyen d'une procédure spécifique, montre que la perturbation engendrée par la rupture consiste en une déformation homogène de l'échantillon, associée à des déplacements non-affines localisés au voisinage du grain brisé. La localisation est meilleure dans le cas souple-résistant par rapport au cas raide-fragile. L'augmentation de contrainte est elle beaucoup plus distribuée dans l'ensemble de l'échantillon, ce qui explique l'absence de localisation des phénomènes de rupture en cascade.

Après un évènement de rupture, l'énergie élastique stockée dans les contacts de la particule est immédiatement consommée, mais la réorganisation des particules entraine la libération de quantités d'énergie élastique bien plus importantes encore. Avec le travail des forces extérieures, cette libération provoque un pic d'énergie cinétique, qui est pour partie dissipé, pour partie re-capturé sous la forme d'énergie élastique. Nos simulations permettent d'étudier la cinétique de ces phénomènes. L'efficacité énergétique est définie comme le rapport entre l'énergie élastique qui disparait avec les contacts du grain brisé, sur la quantité totale d'énergie dissipée. C'est une mesure de la capacité du système à exploiter l'énergie pour briser les grains, plutôt qu'à la dissiper à travers les phénomènes de réorganisation collective. Ce paramètre est à la fois influencé par la capacité du système à supporter sans effondrement la rupture d'un grain, et sa capacité à re-capturer sous forme élastique l'énergie cinétique une fois libérée dans le système.
L'efficacité énergétique du broyage, dans nos simulations, augmente avec la densité initiale du système (avant l'instauration de l'état critique de rupture qui fait disparaitre l'effet de la densité initiale), et diminue avec l'augmentation du paramètre κ_S, le broyage étant plus efficace dans un cas souple résistant, par rapport à un cas fragile-raide. L'influence sur l'efficacité de ces deux paramètres n'a pas la même origine physique. Une variation de la densité initiale influera principalement sur la capacité du système à re-capturer l'énergie cinétique, tandis qu'une variation du paramètre κ_S influera essentiellement sur la capacité du système à résister à une rupture sans entrainer l'effondrement de la structure.

4.5 Conclusion de l'étude DEM

Nous avons décrit ici en détail (4.2.1) le modèle adopté pour la simulation du broyage par compression d'un ensemble de grains fragiles. Il s'agit d'un modèle simple ou des grains sphériques de même taille, élastiques, frottants sont soumis à un chargement œdométrique sous des conditions aux limites périodiques. La principale spécificité du modèle consistant dans l'introduction de lois détaillées décrivant la rupture des particules, une approche rarement empruntée, en particulier en 3D. Nous rappellons les limitations de ce modèle (4.1.2) : modèle physique et géométrie des grains très simplifiés, nombre de grains et donc de générations de rupture limité, perte de volume à la rupture due à l'utilisation de particules sphériques. Malgré ces limitations, nous estimons cependant que cette étude apporte des enseignements intéressants.

Le comportement du matériau au cours du broyage peut se décomposer schématiquement en trois phases (4.2.2) : une phase de chargement sans rupture, une phase de rupture de la structure initiale formée par les particules de départ, une phase de reprise des efforts par les fragments. Cette distinction subsiste dans la plupart des situations représentées, même si le détail du comportement varie avec les différents paramètres du modèle. Cette distinction est assez intuitive, mais présente tout de même des aspects surprenants. En particulier, la reprise des efforts par les fragments est assez tardive, ce qui impose a priori de distinguer le moment de la rupture du grain du moment où ses fragments participent de nouveau au réseau des efforts. Même si cet effet est sans doute exagéré par la simulation (notamment du fait de la perte de volume liée à la rupture), il s'agit sans doute d'un effet général du à l'augmentation locale du nombre de degrés de liberté proposé par un grain fragmenté, par rapport au grain intact.
Le comportement est aussi caractérisé par le phénomène de rupture en cascade (4.2.3) : le fait qu'une rupture initiale entraine à sa suite la rupture de tout un ensemble de particules. De l'ordre de 90 % des particules sont détruites dans de tels phénomènes collectifs, ce qui exclut de considérer dans le cas général les ruptures de particules comme des évènements isolés. Ces cascades de rupture se distribuent dans l'échantillon sur de grandes distances, comme l'illustre notre incapacité à déceler une localisation spatiale de celle-ci sur un échantillon d'une quinzaine de grains de coté.

L'étude paramétrique 4.3 nous renseigne sur l'impact et le mode d'action de chacun des paramètres retenus : choix du critère de rupture, densité de l'assemblée de départ, déformation des grains à la rupture, dispersion statistique des résistances.
Le choix du critère (4.3.1) se révèle avoir une influence relativement faible, via la dispersion statistique du critère. C'est un point plutôt rassurant dans une perspective de modélisation de ces systèmes. Comme on l'a vu (3.2.2), le débat concernant le lieu et le mode de l'initiation de la rupture dans les grains n'est pas résolu, et la réponse est sans doute complexe et variable d'un matériau, voire d'un grain à l'autre. Le fait qu'une représentation imprécise de cette rupture n'ait que de faibles conséquences sur le comportement du matériau est donc plutôt une bonne nouvelle. A noter cependant que notre modèle DEM ne dit rien de l'évolution de la taille des particules, sur lequel ce facteur

pourrait avoir une influence plus importante.
On observe un effet important de la densité initiale sur les premiers évènements de rupture. Un système dense résistera initialement à des valeurs de la contrainte plus importante, avant qu'une brusque cascade de rupture ne vienne accompagner la destruction des premiers grains. La rupture des grains est plus précoce et plus régulière dans un cas lâche. La différence entre les deux systèmes disparait tandis que l'on tend vers un "état critique de rupture", où l'information de la densité du système de départ a été perdue, du fait des réorganisations suite aux évènements de rupture. Cet état critique de rupture s'instaure systématiquement pour des proportions de particules brisées entre 15 et 20 %.
La déformation des grains au moment de la rupture nous permet de capturer à la fois l'effet de la raideur des grains et de leur résistance : une variation indépendante de ces deux paramètres ayant des effets similaires (valeurs prise par la contrainte mise à part). L'effet de ce facteur se fait principalement sentir au niveau de la stabilité de la structure après une rupture. Les assemblées de particules plus déformables sont mieux connectés et présentent une capacité accrue à accommoder la perturbation que constitue la perte d'une particule. Cet effet est capital puisque les réorganisations granulaires jouent sans doute un rôle clé dans la dissipation de l'énergie au cours du processus de broyage.
Une plus grande dispersion des propriétés fragiles des particules favorise la rupture sélective des particules les plus faibles, et provoque une rupture plus progressive des grains. Ce "désordre" dans les propriétés des grains est en concurrence avec le désordre granulaire, qui fait que les grains supportent des chargements très inégaux selon leur position dans le système (4.2.2.1). Les particules sont alors détruites en fonction de leur position dans la structure indépendamment de leurs propriétés. Nous mettons en évidence des comportements plutôt pilotés par l'un ou l'autre mode de sélection des particules : l'effet du désordre granulaire est globalement dominant, sauf quand la dispersion de propriétés des particules devient trop importante. Pour la dispersion de valeurs atttendues pour le clinker, il semblerait que ni le désordre granulaire, ni la dispersion de résistance des grains ne puisse être négligés.

Enfin, un résultat transversal étonnant concerne un certain nombre de paramètres clés comme le nombre de particules brisés, le nombre et la proportion des efforts selon les différents types de contacts. Ces grandeurs apparaissent essentiellement pilotées par la géométrie du système et son évolution. On observe par exemple des comportements très similaires lorsqu'on les trace en fonction de la déformation, avec des propriétés matériaux pourtant très variables. La résistance des particules n'a alors qu'une influence sur la valeur des contraintes nécessaire pour imprimer une certaine évolution de l'état du matériau. Ce constat est à l'origine de certaines hypothèses physiques dans les modèles de fragmentation que nous développons au Chapitre 5.

L'étude énergétique se concentre sur la perturbation suivant la rupture d'un grain isolé (et ce malgré l'importance des effets collectifs déjà soulignée). Des configurations ne différant que par un grain brisé sont analysées. La perturbation en termes de déplacement se concentre autour de l'évènement de rupture, dans un rayon plus ou moins large selon l'ampleur des réorganisations. Le transfert des contraintes est lui beaucoup plus diffus à

travers l'échantillon, ce qui permet d'expliquer l'absence de localisation des phénomènes de rupture en cascades.
La rupture d'un grain s'accompagne de la disparition de l'énergie élastique stockée dans ses contacts. Mais les échanges énergétiques ne s'arrêtent pas là. La déstabilisation du système s'accompagne d'une ouverture des contacts qui libère d'importantes quantités d'énergie dans le système, sous la forme d'un brusque pic d'énergie cinétique. Cette énergie est ensuite dissipée au fur et à mesure que le système trouve un nouvel équilibre. Tous ces phénomènes sont extrêmement rapides : pour les raideurs considérées et des particules de 1 mm, le pic de l'énergie cinétique est atteint en de l'ordre de 1 μs, la dissipation se faisant sur un temps plus long dépendant de l'amplitude de la déstabilisation : de 10 à 100 μs.
Ce suivi des échanges énergétiques dans le système permet de définir une notion d'efficacité énergétique du procédé : le rapport entre l'énergie qui disparait avec les contacts de la particule (assimilée à l'énergie de fracture), et de la dissipation énergétique totale. Cette définition est intéressante au titre qu'elle ne comprend que les dissipations issues de la réorganisation de la structure (pas de dissipation à l'échelle du grain ou du procédé macroscopique). Les efficacités mesurées s'établissent entre 1 et 15 %, un ordre de grandeur tout à fait compatible avec les estimations de l'efficacité énergétique du broyage, par compression ou non. Ces chiffres pourrait illustrer que le rôle capital dans le (mauvais) bilan énergétique du broyage est joué par les réorganisations granulaires.
Deux paramètres se révèlent avoir une influence particulière sur l'efficacité de broyage. L'utilisation de l'énergie est meilleure dans un système initialement dense que dans un système lâche, et bien meilleure lorsque les grains sont déformables (parce que souples ou résistants) que lorsqu'ils se déforment peu. De plus ces différences d'efficacité ont put être expliquées via deux mécanismes physiques distinct. Les grains déformables agissent essentiellement sur la stabilité de la structure : la rupture entraine une moindre création d'énergie cinétique et une moindre dissipation. En revanche, la densité du système joue plutôt sur la capacité du système à re-capturer l'énergie cinétique libérée, sans la dissiper.

Ce modèle aura donc permis de développer un vision nette des processus à l'œuvre lors du broyage par compression. Mais si l'intérêt quantitatif est évident, il manque cependant une réelle capacité à fournir des enseignements quantitatifs. Ce sera le rôle des modèles présentés au chapitre suivant, que ce soit l'étude expérimentale et le modèle de bilan de masse au Chapitre 5, pour l'évolution de la taille des particules, ou le modèle micromécanique au Chapitre 6, pour la loi reliant contraintes et déformation.

CHAPITRE 5

Compression oedométrique : modèle de fragmentation par bilans de masse

Ce chapitre présente un modèle de fragmentation adapté à un essai de compaction œdométrique : il modélise l'évolution de la taille des particules en fonction de l'avancement du chargement. Ce modèle est dit de "bilans de masse" : on modélise les échanges de matière entre classes de taille via la définition d'une cinétique de disparition pour chaque taille, et d'une répartition des fragments sur les classes de taille inférieures.
Nous constatons que si ce type de modèle est largement appliqué aux broyeurs à boulets, les tentatives concernant le broyage par compression sont beaucoup plus rares. En cause, l'évolution du système avec la compaction qui empêche la définition de règles constantes au cours du procédé de broyage.
Nous proposons un modèle original, basé sur la dépendance de la cinétique de disparition et de la répartition des fragments en la porosité, uniquement. Ce modèle présente l'avantage d'être prédictif, au sens où il est calibré pour un matériau donné à partir d'une banque d'essais sur fractions monodisperses, avant d'être appliqué ensuite à toute granulométrie de départ.
La validation expérimentale de ce modèle repose sur une démarche expérimentale mise en place au centre de recherche de Lafarge. Nous décrivons l'essai de compaction œdométrique en lui-même, ansi que la procédure adoptée pour caractériser la granulométrie des produits formés.
Ce modèle a été appliqué à trois matériaux différents : un clinker, un calcaire et un quartz. Les prévisions du modèle se révèlent dans l'ensemble très correctes. Dans des conditions optimales, la qualité de la prévision devient même telle qu'elle se confond avec la précision de la caractérisation expérimentale de la granulométrie des produits.

Sommaire

5.1 Modèles de bilans de masse et broyage 118
5.1.1 Principe des modèles de bilan de masse, application aux broyeurs à boulets 118
5.1.2 Applications au broyage par compression 119
5.1.3 Modèle développé dans cette étude 122
5.2 Dispositif expérimental mis en place au Lafarge Centre de Recherche . 124
5.2.1 Cellule de compression œoedométrique 124
5.2.2 Caractérisation de la granulométrie des produits formés 131
5.2.3 Résultats type, Reproductibilité 133
5.3 Application du modèle PBM 137

5.3.1 Procédure de calibrage du modèle 138
5.3.2 Test de la capacité prédictive sur échantillons polydisperses 146
5.4 Conclusion concernant le modèle PBM 157

5.1 Modèles de bilans de masse et broyage

5.1.1 Principe des modèles de bilan de masse, application aux broyeurs à boulets

Les modèles de bilans de masse (ou PBM, pour "Population Balance Model" en anglais) consistent, comme leur nom l'indique, a dresser le bilan des masses entre différentes populations échangeant de la matière entre elles. Dans le cas du broyage, on s'intéresse à la masse de particules présentes dans différentes classes de taille, à différentes étapes du broyage. Leur logique s'inspire des mécanismes de cinétique chimique. Le modèle PBM modélise les échanges de matière entre les différentes fractions de taille (ici, la fragmentation des particules en particules plus petites), au cours du "temps". Ce "temps" peut effectivement être le temps physique, comme la durée de séjour dans un broyeur à boulet, par exemple. Dans le cas du broyage par compression, il s'agit plutôt de l'avancement du broyage par compression caractérisé par l'augmentation de la pression ou de la densité, sans que la vitesse de chargement n'intervienne explicitement.

On considère n classes de taille de particules, définies de manière arbitraire et couvrant l'ensemble des tailles d'intérêt, des plus grosses particules susceptibles d'être traitées, jusqu'à une taille limite inférieure regroupant les particules trop fines pour que les distinctions de taille présentent un intérêt pratique. On peut alors représenter la distribution de taille initiale comme un vecteur à n composantes $\underline{\boldsymbol{F}_0}$. On considère un "évènement" de rupture, entrainant la fragmentation d'un certain nombre de particules et l'évolution de la distribution de taille jusqu'à un nouvel état $\underline{\boldsymbol{F}_1}$. [Epstein 1947] propose le premier d'écrire une relation linéaire entre $\underline{\boldsymbol{F}_1}$ et $\underline{\boldsymbol{F}_0}$, sous la forme (5.1). La première application pratique de ce principe, au broyage du charbon, revient à [Broadbent 1956].

$$\underline{\boldsymbol{F}_1} = \underline{\underline{\boldsymbol{T}_0}} \cdot \underline{\boldsymbol{F}_0} \tag{5.1}$$

$\underline{\underline{\boldsymbol{T}_0}}$ est une matrice $n \times n$ qui se décompose de la manière suivante (5.2 :

$$\underline{\underline{\boldsymbol{T}_n}} = \underline{\underline{\boldsymbol{I}}} - \underline{\underline{\boldsymbol{S}}} + \underline{\underline{\boldsymbol{B}}} \cdot \underline{\underline{\boldsymbol{S}}} \tag{5.2}$$

$\underline{\underline{\boldsymbol{I}}}$ est la matrice identité.
$\underline{\underline{\boldsymbol{S}}}$ est une matrice diagonale, dite matrice ou fonction de sélection. Son terme ii décrit la probabilité qu'une particule de la classe i se fragmente entre les états $\underline{\boldsymbol{F}_0}$ et $\underline{\boldsymbol{F}_1}$.
$\underline{\underline{\boldsymbol{B}}}$ est une matrice triangulaire inférieure (si les classes de taille i sont rangées par taille

croissante), dite matrice de broyage ou de répartition. Son terme ij décrit la proportion de particules de taille j dans les fragments issus de la rupture d'une particule de taille i.
Ainsi, si l'on reprend les trois termes de l'équation 5.2, on constate que le premier ($\underline{\underline{\boldsymbol{I}}}$) représente la conservation de la matière, le deuxième ($-\underline{\underline{\boldsymbol{S}}}$) la disparition de leur classe de taille des particules fragmentées, et le troisième ($\underline{\underline{\boldsymbol{B}}} \cdot \underline{\underline{\boldsymbol{S}}}$) l'arrivée dans les classes de taille de fragments issus de la destruction de particules de tailles supérieures.

Dans de nombreuses configurations, le procédé peut être modélisé de la sorte par un unique évènement de rupture. Par exemple, le broyage à jet d'air où les particules sont broyées par choc entre elles ou contre une paroi, ou certains types de concasseurs. Dans le cas du broyage du clinker, que ce soit à l'aide d'un broyeur à boulets ou par compression, cette simplification n'est pas souhaitable. La refragmentation, c'est à dire la rupture de particules issues elle même de la rupture d'une particule initiale, prend des proportions non négligeables. Il faut alors considérer la relation (5.1) de manière itérative, la distribution de taille $\underline{\boldsymbol{F}_{n+1}}$ à l'instant $n+1$ se déduisant de $\underline{\boldsymbol{F}_n}$ à travers la relation (5.3) :

$$\underline{\boldsymbol{F}_{n+1}} = \underline{\underline{\boldsymbol{T}_n}} \cdot \underline{\boldsymbol{F}_n} \tag{5.3}$$

On parlera de modèle de matrice de broyage dans le cas à une étape, et de modèle de bilans de masse (PBM) pour la forme itérative.
La relation (5.3) repose sur une cinétique de premier ordre, c'est à dire que le taux de fragmentation dans une classe de taille est proportionnel à la population de celle-ci. Physiquement, cela correspond à une probabilité fixée pour la rupture d'une particule de taille i, indépendante des populations des différentes classes de taille.
Ce type de modèle a rencontré un très grand succès pour la modélisation du broyeur à boulets. [Whiten 1974] propose un modèle basique dit parfaitement mélangé (l'hétérogénéité des conditions de broyage dans le broyeur est négligé). Des modèles plus complexes ont ensuite été développé (par exemple [Austin 1984]), tenant compte du fait que les boulets de broyeurs industriels ne sont pas répartis de manière homogène, ou de la présence de chambres succéssives échangeant de la matière entre elles... On pourra se référer à [Benzer 2000] ou [Hashim 2004] pour des revues plus complètes de la littérature sur le sujet.

5.1.2 Applications au broyage par compression

La cinétique de premier ordre a été largement vérifiée dans le cas du broyage à boulets, notamment par Austin ([Austin 1972b], [Austin 1972a]), ce qui explique le succès de la méthode. Austin démontre que la matrice de sélection $\underline{\underline{\boldsymbol{S}}}$ par unité de temps reste constante au cours du procédé, jusqu'à des niveaux de broyage très avancés. Autrement dit, la probabilité qu'une particule d'une classe de taille donnée disparaisse est constante au cours du temps et ne dépend pas de l'environnement granulaire. Elle peut donc facilement être déterminée expérimentalement. En pratique, disposer d'une évaluation fiable de la

matrice de sélection facilite grandement la définition de la matrice de répartition.
Cette cinétique de premier ordre n'est en fait pas très étonnante dans le cas du broyage à boulets : la fragmentation des particules y dépend avant tout de la probabilité de piéger un grain entre deux boulets, et donc de la fréquence des chocs entre ceux-ci. On peut comprendre que ces probabilités ne soient que marginalement affectées par l'environnement granulaire.

L'hypothèse d'une cinétique de premier ordre ne peut pas par contre s'appliquer au cas du broyage par compression. Déjà, la notion même de temps de résidence dans le broyeur perd tout son sens : c'est la pression exercée qui conditionne l'ampleur du broyage subi par la matière, pas la durée du chargement. Il convient de considérer un "temps" de chargement fictif qui correspond à une augmentation de contrainte ou de densité. Mais il n'existe à priori pas de norme naturelle pour ce temps fictif.
Plus fondamentalement, il est évident que les conditions de la rupture des particules dépendent dans ce cas de l'environnement granulaire. La densification du système et l'augmentation du nombre de contacts, par exemple, changent radicalement les conditions de chargement auquelles sont soumis les grains (voire les Chapitres 3 et 4). Toute tentative de définir une cinétique de disparition pour les classes de tailles indépendamment de ce contexte parait compromise. [Fuerstenau 1996], notamment, illustre cette difficulté en discutant de la cinétique de disparition des particules dans des mélanges bidisperses.

Cette difficulté explique sans doute que les tentatives de définir des modèles de fragmentation adaptés au broyage par compression soient si rares.
Bilgili s'intéresse à la prise en compte des non-linéarités dans les modèles PBM de broyage, en particulier dans le cas des interactions entre particules ([Bilgili 2006]), et formule dans [Bilgili 2012] un cadre général non-linéaire pour la méthode PBM qu'il note DNL-PBM (pour Discrete Non-Linear Population Balance Model). Il reprend une hypothèse initialement énoncée par [Baxter 2004], qui consiste simplement à transformer la relation (5.3) en introduisant une dépendance de la matrice $\underline{\underline{\boldsymbol{T}_n}}$ en la granulométrie $\underline{\boldsymbol{F}_n}$ (5.4) :

$$\underline{\boldsymbol{F}_{n+1}} = \underline{\underline{\boldsymbol{T}_n}}(\underline{\boldsymbol{F}_n}) \cdot \underline{\boldsymbol{F}_n} \tag{5.4}$$

Plus précisément, [Bilgili 2012] propose de remplacer pour la matrice $\underline{\underline{\boldsymbol{T}_n}}$ l'expression (5.2) par l'expression (5.5) qui dépend explicitement de la granulométrie $\underline{\boldsymbol{F}_n}$:

$$\underline{\underline{\boldsymbol{T}_n}} = \underline{\underline{\boldsymbol{I}}} + (\underline{\underline{\boldsymbol{I}}} - \underline{\underline{\boldsymbol{B}}}) \cdot \underline{\underline{\boldsymbol{S}}} \cdot \underline{\underline{\boldsymbol{\zeta}}} \cdot \underline{\boldsymbol{F}_n}. \tag{5.5}$$

La matrice $\underline{\underline{\boldsymbol{\zeta}}}$ est dénommée "facteur d'efficacité". A l'examen de (5.5), on constate que $\underline{\underline{\boldsymbol{\zeta}}}.\underline{\boldsymbol{F}_n}$ est un facteur venant "corriger" la matrice de sélection $\underline{\underline{\boldsymbol{S}}}$. Selon que ses composantes prennent des valeurs inférieures ou supérieures à 1, on représente une inhibition ou une stimulation de la cinétique de rupture de la classe correspondante, conditionnée par l'environnement granulométrique. La matrice de répartition $\underline{\underline{\boldsymbol{B}}}$ n'est pas affectée par cette

correction.

Ce modèle est extrêmement complexe, et semble du reste avoir rarement été appliqué en pratique. Ce cadre est cependant adapté au broyage en cellule oedométrique dans [Bilgili 2012], mais moyennant d'importantes hypothèses simplificatrices. Bilgili renonce par exemple à une forme itérative et propose un modèle de matrice de broyage en une unique étape. Il invoque pour cela la faible durée du broyage par compression, synonyme pour lui de broyage en une étape. Il revendique aussi que le broyage par compression de fractions monodisperses obéit à une cinétique de premier ordre, au motif que l'impact des interactions entre classes de taille y serait négligeable. Le facteur d'efficacité $\underline{\underline{\zeta}}$ n'intervient alors pas et ces tests peuvent donc servir à déterminer les matrices $\underline{\underline{\boldsymbol{S}}}$ et $\underline{\underline{\boldsymbol{B}}}$ pour une pression donnée. $\underline{\underline{\zeta}}$ est ensuite calibré sur des essais polydisperses à cette même pression de travail. Théoriquement, cela représente n^2 facteurs à optimiser, mais Bilgili choisit d'adopter une forme arbitraire pour le facteur d'efficacité afin de limiter le nombre de ces paramètres libres.

Ces deux hypothèses simplificatrices paraissent assez problématiques. Il n'est en effet pas du tout évident qu'un broyage en une seule étape représente bien le broyage par compression. La notion de temps ne parait pas pertinente ici, comme nous l'avons dit, et les simulations DEM effectuées au Chapitre 4 semble plaider en faveur de possibles, voire nombreuses re-fragmentation dès que la compaction progresse (voir notamment le modèle à deux générations de fracture en 4.2.2.3). Pour les même raisons, l'hypothèse d'une cinétique de premier ordre pour des fractions monodisperses apparait abusive. La fragmentation des particules initiales crée rapidement une granulométrie complexe qui devrait faire apparaitre les phénomènes non-linéaires attendus pour des distributions polydisperses. Enfin, nous verrons que les données expérimentales présentées en 5.3 semblent peu compatibles avec ces hypothèses.
Enfin, ce modèle de Bilgili apparait peu adapté à un usage prédictif. Même si l'on réussit à calibrer correctement le facteur d'efficacité pour représenter l'évolution de toute distribution polydisperse, comme le procédé est représenté en une seule étape, l'ensemble du travail est à refaire si l'on change la pression de travail. Et on peut même se demander pourquoi la pression serait forcément la grandeur pertinente pour comparer les essais entre eux...

Le modèle de Biligili reste cependant à ce jour la seule tentative d'appliquer le principe de la PBM aux conditions difficiles du broyage par compression. On peut aussi choisir de contourner la difficulté en formulant un modèle qui ne tente pas de décrire le détail des évènements de rupture comme les modèles PBM. C'est le choix fait par Liu et Schönert, l'inventeur du broyage par compression industriel ([Liu 1996]).
Liu et Schönert postulent que le degré de fragmentation d'une classe de taille donnée est essentiellement piloté par la quantité d'énergie qu'elle reçoit. Ils mesurent cette fragmentation (proportion de particule détruite et granulométrie générée) sur des essais sur fractions monodisperses, pour différentes pressions. Ilq assimilent ensuite le comportement d'une

classe de taille dans un mélange à celui de la fraction monodisperse correspondante.
Pour arbitrer entre la fragmentation des différentes classes de taille, Liu et Schönert introduisent une fonction arbitraire dite "fonction de partage énergétique". On mesure la quantité d'énergie totale reçue par le mélange polydisperse, et la fonction de partage la répartit ensuite l'énergie entre les classes. On renvoie ensuite au comportement de chaque fraction en monodisperse pour prévoir l'évolution de taille.

L'idée de considérer l'apport d'énergie comme le pilote de la fragmentation est une manière élégante de contourner la difficulté d'une description détaillée des évènements de rupture. C'est aussi le principe invoqué dans l'étude [Gutsche 1999] (sans pour autant proposer un modèle aussi complet que celui de Liu et Schönert). Ce principe permet de contourner une des limites du modèle de Bilgili : une pression différente n'est pas traitée comme un cas différent, mais simplement une situation où l'apport énergétique varie.
La définition de la fonction de partage pose cependant des problèmes pratiques. A la lecture de [Liu 1996], on réalise que du fait de la répartition de l'énergie entre le différentes classes de taille dans le mélange, les classes de tailles reçoivent dans l'ensemble des énergies assez faibles comparées à celles reçues à une pression équivalente en monodisperse. En pratique, on se retrouve donc à considérer systématiquement que le comportement d'une classe de taille dans un mélange à très haute pression est représenté par le comportement d'une fraction monodisperse à très faible pression. Voire à des pressions radicalement inférieures à celles des essais monodisperses utilisés pour le calibrage ! C'est donc vraiment pousser à bout les hypothèses physiques du modèle...
Plus problématique encore, le modèle de Liu et Schönert ne peut être qualifié de réellement prédictif. En effet, il ne propose aucun mécanisme permettant de déterminer à l'avance cette fonction de partage énergétique. Celle-ci doit donc être calibrée pour chaque matière et chaque granulométrie de départ. Liu et Schönert montrent qu'elle garde une forme relativement constante lorsque la pression augmente pour un même type d'échantillon. Par contre, elle est susceptible de changer radicalement pour une même matière, mais avec une granulométrie différente. Dans de telles conditions, l'intérêt du modèle est essentiellement descriptif.

5.1.3 Modèle développé dans cette étude

Nous proposons maintenant un modèle PBM spécifiquement adapté au broyage par compression, et dans notre cas, à un essai de compaction œdométrique. Nous souhaitons particulièrement insister sur les exigences suivantes :

- Le modèle doit posséder un réel pouvoir prédictif vis à vis d'un matériau donné. Le modèle est calibré pour le matériau à partir d'un certain nombre d'essais, idéalement les moins nombreux possibles. On espère ensuite pouvoir prédire l'évolution de la granulométrie pour n'importe quelle granulométrie initiale et pression de travail.
- Les hypothèses physiques du modèle doivent être les plus "naturelles" possible, c'est à dire que l'on espère que les matrices de sélection et de broyage que nous définissons correspondent effectivement aux évènements de fragmentation à l'échelle

microscopique, et ne font pas que reproduire artificiellement l'évolution de la granulométrie. Il s'agit en premier lieu d'une garantie de robustesse du modèle. On peut alors aussi directement relier performance du modèle et justesse des hypothèses émises sur les mécanismes de rupture.

- Enfin, le modèle devra recourir aussi peu que possible à l'optimisation numérique de paramètres libres. Il s'agit là-encore d'une garantie qu'une bonne performance est le signe d'hypothèses physiques solides, et pas d'un ajustement astucieux des variables libres.

Un point marquant mis en valeur par les simulations DEM du Chapitre 4 est la dépendance exclusive de certains paramètres en la densité (voir notamment 4.3.2). La cinétique de disparition des particules, notamment, apparait relativement indépendante des priorités du matériau des grains, et semble pilotée par l'évolution de la densité.
A partir de ce constat, nous souhaitons proposer un modèle de PBM obéissant aux relations linéaires 5.2 et 5.3, à ceci près que les matrices $\underline{\underline{\boldsymbol{S}}}$ et $\underline{\underline{\boldsymbol{B}}}$ sont susceptibles de varier avec la porosité. La philosophie est la même que celle des modèles non linéaires initiés par [Baxter 2004] (relation 5.4), sauf que l'influence très complexe de l'environnement granulaire est supposée contenue dans la donnée de la seule porosité. Il s'agit bien sûr d'une lourde approximation mais qui contribue à simplifier le modèle et limite le recours à des facteurs à optimiser arbitrairement.
Cette hypothèse présente un autre avantage majeur : elle permet de découpler le problème de l'évolution de la taille des particules de celui du lien entre contraintes et déformations. On peut ainsi espérer capturer l'ensemble du comportement du matériau en établissant d'une part l'évolution de la taile des particules avec la porosité ; d'autre part l'évolution de la contrainte avec le niveau de compaction.

Moyennant cette hypothèse, la matrice de sélection $\underline{\underline{\boldsymbol{S}}}$ peut être mesurée expérimentalement. La méthode la plus simple et la plus directe consiste à mesurer le taux de disparition d'une fraction avec l'évolution de la porosité lors d'essais sur des fractions monodisperses. En ce qui concerne la détermination de la matrice de répartition $\underline{\underline{\boldsymbol{B}}}$, nous proposons en première approximation de considérer la répartition de taille des fragments après un essai sur fraction monodisperse à faible pression. On peut alors en effet limiter la refragmentation et accéder directement à la distribution de fragments des particules parents. Un tel modèle repose entièrement sur des données expérimentales, sans recours à des paramètres libres optimisés numériquement.
En seconde approximation, on considère une "correction" de $\underline{\underline{\boldsymbol{B}}}$ avec l'évolution de la porosité, qui permet de représenter les modifications de celle-ci avec la porosité. Cette correction est appliquée de manière homogène aux différentes classes de taille, ce qui permet de ne considérer que 3 paramètres libres pour l'optimisation numérique (voir).
Le calibrage du modèle peut entièrement être réalisé sur des essais sur fractions monodisperses. Il s'agit alors d'un modèle réellement prédictif au sens où il peut être confronté à des essais sur des distributions polydisperses, réalisés de manière indépendante.

La suite de ce chapitre présente la mise en place de ce modèle et sa confrontation à des données expérimentales. En 5.2, nous décrivons en détail le dispositif expérimental mis en place pour réaliser les essais de compaction oedométrique et caractériser la granulométrie des échantillons. En 5.3, nous présentons plus en détail la procédure de calibration du modèle à un matériau donné, ainsi que les résultats obtenus et sa capacité à prédire l'évolution de la taille des particules d'un mélange polydisperse lors du broyage par compression.

5.2 Dispositif expérimental mis en place au Lafarge Centre de Recherche

5.2.1 Cellule de compression œoedométrique

Pour les besoins de cette étude, un dispositif expérimental de compression œoedométrique a été mis en place au Lafarge Centre de Recherche. Il repose sur une cellule de compression dessinée spécifiquement pour la conduite d'essais de broyage, ainsi que sur deux presses permettant d'obtenir les pressions souhaitées.
La cellule est constituée d'un socle, d'un cylindre extérieur, et d'un piston (Figure 5.1), assemblés comme présenté sur la Figure 5.5. Le diamètre intérieur de la cellule est de 8 cm. Il n'a pas été jugé utile d'installer un système de vis afin d'assurer que les pièces restent solidaires. En pratique, la charge apportée par la presse suffit à stabiliser le montage. Par exemple, aucune fuite de matière ou glissement d'une des pièces n'a jamais été constatée en cours d'essai. Le jeu entre le piston et le cylindre extérieur s'est révélé suffisamment important pour assurer le libre mouvement du piston, et suffisamment faible pour éviter toute fuite ou grippage de matière durant l'essai.
Un premier modèle avait à l'origine été construit dans un acier trop doux. La cellule (en particulier le piston) présentait des déformations plastiques irréversibles lors des premiers essais. Plus grave encore, l'abrasion extrêmement importante a entrainé le creusement dans le socle d'une dépression de plusieurs millimètres de profondeur. La nouvelle cellule a été construite entièrement en acier durci. Aucune déformation irréversible des pièces n'a été constatée au cours des premiers essais, et la cellule présente une résistance remarquable à l'abrasion : on notera par exemple que la surface du socle est restée remarquablement plane, malgré une légère rugosité et ce même après plusieurs centaines d'essais (Figure 5.2). La stabilité des essais au cours du temps est ainsi assurée.

La matière est disposée au fond de la cellule (Figure5.3). Dans le cas des échantillons où les grains ne possèdent pas une taille unique (bi, ou polydisperse), la matière est mélangée avec soin afin d'éviter toute inhomogénéité dans la répartition des différentes tailles de particules. La question de la validité de cette procédure se pose cependant dans le cas de mélanges présentant une forte tendance à la ségrégation (par exemple, une forte proportion de très grosses particules accompagnée d'une faible proportion de fines). Nous avons essayé d'éviter autant que possible ce type de formulations de départ.

FIGURE 5.1 – Cellule de compression utilisée au cours des essais. De gauche à droite : le socle, le cylindre exptérieur, et le piston.

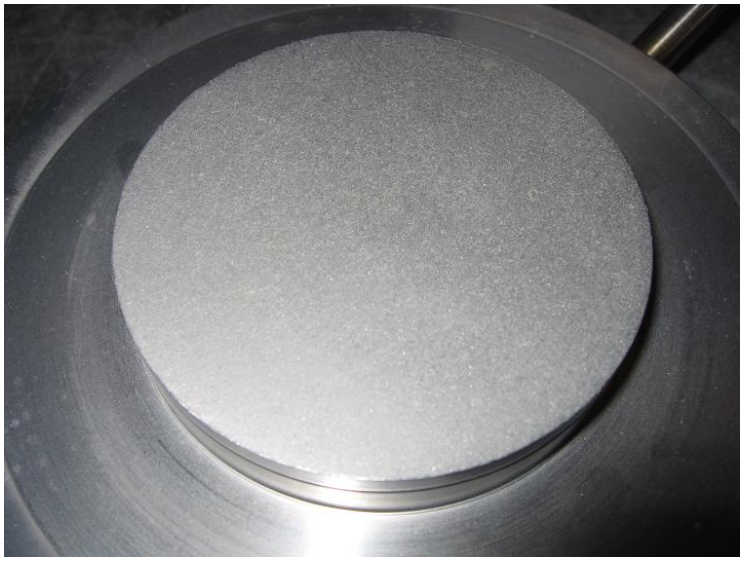

FIGURE 5.2 – Socle de la cellule, après plusieurs centaines d'essais. L'abrasion de la cellule est visible mais reste limitée.

La matière est ensuite compactée manuellement, en appuyant (vigoureusement) à la main sur le piston et en lui imprimant un mouvement de va et vient. L'objectif de cette manoeuvre est aussi d'homogénéiser la répartition de la matière dans la cellule et d'assurer la planéité du lit de départ. L'épaisseur de l'échantillon est toujours mesurée après cette phase de compaction, en mesurant au moyen d'un pied à coulisse l'écart entre le haut du piston et le haut du cylindre extérieur, et en soustrayant la valeur à vide. Il s'agit bien sûr d'une procédure peu reproductible, dont le résultat est susceptible de varier avec l'opérateur par exemple. Les variations observées sur les valeurs de départ sont de l'ordre de 5%. L'épaisseur de départ est cependant systématiquement mesurée en début d'essai, afin de controler une éventuelle dérive d'un essai ou d'une série à l'autre.
L'existence d'un jeu entre le piston et le cylindre extérieur ne permet pas d'assurer strictement la planéité du piston, il convient donc de la vérifier, en mesurant l'épaisseur du lit en 4 points diamétralement opposés autour de la cellule. La tolérance établie en la matière est de 0.4 mm, ce qui correspond à un défaut de planéité d'environ 0.3° (La valeur de l'épaisseur considérée pour le lit est en fait la moyenne de ces plusieurs mesures). Si la planéité n'est pas satisfaisante, on modifie légèrement la compaction de la matière jusqu'à se trouver dans un domaine satisfaisant. Ce défaut de planéité est systématiquement résorbé en cours d'essai, ce qui nous porte à croire que son influence sur les résultats est mineure : on n'observe jamais après compaction un défaut de planéité de plus de 0.05°, ce qui est à l'extrême limite de ce que nous pouvons déceler compte tenu de la méthode utilisée.
Au vu de la méthode présentée ici, nous estimons que la précision de la mesure de l'épaisseur des échantillons est de l'ordre du 1/10 de mm, soit une précision de l'ordre de 1% pour les échantillons les plus fins après compression.

La cellule est ensuite disposée sur une presse qui exerce la pression sur le piston durant l'essai. L'essai est piloté en déplacement. La contrainte Σ_1 exercée dans la matière est extrapolée simplement à partir de la force F exercée par la presse : $\Sigma_1 = P/(\pi(D/2)^2)$.
Deux presses ont été utilisées au cours de l'étude, selon les besoins en termes de pressions exercées :

- Une presse Zwick RKM 100 TM, pour les pressions allant jusqu'à 20 MPa (Figure 5.4). Les pressions sont mesurées au moyen d'un capteur de force de capacité maximale 100 kN, et les déformations par le capteur de déplacement de la traverse.
- Une presse Ibertest MEH 3000-C0, pour les pressions supérieures à 20 MPa (Figures 5.5 et 5.6). La capacité de la presse (3000 kN) permettait d'envisager des pressions maximales de 600 MPa. Nous nous sommes limités en pratique à 300 MPa, déjà bien au delà des pressions estimées dans les systèmes industriels. Le capteur de force de la presse est conçu pour ne détecter le contact (et commencer l'essai proprement dit) que pour des valeurs correspondant à des pressions de 5 MPa, rendant les données inutilisables sur cette presse pour des pressions inférieures. Les déformations sont mesurées au moyen d'un capteur LVDT (précision ≈ 2 %) fixé à la cellule et mis en butée de la traverse supérieure, comme sur la Figure 5.6.

Conformément aux arguments présentés en 3.1.1, nous n'avons pas choisi de retenir la

FIGURE 5.3 – Echantillon de départ (clinker polydisperse, <3.15 mm), préparé dans une cellule de compression (il s'agit d'un ancien modèle, non utilisé dans cette étude)

vitesse de chargement comme un paramètre expérimental pertinent. Par souci de faciliter le déroulement des essais, le choix a donc été d'adapter cette vitesse à la pression maximale de travail, afin de permettre de conserver une longueur totale d'essai à peu près constante. Aucun effet notable sur la courbe de chargement n'a d'ailleurs été relevé.

La principale limitation de ce dispositif expérimental est qu'il ne permet d'accéder qu'à la contrainte principale exercée sur le piston supérieur, et à la déformation. En particulier, aucune information n'est disponible sur les contraintes exercées sur les parois latérales, que ce soit la contrainte normale ou le frottement sur les parois. Ces données sont couramment mesurées sur d'autres dispositifs expérimentaux similaires, dans le domaine du pastillage. La contrainte normale peut se déduire de la déformation élastique du cylindre extérieur, moyennant l'installation de plusieurs jauges de déformation à l'extérieur de la cellule. Les frottements (du moins leur valeur moyenne) se déduisent de la différence entre la contrainte normale sur le piston et celle mesurée sur la semelle de la presse, à condition bien sûr qu'un deuxième capteur de force soit disponible. Ces informations, en particulier la donnée de la contrainte normale latérale, sont indispensables si l'on souhaite adapter un modèle élastoplastique aux données expérimentales (voir 3.1.3). Une telle application semble donc hors de portée de notre installation.
La vocation première de cette cellule était l'étude de la fragmentation de particules de toutes tailles, ce qui a imposé un certain nombre de contraintes difficiles à concilier avec une mesure précise et complète du champ de contraintes : cellule de grande taille devant la taille des particules comme préconisé par Schönert, afin de limiter les effets de bord et de traiter des quantités de matière importantes, conception mécanique robuste pour accommoder des contraintes importantes... L'adaptation de la cellule à des mesures de

FIGURE 5.4 – Presse Zwick RKM 100 TM. Sa capacité maximale est de 100 kN, soit 20 MPa de pression maximale sur notre cellule de compression oedométrique.

FIGURE 5.5 – Presse Ibertest MEH 3000-C0. D'une capacité de 3000 kN (600 MPa), elle a été utilisé pour des pressions de chargement entre 20 et 300 MPa. Le cylindre orange est une éprouvette de béton servant à la chauffe du circuit hydraulique lors de la mise en route du système.

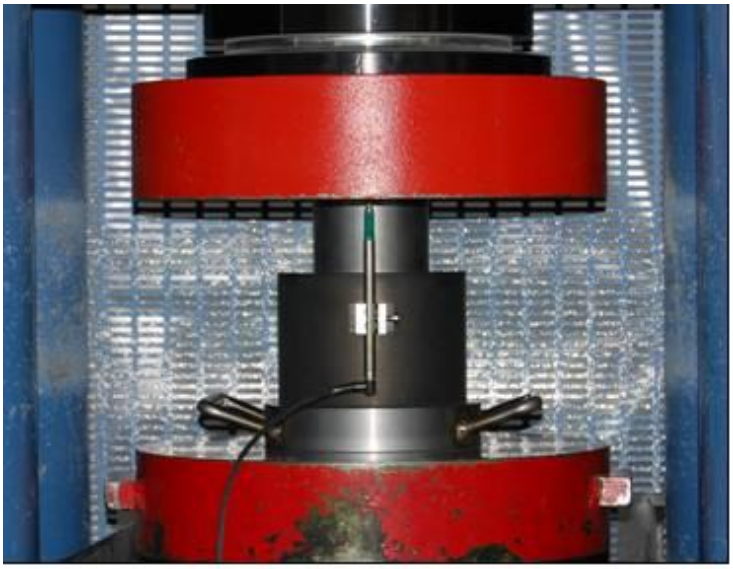

FIGURE 5.6 – Essai de compaction œdométrique sur la presse Ibertest 3000 kN. On y voit la cellule montée, ainsi que le capteur de déplacement LVDT servant à la mesure du déplacement piston.

contraintes latérales a bien été envisagée, mais l'investissement, pour un résultat incertain au vu des dimensions de la cellule, n'a pas paru justifié. Il peut même sembler plus pertinent de recourir à un autre montage, plus adapté (y compris en faisant appel à un laboratoire où il est déjà réalisé) afin de réaliser spécifiquement cette mesure si elle devait s'avérer absolument nécessaire. Cette limitation sur la mesure des contraintes est en tout cas partagée par l'ensemble des études utilisant la cellule de compression œoedométrique pour l'étude de la fragmentation.

Nos résultats se limitent aussi à la mesure de la phase de compaction, lors de la charge. Des mesures de modules élastiques du compact lors de la décharge ont été envisagées, mais pour les pressions les plus importantes le système de la presse Ibertest de 3000 kN, incapable d'opérer une décharge controlée, ne s'y prêtait pas. Un protocole basé sur la mesure du module lors d'une seconde compression (après décharge, donc) a été mis en place, mais a donné des résultats incohérents. Une explication probable est que les interactions très fortes du compact avec les parois gênent la mesure pour les très faibles déformations en jeu lors de la déformation élastique du compact.
De meilleurs résultats pourraient certainement être obtenus en prenant en compte ces interactions que nous comprenons assez mal, où d'une manière plus pratique en mettant en place une mesure sur le compact une fois extrait de la cellule. La grande friabilité du compact, en particulier aux contraintes faibles, reste cependant un obstacle important.
La question de limiter les effets de bords en lubrifiant les parois du cylindre a aussi été discutée, avant d'être rejetée. La lubrification était manifestement inutile au niveau du

contact cylindre pressant/cylindre extérieur, compte tenu du jeu adopté entre ces deux pièces. Nous n'avons pas souhaité lubrifier l'interface entre le cylindre extérieur et la matière par peur que le lubrifiant ne vienne à diffuser dans la matière et modifier les propriétés de celle-ci. Le faible rapport hauteur sur diamètre des échantillons testés devrait théoriquement permettre de limiter de toute façon cet impact des frottements sur le champ de contraintes reignant au cœur de l'échantillon.

5.2.2 Caractérisation de la granulométrie des produits formés

La caractérisation de la finesse des produits formés lors d'un essai de broyage par compression pose un double problème. La caractérisation de taille proprement dite, déjà, sur un échantillon où la taille des particules s'étale sur 3 ordres de grandeur, du mm au μm. Mais aussi la redispersion de l'échantillon compacté en sortie de cellule. L'enjeu de la redispersion étant à la fois de séparer les particules individuelles afin de pouvoir caractériser leur taille, et d'éviter de procéder à un broyage supplémentaire des particules au cours d'une dispersion trop énergique, ce qui fausserait évidemment les résultats.

En ce qui concerne la redispersion, nous avons envisagé dans un premier temps d'utiliser un concasseur à marteau de petites dimensions, disponible au laboratoire, pour traiter les compacts. Ce procédé à l'avantage de ressembler aux conditions rencontrées dans l'industrie. Visuellement, la désagglomération semblait bonne, et la faible puissance de l'appareil excluait un "re-broyage" significatif par le concasseur. Cette solution a toutefois été abandonnée ultérieurement, du fait des pertes de matière. Malgré un nettoyage et une récupération la plus soigneuse possible de la matière après chaque utilisation, Une quantité de 2 à 5 g de matière était invariablement perdue. Sur un échantillon de l'ordre de la centaine de g, de telles pertes auraient été de nature à fausser les résultats finaux, surtout que rien n'indique que ces pertes soient équitablement réparties entre les différentes tailles de particules...
Nous nous sommes donc volontairement contenté d'une désagglomération sommaire, à la main ou en nous aidant du cylindre pressant comme d'un rouleau pour écraser les plaquettes, jusqu'à que la présence de fragments compactés ne soit plus visible à l'oeil nu. Dans de telles conditions tout re-broyage significatif parait exclu, mais il est probable que la redispersion des particules ne soit pas suffisante. Ce défaut est cependant corrigé par les étapes ultérieures du procédé.

La caractérisation de la taille des particules est effectuée au moyen d'un granulomètre laser de type Malvern Mastersizer MS 2000 (Figure 5.7). Le principe de la technique est la mise en suspension dans un fluide des particules que l'on cherche à caractériser. On observe ensuite la diffraction d'un rayon laser au travers de cette suspension. Un calcul de déconvolution permet ensuite, moyennant certaines approximations théoriques, de revenir à une distribution de tailles caractéristiques.
Cette technique est la plus utilisée dans l'industrie, notamment dans le domaine des particules trop fines pour pouvoir utiliser le tamisage de manière fiable ($< 100\ \mu m$). Elle

permet une excellente reproductibilité des mesures d'un échantillon à l'autre. La mesure sur des produits présentant une large dispersion de taille peut par contre poser problème, le signal des particules majoritaires masquant celui des particules plus rares, nottament les "queues" de distribution. La technique pour être précise en absolu suppose aussi une bonne connaissance des propriétés optiques du produit que l'on caractérise, ce qui est heureusement le cas pour le clinker de ciment, pour lequel on dispose aussi d'un bon retour d'expérience sur la pratique.
Moyennant une bonne maitrise du procédé et nottament de l'étalement granulométrique des échantillons, on peut attendre une précision de la mesure de l'ordre de quelques %. Une description plus complète des limites et qualités de cette technique peut être trouvée dans [Merkus 2009]

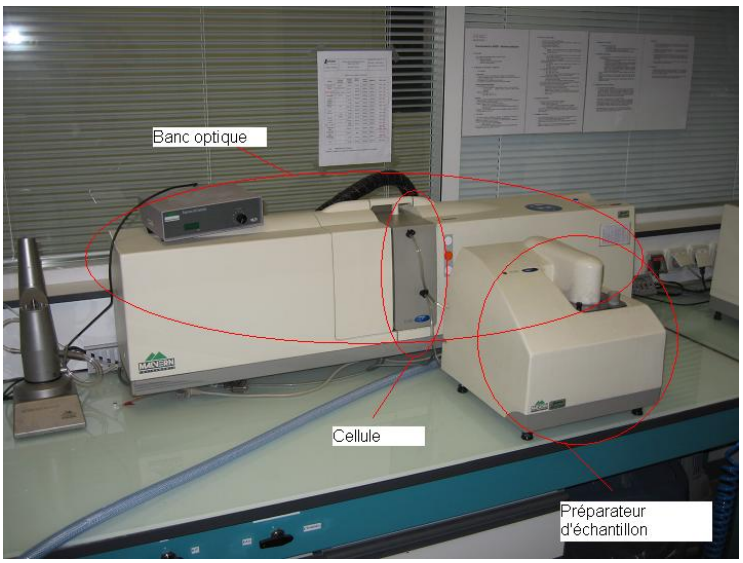

FIGURE 5.7 – Granulomètre laser Malvern Mastersizer MS 2000 utilisé au LCR. La matière est dispersé en phase liquide dans le préparateur d'échantillon, avant d'être mise en supsension dans la cellule sur le banc optique traversé par le laser.

Les échantillons sont tout abord tamisés pour une taille juste inférieure à la fraction la plus grosse de l'échantillon. Cette étape est particulièrement utile pour les essais sur fraction monodisperse, puisqu'elle permet de calculer exactement la fraction des particules qui a été détruite au cours de l'essai. Par exemple, dans le cas d'un essai sur une fraction de particules 1-1.25 *mm*, on tamisera l'échantillon à 1 *mm* : la fraction passante ne pourra par définition que contenir les fragments issus de la fracture des particules initialement présentes, puisqu'il s'agit du tamis même ayant servi à la sélection de la fraction de départ. Cette méthode d'estimation est bien plus fiable qu'une évaluation à partir de la distribution mesurée par granulométrie laser sur l'échantillon non tamisé, la concordance entre les deux techniques n'étant pas garantie. L'opérateur s'assure que les particules retenues sur le tamis ne sont pas des agglomérats en frottant les grains contre la grille du tamis, ce qui

détruit les agglomérats tout en gardant intact les grains entiers.
Cette étape permet aussi, si besoin est, de retirer les particules trop grossières pour pouvoir passer dans le granulomètre laser (en pratique, les particules > 1 *mm* sont à proscrire).
Enfin, si la distribution de taille le nécessite, une autre étape de tamisage (typiquement autour de 300 μm) est effectuée. Celle-ci ne vise pas directement à la caractérisation de l'échantillon, mais à la séparation de celui en deux sous-populations dont la taille peut être caractérisée indépendamment avec plus de précision. La distribution de taille du mélange est reconstituée à partir de celle des deux sous-populations. En effet, la granulométrie laser peine à caractériser des poudres ou la distribution granulométrique est trop étalée. Les deux mesures sur les sous-populations sont donc plus précises qu'une mesure directe globale.

Les échantillons ainsi préparés sont donc ensuite caractérisés par granulométrie laser. Le fluide de dispersion utilisé est l'éthanol, des études précédentes faisant craindre que la réaction du clinker avec l'eau puisse fausser les résultats, et ce même sur les échelles de temps très courtes nécessaires à la mesure. La dispersion de l'échantillon est assurée par un système de canne à ultrasons, ainsi que par le système mélangeur et pompe assurant la mise en circulation du fluide dans l'appareil.
Les derniers agglomérats encore présents dans les échantillons sont probablement détruits au moment de la mesure. Pour nous en assurer, nous avons laissé plusieurs échantillons dans le système en fonctionnement, la canne à ultrasons, la pompe et le système de mélange réglés à leur puissance maximale. Aucune dérive de la mesure n'a pu être observée au cours du temps, ce qui aurait été le signe d'agglomérats résiduels peu à peu désintégrés dans le système en fonctionnement. Nous sommes donc assez certains qu'il n'y a plus d'agglomérats en quantités significatives passés les premiers instants de la mise en suspension des particules. On a cependant toujours respecté un délai d'une minute entre la mise en suspension de l'échantillon et la mesure, pour s'assurer de cette redispersion.

5.2.3 Résultats type, Reproductibilité

Nous donnons maintenant un aperçu des résultats types obtenus et discutons de leur reproductibilité.
Les Figures 5.8 et 5.9 représentent l'évolution de la contrainte principale, jusqu'à 280 MPa, en fonction de la fraction solide ($1 - \phi$, où ϕ est la porosité), dans le cas de deux fractions monodisperse de clinker (1.0-1.25 mm, et 250-300 μm, clinker usine Lafarge de Saint-Pierre-La-Cour). Cette représentation est préférée à une représentation en fonction de la déformation afin de tenir compte des différences initiales de densité entre les échantillons. La Figure 5.10 représente les premiers instants de la compression, au moment de la mise en contact du piston avec la matière et des premières ruptures. L'allure de ces courbes a déjà été discutée, en 3.1.2.
Les courbes sont étalonnées à partir de la porosité finale mesurée. La porosité de l'échantillon à la pression maximale est assimilée à cette valeur de fin d'essai, les valeurs en cours d'essai se déterminant à partir de cette valeur et de la déformation mesurée. Cette méthode

élimine la contribution des déformations élastiques de la matière. Les déformations élastiques de la cellule sont elles-aussi éliminées, par soustraction de la valeur obtenue lors d'essais sur la cellule à vide. Dans tous les cas, ces déformations élastiques restent de second ordre devant les déformations irréversibles (de l'ordre de 0.3 mm à 300 MPa pour les déformations de la cellule). Enfin, la porosité finale est préférée à la porosité initiale comme référence, car elle est plus reproductible d'un essai à l'autre et plus précisément mesurée du fait d'une meilleure planéité. Cela permet aussi de limiter l'impact des valeurs mesurées dans les premiers instants de la compression, sujettes aux aléas de la mise en contact piston-matière (Figure 5.10), voire carrément ignorée pour les pressions élevées, le système ne mesurant les déformations qu'à partir de 5 MPa.
Comme l'illustre bien les Figures 5.8 et 5.9, la reproductibilité de cet essai pose quelques soucis. Des écarts sur la valeur de la contrainte jusqu'à 10% et sur la porosité jusqu'à 0.02 sont courants. Beaucoup d'explications peuvent expliquer tout ou partie de ces problèmes : précisions insuffisantes des capteurs ou de la mesure de l'épaisseur finale de l'échantillon, préparation de l'empilement de départ insuffisamment reproductible, grande sensibilité de l'essai à des perturbations initiales, effets mécaniques du à un défaut d'alignement ou aux frottements de la cellule... Ni une homogénéisation soigneuse des produits initiaux, ni le fait de recourir à des échantillons plus grands n'ont permis de pleinement régler le problème. Pour tenir compte de cette difficulté, les tests de compression ne sont jamais réalisés de manière isolée : une série de 3 essais minimum est requise, et seule la courbe médiane est retenue.

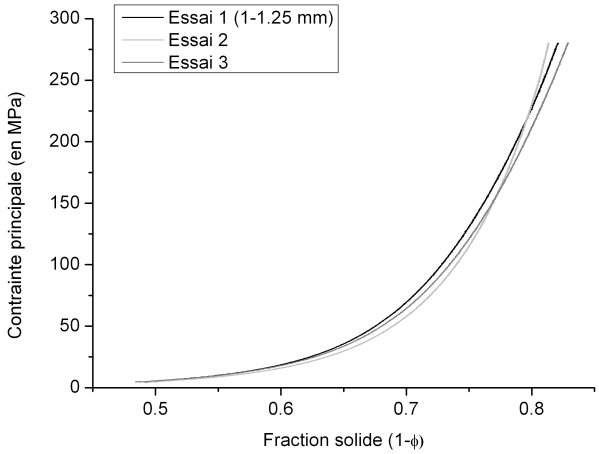

FIGURE 5.8 – Contrainte principale en fonction de la fraction solide, fraction clinker 1-1.25 mm, 0 à 280 MPa)

Les Figures 5.11 et 5.12 présentent les granulométries mesurées pour ces mêmes essais. Les distributions de taille sont systématiquement présentées sous forme cumulées, la valeur donnée par le graphique se lisant comme la proportion de particules passant un

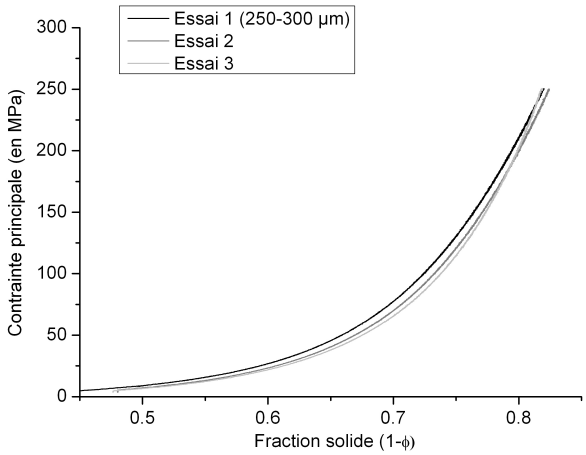

FIGURE 5.9 – Contrainte principale en fonction de la fraction solide, fraction clinker 250-300 μm, 0 à 250 MPa)

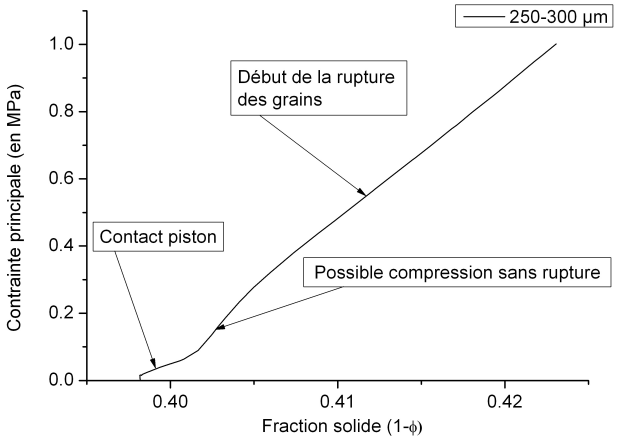

FIGURE 5.10 – Contrainte principale en fonction de la fraction solide, fraction clinker 250-300 μm, 0 à 1 MPa)

tamis fictif de la taille indiquée. La reproductibilité est dans l'ensemble satisfaisante, et conforme à ce que l'on peut attendre d'une mesure de granulométrie de poudres, où les problèmes d'échantillonnage sont toujours délicats à résoudre. Un contrôle visuel sur les 3 distributions est effectué et une divergence maximale de 5 points entre les distributions extrêmes est tolérée. Dans les quelques cas ou cette valeur était dépassée, une nouvelle mesure était commandée sur l'échantillon en question, permettant le plus souvent à régler le problème. La moyenne des trois distributions est considérée pour le résultat final.

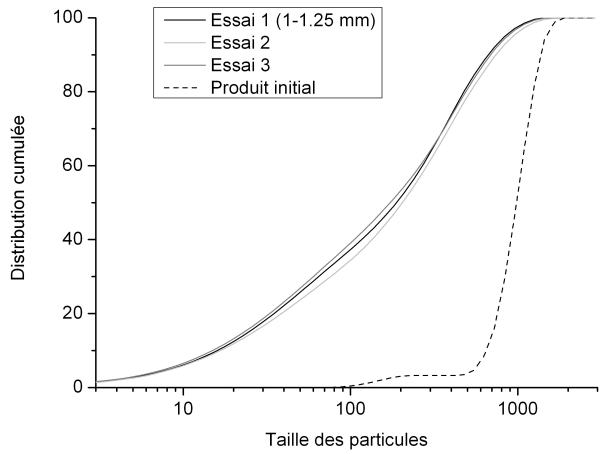

FIGURE 5.11 – Distribution de taille du produit formé. 3 essais, Clinker 1-1.25 mm, 280 MPa

Les quantités de matière utilisées par essai variaient pour les premiers tests de 100 à 200 g. Pour cette quantité, l'épaisseur typique du lit en début d'expérience varie d'environ 1.5 cm à 3 cm (et en fonction de la densité initiale de la poudre, évidemment). Ces dimensions respectent les conditions énoncées par Schönert en termes de rapport entre taille des particules et dimensions du système présentées en **??** (Equation 3.1), et ce pour toutes les tailles de particules testées (< 3.15 mm, toujours <2.5 mm lors des essais sur fractions monodisperses). Le diamètre de la cellule (8 cm) a lui aussi été choisi pour respecter ces limites de dimension.
L'effet de la quantité de matière par essai a été évalué sur un clinker concassé et tamisé < 3.15 mm (clinker usine Lafarge du Teil). D'éventuelles différences pourraient provenir d'un changement de l'impact relatif des effets de bord du fait de la modification de l'épaisseur de l'échantillon. Les compressions ont été réalisées jusqu'à des pressions de 300 MPa, soit les plus importantes jamais utilisées dans l'étude, pour des échantillons de 100, 150, 200, 250 et 300 g. 3 essais ont été réalisés pour chaque taille d'échantillon. Aucun effet notable n'a pu être observé, que ce soit sur la granulométrie des produits formés ou la courbe contrainte-déformation. La seule différence pourrait être une dispersion des résultats légèrement plus importante avec un échantillon de 100 g, bien qu'il soit difficile

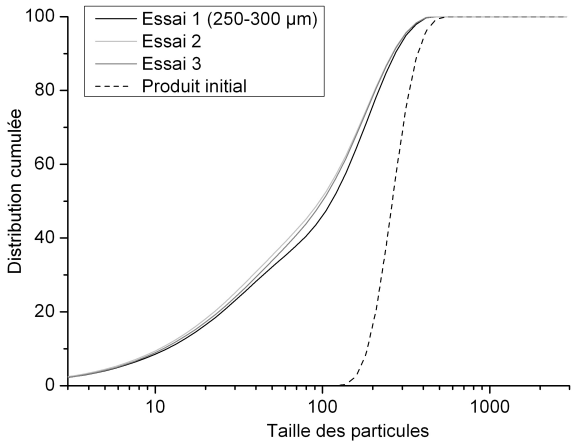

FIGURE 5.12 – Distribution de taille du produit formé. 3 essais, Clinker 250-300 μm, 250 MPa

de conclure à ce sujet à partir de seulement 3 essais par taille d'échantillon.
Cette absence de différence notable explique que nous ayons par la suite privilégié des échantillons de 100 g seulement, afin de limiter la dépense en matières premières, et de faciliter l'acquisition de la courbe contraintes/déformation (des échantillons de grande taille se déforment plus, ce qui pouvait poser problème sur certains essais au niveau de la course maximale du capteur).

5.3 Application du modèle PBM

Nous considérons $n = 40$ classes de taille, suivant une progression logarithmique, de 0-3 μm pour les plus fines à 2.1-2.5 mm pour les plus grossières. On considère une granulométrie initiale, constituée de la proportion de particules dans chaque classe de taille, et une densité initiale correspondante.
On applique le modèle de manière itérative selon l'expression 5.3, en diminuant progressivement la porosité (le pas de porosité est de 10^{-4}). Les matrices de sélection $\underline{\underline{\boldsymbol{S}}}$ et de répartition $\underline{\underline{\boldsymbol{B}}}$ dépendent de la porosité et sont re-calculées à chaque itération.
On remarquera que le modèle ne fait intervenir ni la contrainte exercée sur la matière, ni l'énergie apportée au système. Ces données peuvent bien sur être retrouvées à partir des données expérimentales dans la mesure où l'on dispose des densités initiales et finales, ainsi que de la courbe contrainte/déformation lors de l'essai de compaction.

Dans un premier temps, les matrices $\underline{\underline{\boldsymbol{S}}}$ et $\underline{\underline{\boldsymbol{B}}}$ sont déterminées pour un matériau donné à partir d'une banque d'essais réalisés sur des fractions monodisperses. Nous décrivons la procédure adoptée en 5.3.1. On confronte ensuite le modèle ainsi calibré à des essais réa-

lisés sur des fractions polydisperses afin de tester sa capacité prédictive. Nous présentons ces résultats en 5.3.2.

5.3.1 Procédure de calibrage du modèle

La procédure de calibrage repose donc sur des essais sur fractions monodisperses. Le modèle a été appliqué à 3 matériaux différents :

- Un clinker de ciment, provenant de l'usine Lafarge de Saint Pierre La Cour (France)
- Un sable calcaire, provenant de la carrière Lafarge de Baxais (France)
- Un sable de quartz, fourni par la société Imerys Ceramics France

Le calibrage du modèle sur le clinker est effectué sur la base d'une banque d'essais volontairement très complète : 5 classes de tailles, 11 pressions, soit 165 essais en intégrant la répétition par 3 fois de chaque essais pour la reproductibilité. Le but était de disposer d'une base volontairement large, afin de s'assurer au mieux de la calibration du modèle, ou d'être suffisamment complets si l'approche devait être modifiée à posteriori.
L'application du modèle au calcaire et au quartz a été effectuée sur une banque d'essais plus réduite (4 classes de tailles, 4 pressions, 48 essais pour chaque matière), et visait à démontrer les capacités du modèle sur d'autres matériaux et dans des conditions moins idéales que pour le clinker.
Ces matériaux ont l'avantage de présenter des caractéristiques mécaniques très différentes. Le calcaire est un matériau peu résistant, mais aussi susceptible de se déformer plastiquement du fait de sa faible dureté (dureté Mohs de 3). Le quartz est au contraire très résistant et très cassant (dureté Mohs de 7). Le clinker présente des propriétés intermédiare de ce point de vue (dureté Mohs de 5).
Le tableau 5.1 récapitule les esais réalisés en monodisperse. Tous les échantillons considérés ont une masse de 100 g.

Matériau	classes de taille	Pressions
Clinker	2-2.5 mm, 1-1.25 mm, 500-600 μm	1.5, 3, 5, 8.8, 14, 23, 33.8, 55, 100, 166, 280 MPa
	250-300 μm, 100-125 μm	1.5, 3, 5, 9, 14.2, 24, 36.4, 53, 90, 137, 250 MPa
Calcaire	1.25-1.6 mm, 600-800 μm, 315-400 μm, 125-160 μm	3, 15, 60, 180 MPa
Quartz	1.25-1.6 mm, 600-800 μm, 315-400 μm, 125-160 μm	3, 15, 60, 180 MPa

TABLE 5.1 – Récapitulatif des essais réalisés sur fractions monodisperses

La Figure 5.13 présente en exemple les granulométries observées pour la série d'essais sur la fraction 1-1.25 mm de clinker. On observe que la finesse augmente régulièrement avec la pression exercée, et que la résolution de la caractérisation de taille est suffisante pour distinguer les différents cas de figure. (même si on a pu constater quelques rares points aberrants, sur d'autres fractions, sans doute dus à des imprécisions de mesure).
La Figure 5.14 représente les granulométries des particules fragmentées (on a enlevé les particules initiales non fragmentées par tamisage). On constate que la finesse de ces fragments augmente elle-aussi régulièrement. Cela nous parait en contradiction manifeste

avec l'idée du broyage en une étape proposée par [Bilgili 2012] (voir 5.1.2). On peut certes toujours estimer que la finesse des fragments formés à partir des particules initiales augmente avec la pression et la densité. C'est du reste une hypothèse que nous adoptons par la suite. Mais il est aussi probable que cette importante augmentation de finesse est pour l'essentiel due à la re-fragmentation d'une partie des particules.

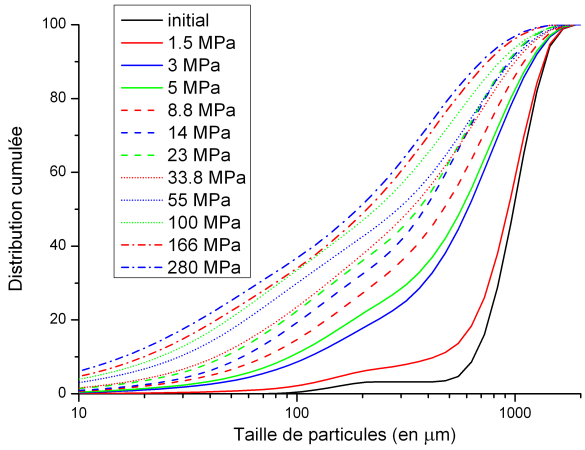

FIGURE 5.13 – Granulométrie observée pour différentes pressions, fraction 1-1.25 mm de clinker

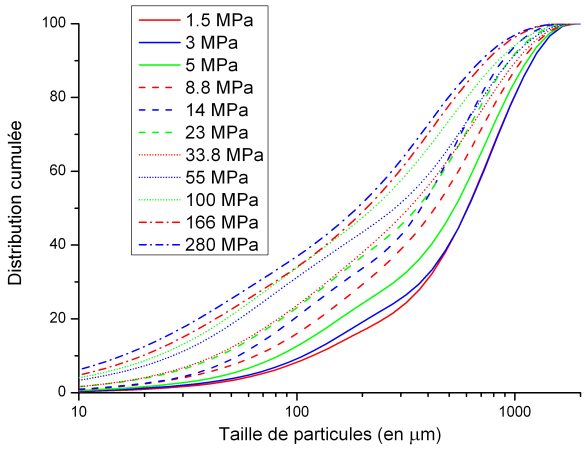

FIGURE 5.14 – Granulométrie des fragments (particules initiales exclues) pour différentes pressions, fraction 1-1.25 mm de clinker

5.3.1.1 Evaluation du taux de sélection

La première donnée de ces essais est le pourcentage de particules initales brisées au cours de l'essai, $F(\phi)$. Comme évoqué en 5.2.2 cette quantité peut être évaluée exactement à l'aide d'un simple tamisage dans le cas d'un essai sur fraction monodisperse. Le taux marginal de sélection (le taux de rupture par unité de porosité) $S(\phi)$ est alors défini de la manière suivante 5.6 :

$$S(\phi) = \frac{\frac{\partial F(\phi)}{\partial \phi}}{F(\phi)} \tag{5.6}$$

Calculé sous cette forme, $S(\phi)$ est très sensible au bruit sur la mesure de $F(\phi)$. Afin de rémédier à cela, nous adoptons une forme "lissée" pour $F(\phi)$: nous faisons correspondre aux données expérimentales une fonction de forme régulière à partir de laquelle est calculée $S(\phi)$. On limite ainsi les irrégularités sur celle-ci. La forme adoptée est $A_1 \times \phi^{A_2} + A_3$, le triplet (A_1, A_2, A_3) étant ajusté pour correspondre aux données.
Les données expérimentales et leur approximation régulière est donnée Figure 5.15, sur un exemple. On constate que cette approximation reproduit assez fidèlement les points expérimentaux. Dans le cas du calcaire et du quartz, où l'on ne dispsoe que de 4 points expérimentaux par classe de taille, cette procédure de lissage semble par contre beaucoup moins fiable.
Les taux de sélection $S(\phi)$ calculés de cette manière sont représentés Figure 5.16, pour trois fractions monodisperses de clinker. On note que ce taux décroit globalement avec la densification. Il est par contre difficile de dégager une tendance en fonction de la taille des particules initiales.

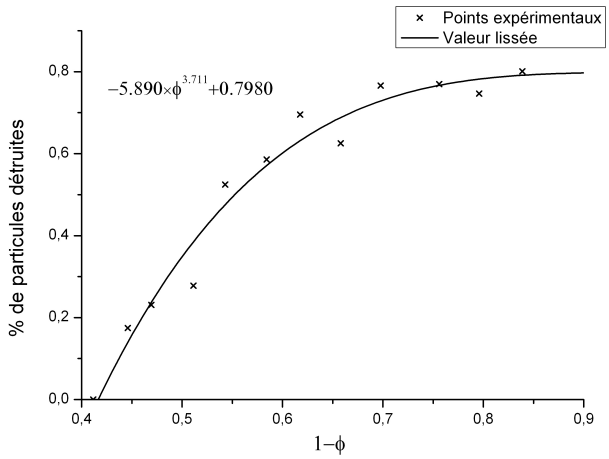

FIGURE 5.15 – Proportion de particules détruites ($F(\phi)$) en fonction de la densité ($1 - \phi$), pour la fraction de clinker 500-600 μm. Points expérimentaux et approximation régulière.

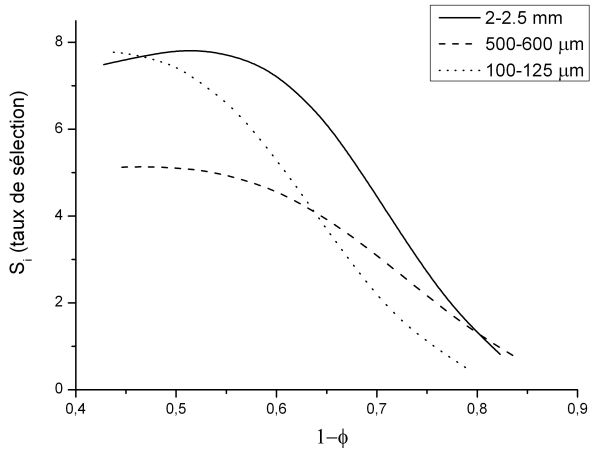

FIGURE 5.16 – Taux de sélection ($S(\phi)$) en fonction de la densité ($1-\phi$), pour les fraction de clinker 2-2.5 mm, 500-600 μm, 100-125 μm.

Comme présenté en 5.1.3, le modèle PBM repose sur l'hypothèse que ce taux de sélection en fonction de la densité s'applique à tout type de mélange granulaire. En particulier, que ces taux mesurés sur fractions monodisperses sont généralisables à des mélanges polydisperses.
Nous avons essayé de valider expérimentalement cette hypothèse. Nous considérons deux mélanges fortement polydisperses de clinker :

- 20 % 1-1.25 mm, 80 % 100-500 μm (100 g).
- 20 % 250-300 μm, 80 % <100μm (100 g).

Il s'agit du cas où une fraction monodisperse est noyée dans une matrice de particules fines, largement majoritaire. Le cas est concu de façon à s'éloigner le plus possible du cas monodisperse. Comme pour le cas monodisperses, le taux de disparition des particules les plus grossières peut être mesuré par tamisage. Ces échantillons sont soumis à des pressions de 10, 25, 50, 100 et 200 MPa, et l'on relève la proportion de particules détruites et la densité. On calcule ensuite un taux de sélection moyen entre chaque pression de travail.
Ces taux moyens sont ensuite comparés à ceux estimés à partir des essais monodisperses (Table 5.2 et 5.3). On note un bruit important sur la mesure du taux de sélection en polydisperse : on ne dispose pas de suffisament de points pour appliquer de manière fiable la procédure de lissage utilisée en monodisperse. De plus, les particules de la fraction de taille supérieure ne représentant que 20% de l'échantillon de départ en polydisperse, la mesure de leur taux de disparition est entachée d'une erreur plus importante. Néanmoins, mis à part quelques points aberrants, on constate que les taux de sélections mesurés sont comparables dans les deux situations, au moins en ordre de grandeur.
Même si le constat mériterait certainement d'être nuancé à partir d'une campagne d'essais plus complète, l'hypothèse d'un taux de sélection ne dépendant que de la porosité a donc

été retenue pour la suite.

Pression (polydisperse)	porosité	Taux de sélection moyen (poly.)	taux de sélection moyen (mono.)
10 MPa → 25 MPa	0.4498 → 0.3861	4.960	4.914
25 MPa → 50 MPa	0.3861 → 0.3377	2.565	5.561
50 MPa → 100 MPa	0.3377 → 0.2714	6.461	5.641
100 MPa → 200 MPa	0.2714 → 0.2088	2.874	5.956

Table 5.2 – Taux de sélection moyen en monodisperse et sur les essais de validation en polydisperse, pour différentes plages de porosité, fraction clinker 1-1.25 mm

Pression (polydisperse)	porosité	Taux de sélection moyen (poly.)	taux de sélection moyen (mono.)
10 MPa → 25 MPa	0.4489 → 0.3962	4.057	4.594
25 MPa → 50 MPa	0.3962 → 0.3625	5.523	4.386
50 MPa → 100 MPa	0.3625 → 0.3028	2.681	3.500
100 MPa → 200 MPa	0.3028 → 0.2432	7.563	2.462

Table 5.3 – Taux de sélection moyen en monodisperse et sur les essais de validation en polydisperse, pour différentes plages de porosité, fraction clinker 250-300 μm

Les essais sur fractions monodisperses fournissent ainsi le taux de sélection pour 5 (clinker) ou 4 (calcaire et quartz) fractions différentes. Lorsque les fractions tamisées ne correspondent pas exactement aux classes de taille considérées dans le modèle, on applique les données expérimentales à la classe de taille la plus proche. Le taux de sélection pour les autres classes de taille est extrapolé à partir de ces données par interpolation. Considérons le cas où les taux de sélection $S_a(\phi)$ et $S_b(\phi)$ des classes a et b a été établi expérimentalement. le taux de sélection de la classe i (avec $a < i < b$) est calculé au moyen de l'expression (5.7).
Pour les classes de tailles inférieures à la fraction la plus fine caractérisée expérimentalement, on utilise cette même expression, en considérant pour a et b les deux fractions les plus fines caractérisées (fraction la plus grossière des deux se voit alors attribué un poids négatif dans l'interpolation). Il s'agit d'une extrapolation linéaire aux fractions les plus fines du comportement observé sur les fractions un peu plus grossières. Dans l'idéal, il est bien sûr souhaitable de limiter cette extrapolation en considérant des classes de tailles correspondant au mieux à l'étendue granulométrique étudiée. Produire des fractions monodisperses par tamisage pour des tailles inférieures à 100 μm pose toutefois de sérieux problèmes en pratique, du fait de la diminution de l'efficacité du tamisage pour les fines particules.

$$S_i(\phi) = \frac{b-i}{b-a} S_a(\phi) + \frac{i-a}{b-a} S_b(\phi) \tag{5.7}$$

5.3.1.2 Evaluation des fonctions de répartition et calibrage

La répartition de la taille des fragments issus d'une classe de particules données peut en première approche être considérée constante. La méthode la plus fiable pour l'estimer expérimentalement est alors de considérer la répartition de taille des fragments lors d'un essai à faible pression sur une fraction monodisperse. La fragmentation est alors limitée et il est probable que les fragments proviennent essentiellement de la rupture des particules de la classe initiale, sans re-fragmentation. Il convient toutefois de s'assurer que le taux de fragmentation soit suffisant, afin de ne pas considérer que les particules les plus faibles de l'empilement, susceptible de produire des fragments différents des particules moyennes. En pratique, pour les essais à faible pression retenus, les taux de fragmentation variait de 15 à 35 %, selon les matières et les tailles considérées. Dans un premier temps, nous assimillons donc la fonction de répartition des fragments à la distribution de taille des fragments mesurés lors de nos essais monodisperses, pour la pression la plus faible appliquée. Ainsi formulé, le modèle présente l'avantage de ne reposer que sur des données expérimentales, sans aucun recours à l'optimisation numérique. Nous verrons cependant en 5.3.2 que l'hypothèse d'une répartition des fragments indépendante de ϕ se révèle beaucoup trop grossière pour rendre compte des résultats expérimentaux.

Il convient donc d'introduire une dépendance de cette répartition des fragments en la porosité ϕ. On considère $B_i(\phi, x)$ la fonction de répartition des fragments de la classe i sur les tailles x. On estime connaitre sa valeur $B_i^{init}(x)$ pour une porosité donnée, à faible pression (toujours à partir des essais sur fractions monodisperses). On considère que cette fonction est progressivement "déformée" avec l'évolution de ϕ. Plus précisément, les fonctions de répartition (et les granulométries en général, d'ailleurs), sont implémentées dans le modèle sous la forme de composées de deux distributions de Rosin-Rammler (le nom spécifique donnée à la distribution de Weibull lorsqu'elle est appliquée aux granulométries). En répartition cumulée, on a donc (5.8) :

$$B_i(\phi, x) = 1 - p_i e^{-(x/\lambda_{1,i})^{k_{1,i}}} - (1 - p_i) e^{-(x/\lambda_{2,i})^{k_{2,i}}} \tag{5.8}$$

Les paramètres p_i, $\lambda_{1,i}$, $\lambda_{2,i}$, $k_{1,i}$ et $k_{2,i}$ sont ajustés pour correspondre au mieux aux granulométries mesurées. Cette distribution est tronquée afin de ne considérer que des fragments d'une taille $j < i$.
Cette loi n'a pas à priori de signification physique particulière, et répond simplement au besoin de manipuler des expressions paramétriques simples pour les courbres granulométriques. Elle présente l'avantage d'être suffisament souple pour correspondre quasiment parfaitement à toutes les distributions de taille considérées dans cete étude.
Nous considérons que ces paramètres peuvent se déduire de leurs valeurs initiales p_i^{init}, $\lambda_{1,i}^{init}$, $\lambda_{2,i}^{init}$, $k_{1,i}^{init}$ et $k_{2,i}^{init}$ selon la transformation suivante (5.9) :

$$\begin{aligned} p_i &= p_i^{init} \\ k_{1,i},\ k_{2,i} &= \beta_i(\phi)k_{1,i}^{init},\ \beta_i(\phi)k_{2,i}^{init} \\ \lambda_{1,i},\ \lambda_{2,i} &= \ln(10)^{(\frac{1}{k_{1,i}^{init}}-\frac{1}{k_{1,i}})}\lambda_{1,i}^{init},\ \ln(10)^{(\frac{1}{k_{2,i}^{init}}-\frac{1}{k_{2,i}})}\lambda_{2,i}^{init}\lambda_{2,i}^{init} \end{aligned} \tag{5.9}$$

$k_{1,i}$ et $k_{2,i}$ sont les paramètres de forme des distributions de Rosin-Rammler. La multiplication par le facteur $\beta_i(\phi)$ consiste donc à élargir (si $\beta_i(\phi) < 1$) ou au contraire rendre plus étroite (si $\beta_i(\phi) > 1$) la distribution des fragments formés. L'opération sur les facteurs $\lambda_{1,i}$ et $\lambda_{2,i}$ vise à conserver le d_{90} (par défintion, la valeur telle que 90% de la masse de particules soit d'une taille inférieure à d_{90}). Cette transformation permet de jouer sur l'étalement de la courbe par l'intermédiaire des paramètres de formes, tout en s'assurant que la borne supérieure (en fait, ici, le d_{90}), ne varie pas.
Considérer des valeurs de $\beta_i(\phi)$ indépendantes conduirait à considérer beaucoup trop de paramètres libres (plusieurs par classes de taille !). Il faut donc définir une règle de normalisation. Nous avons choisi d'adopter une convention faisant intervenir la notion de surface spécifique SS_i (5.11) :

$$SS_i(\phi) = \int_0^\infty \frac{6}{x}\frac{\partial B_i(\phi, x)}{\partial x}dx \tag{5.10}$$

SS_i décrit donc la surface spécifique d'une poudre de granulométrie cumulée $B_i(\phi, x)$ (en supposant les particules sphériques et de diamètre x). On définit $\alpha_i(\phi)$, le rapport entre la surface spécifique de la fonction de répartition et celle de sa forme initiale (**??**) :

$$SS_i(\phi) = \alpha_i(\phi)SS_i^{init} \tag{5.11}$$

La règle de normalisation adoptée consiste à postuler que ce facteur $\alpha_i(\phi)$ est le même pour toutes les classes de tailles (5.12) :

$$\forall i, \qquad \alpha_i(\phi) = \alpha(\phi) \tag{5.12}$$

Les facteurs $\beta_i(\phi)$ ne sont alors plus indépendants : on considère un unique facteur $\alpha(\phi)$, et on calcule pour chaque classe de taille le facteur $\beta_i(\phi)$ de manière à ce que (5.11) et (5.12) soient satisfaites.

Cette règle de normalisation est basée sur le lien entre surface spécifique et énergie. En effet, en mécanique de la rupture, l'énergie consommée est proportionelle à la surface créée (voir 2.3.2). on peut donc considérer que le facteur $\alpha_i(\phi)$ est un indicateur de l'évolution de la quantité d'énergie consommée dans la création de fissures lors de la rupture d'une particule de taille i. La relation 5.12 revient alors à considérer que cette évolution serait gouvernée par des facteurs indépendants de la taille des particules.
On peut s'attendre par exemple à ce que la quantité d'énergie élastique emmagasinée

dans la matière joue un rôle clé, puisque c'est cette énergie qui est (au moins en partie) utilisée lors de la fragmentation des particules (voir le Chapitre 4, et notamment l'étude énergétique en 4.4). Considérer un facteur $\alpha(\phi)$ unique revient alors à supposer un stockage et une utilisation relativement équitable de cette énergie élastique entre les classes de taille. C'est sans doute faux dans l'absolu, mais constitue une approximation raisonnable au premier ordre.
Toujours selon ce même argument, on s'attend à ce que le facteur $\alpha(\phi)$ augmente lorsque ϕ diminue, tandis que les ruptures ont lieu pour des valeurs de la contrainte (et donc de l'énergie élastique stockée) toujours plus élevées.

Cette hypothèse permet en tout cas de faire varier les fonctions de répartition $B_i(\phi, j)$ avec la porosité d'une manière réaliste et cohérente d'une classe de taille à une autre. La Figure 5.17 illustre l'effet d'une variation de alpha sur une fonction de répartition $B_i(\phi, j)$ (clinker, fraction 1-1.25 mm). On y voit la fonction de de répartion initiale, $B_i^{init}(x)$, ainsi que sa forme déformée pour $\alpha = 5$, soit une valeur autour du maximum considéré en pratique dans cette étude. On voit que la forme de la distribution est globalement respectée, l'augmentation de α permettant cependant d'augmenter la part de fines particules dans des proportions importantes.

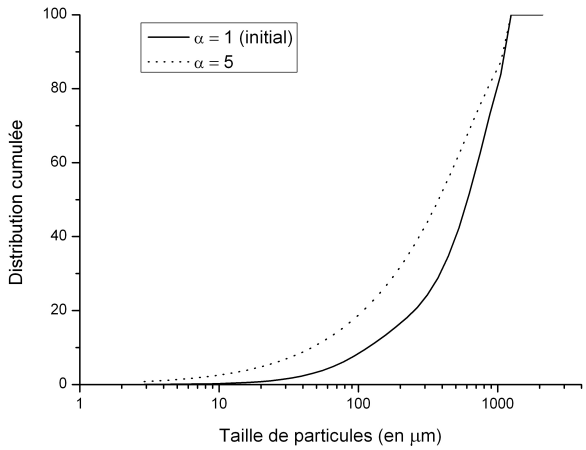

FIGURE 5.17 – Taux de sélection ($S(\phi)$) en fonction de la densité ($1 - \phi$), pour les fraction de clinker 2-2.5 mm, 500-600 μm, 100-125 μm.

Les fonctions $B_i^{init}(x)$ sont déterminées expérimentalement pour les classes pour lesquelles on dispose d'essais sur fractions monodisperse. Pour les autres, on utilise un système d'interpolation semblable à celui utilisé pour les fonctions de sélection (voir 5.3.1.1), permettant d'extrapoler les résultats des essais monodisperses aux classes de taille voisines.
Il reste enfin à évaluer la fonction $\alpha(\phi)$ qui gouverne l'évolution avec la porosité de la

fonction de répartition. On a pour cela recours à l'optimisation numérique sur les résultats établis en monodisperse.
Considérons deux essais sur fractions monodisperses réalisés à des pressions proches. On dispose d'une granulométrie "de départ" à la porosité ϕ_a, et d'une granulométrie "d'arrivée" à la porosité ϕ_b. On considère que α est constant entre ϕ_a et ϕ_b, supposés proches. On applique alors le modèle à la granulométrie de départ en ϕ_a, pour une évolution de porosité entre ϕ_a et ϕ_b, pour une valeur de α fixée. Par optimisation numérique, on détermine quelle valeur de α permet de reproduire au mieux l'évolution de la granulométrie de l'état de départ vers l'état d'arrivée. La valeur de α ainsi déterminée est considérée comme une "mesure" de $\alpha(\phi)$ en $\phi = (\phi_a + \phi_b)/2$.

En appliquant ce principe à tous les intervalles de porosité disponibles dans les banques d'essais sur fraction monodisperse, on obtient toute une série d'évaluations de α pour différentes valeurs de ϕ (50 points pour le clinker, 12 pour le calcaire et pour le quartz). Les points jugés aberrants ($\alpha < 1$, et $\phi < 0.3$ ou $\alpha > 10$) sont écartés, mais ceux-ci sont peu nombreux (4 sur 50 pour le clinker, 1 sur 12 pour le calcaire, 2 sur 12 pour le quartz), et concernent essentiellement les hautes pressions où les faibles évolutions de granulométrie deviennent difficile à évaluer précisément.
On choisit d'adopter pour $\alpha(phi)$ une forme simple, ajustée pour correspondre aux données ($B_1 \times (1-\phi)^{B_2} + B_3$, optimisation sur (B_1, B_2, B_3)). On rajoute la contrainte que $\alpha(\phi = \phi_0) = 1$, où ϕ_0 est la porosité initiale d'un échantillon monodisperse d'une des classes de taille (le choix de la classe de taille a peu d'importance, cette donnée varie assez peu pour les différentes classes monodisperses). Cette contrainte vise simplement à rendre compte que la mesure de la fonction de répartition aux faibles pressions a valeur de référence. En tenant compte de la contrainte, L'optimisation numérique se fait donc sur 2 paramètres libres uniquement.
Les Figures 5.18, 5.19 et 5.20 présentent les valeurs estimées de $\alpha(\phi)$, respectivement pour le clinker et le calcaire, ainsi que la forme simple adoptée. On observe déjà que conformément à ce que l'on pouvait attendre, la tendance globale est à une augmentation de $\alpha(\phi)$ avec l'augmentation de la densité. Dans le cas du clinker, le grand nombre de points disponibles permet de dessiner une tendance claire, et l'estimation moyenne parait solide. Le nombre de points plus faible dans le cas du calcaire et du quartz ne permet par contre guère plus que de dessiner une tendance générale.

5.3.2 Test de la capacité prédictive sur échantillons polydisperses

La procédure décrite en 5.3.1 permet de calibrer au mieux le modèle proposé à partir d'une banque d'essais sur des fractions monodisperses. L'objectif reste cependant de vérifier la capacité prédictive du modèle pour n'importe quelle granulométrie de départ.
Nous avons réalisé un certain nombre d'essais sur des fractions polydisperses des matériaux déjà caractérisés, et vérifié dans quelle mesure le modèle était à même de rendre compte de l'évolution de taille. Nous insistons sur ce point : la procédure de calibrage ne tient aucun compte de ces essais. Il s'agit donc d'un test "à l'aveugle", au moins en ce qui

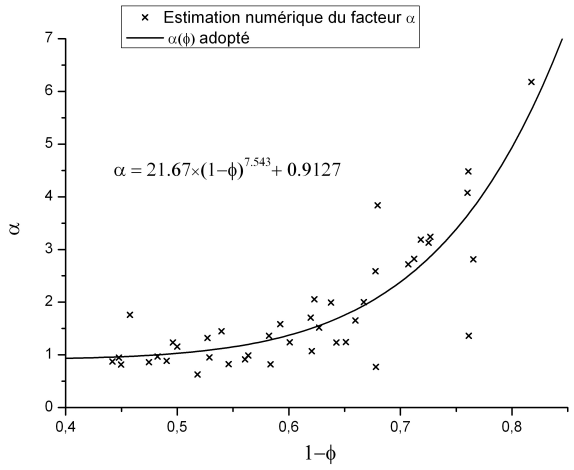

FIGURE 5.18 – Paramètre α en fonction de la densité, cas du clinker. Estimations numériques et estimation moyenne

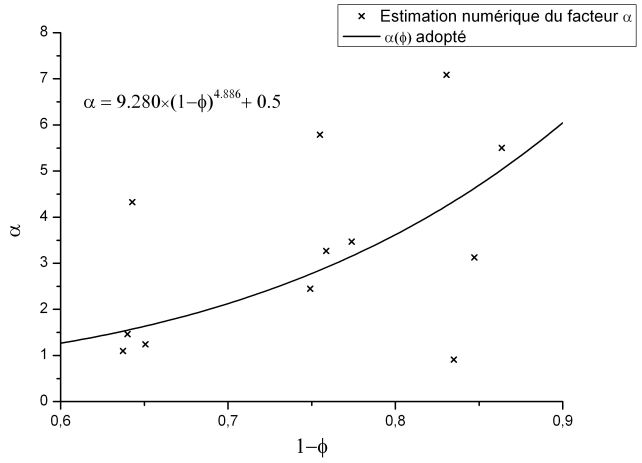

FIGURE 5.19 – Paramètre α en fonction de la densité, cas du calcaire. Estimations numériques et estimation moyenne

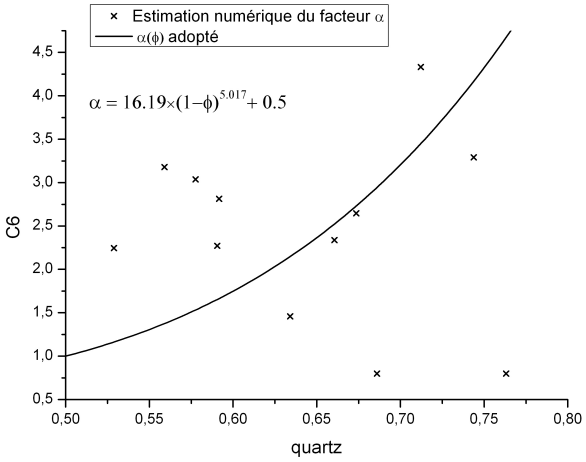

FIGURE 5.20 – Paramètre α en fonction de la densité, cas du quartz. Estimations numériques et estimation moyenne

concerne les granulométries de départ, et c'est à ce titre que le modèle pourra être qualifié de prédictif lorsque le résultat de la simulation est conforme aux données expérimentales. Les essais réalisés sont récapitulés Table 5.5. Ces fractions sont toutes composées sur le même modèle : 20 % d'une fraction monodisperse grossière, au milieu d'une matrice de particules plus fines. L'objectif était de fournir des cas de figure à la fois sensiblement différents du cas monodisperse, et présentant une granulométrie irrégulière.

Matériau	Mélange	n° du mélange	Pressions
Clinker	20 % 1-1.25 mm, 80 % 100-500 μm	1.1	25 et 100 MPa
	20 % 250-300 μm, 80 % <100 μm	1.2	25 et 100 MPa
Calcaire	20 % 1.25-1.6 mm, 80 % 315-630 μm	2.1	25 et 100 MPa
	20 % 600-800 μm, 80 % 125-315 μm	2.2	25 et 100 MPa
Quartz	20 % 1.25-1.6 μm, 80 % 0.63-1.25 mm	3.1	25 et 100 MPa
	20 % 630-800 μm, 80 % 315-630 μm	3.2	25 et 100 MPa
	20 % 315-400 μm, 80 % < 160 μm	3.3	25 et 100 MPa

TABLE 5.4 – Récapitulatif des essais réalisés sur mélanges polydisperses

Chaque fraction est testée à deux pressions, 25 et 100 MPa. On rappelle que l'on peut monter à des pressions allant jusqu'à 200 MPa dans les broyeurs industriels. Toutefois, le broyage entre 100 et 200 MPa est souvent peu sensible, et il existe un risque de voir apparaitre des phénomènes non pris en compte dans ce modèle, comme la réagglomération des particules.
La densité et la granulométrie des produits formés sont caractérisées à chaque essai. Le modèle PBM est ensuite appliqué pour mesurer l'évolution de la matière entre 0 et 100 MPa, 0 et 25 MPa, et 25 et 100 MPa, en prenant selon les cas comme point de départ

et d'arrivée les granulométries et les densités des produits à 0 (état initial), 25 et 100 MPa. On caractérise ainsi la capacité du modèle à prédire l'évolution de la matière sur un broyage complet (0-100 MPa), aux faibles pressions (0-25 MPa), et à des pressions plus élevées (25-100 MPa).
La Figure 5.21 présente l'évolution de la granulométrie avec la pression dans le cas du clinker 20 % 1-1.25 mm, 80 % 100-500 μm. Il est capital que la variation de granulométrie entre deux pressions soit suffisament importante, afin de pouvoir distinguer l'évolution réelle du bruit dû à l'erreur de mesure. C'est le cas pour l'ensemble des mélanges retenus. Un mélange de calcaire testé (20 % 315-400 μm, 80 % < 125 μm) a été écarté de l'étude à cause de ce problème : l'évolution de granulométrie, en particulier aux pressions élevées, n'était pas suffisante pour permettre une distinction claire entre les états successifs de la matière.

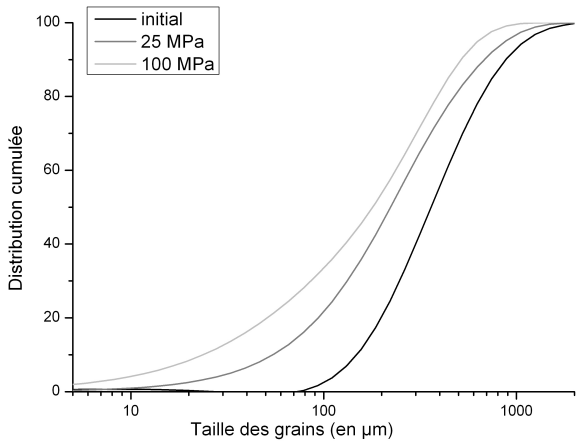

FIGURE 5.21 – Granulométrie mesurée dans le cas du clinker 20 % 1-1.25 mm, 80 % 100-500 μm, à 0 (état initial), 25 et 100 MPa

Pour caractériser objectivement la qualité de la prédiction du modèle, nous définissons une erreur de la manière suivante. Soit $F_0(x)$ la distribution granulométrique cumulée initiale, $F_e(x)$ la granulométrie finale caractérisée expérimentalement, et $F_m(x)$ la granulométrie prédite par le modèle. On définit l'erreur de prédiction ε_m selon la relation (5.13) :

$$\varepsilon_m = \frac{\int_0^\infty |F_e(x) - F_m(x)| d(\ln x)}{\int_0^\infty |F_e(x) - F_0(x)| d(\ln x)} \tag{5.13}$$

Dans (5.13) le numérateur est une mesure de l'écart entre la prédiction du modèle et la distribution attendue, le dénominateur une mesure entre la granulométrie de départ et la granulométrie d'arrivée. ε_m est donc une mesure de l'erreur relative sur la variation de granulométrie, qui peut s'exprimer en %. On considère la distribution sur une échelle

logarithmique (d'où l'intégration en "$d(\ln x)$"), afin de donner une importance équitable à l'évolution de taille dans tous les domaines de taille de particules.

La Table **??** récapitule les valeurs des erreurs obtenues. On distingue deux erreurs selon que l'on applique le modèle avec $\alpha = 1$ (pas de modification de la fonction de répartition), où que l'on utilise la valeur de α optimisée à partir des données expérimentales.
On notera un détail concernant les erreurs reportées : elles sont quasiment systématiquement inférieures pour les intervalles 0-100 MPa par rapport aux intervalles intermédiaires (0-25 MPa et 25-100 MPa). Comme les erreurs sont définies en relatif, elle sont d'autant plus sensible aux erreurs de mesure expérimentales que les granulométries considérées sont proches. L'erreur n'est ainsi pas qu'un indicateur de la précision du modèle, mais aussi de l'incertitude autour de la détermination des granulométries.
Ce bruit de mesure semble introduire une erreur de l'ordre de 5-10 % sur un intervalle 0-100 MPa, 10-15 % sur un intervalle plus réduit. Il s'agit là de simples estimations, méritant d'être nuancées en foncton des granulométries considérées et de la précision de mesure pour différentes matières.

Matériau	Mélange	Intervalle de pression	Intervalle de porosité	erreur α fixe	erreur α variable
Clinker	1.1	0 → 100 MPa	0.5790 → 0.2717	18.60 %	7.95 %
		0 → 25 MPa	0.5790 → 0.3859	7.81 %	10.03 %
		25 → 100 MPa	0.3859 → 0.2717	43.16 %	16.43 %
	1.2	0 → 100 MPa	0.5465 → 0.3031	22.73 %	26.96 %
		0 → 25 MPa	0.5465 → 0.3960	23.24 %	30.30 %
		25 → 100 MPa	0.3960 → 0.3031	38.82 %	28.08 %
Calcaire	2.1	0 → 100 MPa	0.4349 → 0.1780	34.73 %	6.48 %
		0 → 25 MPa	0.4349 → 0.2542	17.00 %	26.46 %
		25 → 100 MPa	0.2542 → 0.1780	74.45 %	38.03 %
	2.2	0 → 100 MPa	0.4353 → 0.1765	47.99 %	19.51 %
		0 → 25 MPa	0.4353 → 0.2690	35.45 %	29.26 %
		25 → 100 MPa	0.2690 → 0.1765	72.30 %	32.21 %
Quartz	3.1	0 → 100 MPa	0.4570 → 0.2399	65.13 %	5.17 %
		0 → 25 MPa	0.4570 → 0.3352	62.13%	10.98 %
		25 → 100 MPa	0.3352 → 0.2399	70.91 %	14.59 %
	3.2	0 → 100 MPa	0.4624 → 0.2584	73.76 %	11.89 %
		0 → 25 MPa	0.4624 → 0.3618	73.73 %	32.48 %
		25 → 100 MPa	0.3618 → 0.2584	77.37 %	5.88 %
	3.3	0 → 100 MPa	0.4616 → 0.3040	74.42 %	15.85 %
		0 → 25 MPa	0.4616 → 0.3831	60.27 %	18.84 %
		25 → 100 MPa	0.3831 → 0.3040	21.53 %	23.45 %

TABLE 5.5 – Récapitulatif des essais réalisés sur mélanges polydisperses

Les Figures 5.22 à 5.27 présentent les résultats du modèle pour le clinker. Il s'agit de résultats avec le modèle complet, avec optimisation du facteur α. La situation est assez contrastée selon que l'on s'intéresse au cas grossier (20 % 1-1.25 mm, 80 % 100-500 μm),

ou au cas fin (20 % 250-300 μm, 80 % <100 μm).
La prédiction est franchement bonne dans le cas grossier (Figures 5.22 à 5.24), aussi bien concernant la prédiction sur 0-100 MPa que celles sur les étapes intermédiaires. L'erreur mesurée est comprise entre 8 et 16%. A ce niveau de précision, on peut même estimer qu'un éventuel écart de prédiction du modèle est impossible à distinguer de l'erreur de mesure sur les résultats expérimentaux.
Sans être catastrophique, La prédiction dans le cas fin est nettement moins satisfaisante (Figures 5.25 à 5.27). L'erreur prend des valeurs plus importantes, entre 27 et 30 %. La plus mauvaise prédiction dans le cas de particules fines n'est pas surprenante. En effet, le modèle est calibré sur des fractions monodisperses pour la plupart plus grossières que celles présentes dans ces échantillons fins. De fait, les deux tiers des essais de calibrage monodisperse réalisés sont inutile pour cet échantillon polydisperse ! De plus, la fragmentation des particules d'une taille inférieure à 100 μm joue probablement un rôle important, alors que leurs propriétés sont déterminées ici à partir d'une extrapolation basée sur le comportement des grains plus grossiers. Il apparait donc capital que le modèle soit ajusté sur des fractions monodisperses représentant au mieux les classes de taille effectivement présentes dans les mélanges que l'on souhaite caractériser par la suite.

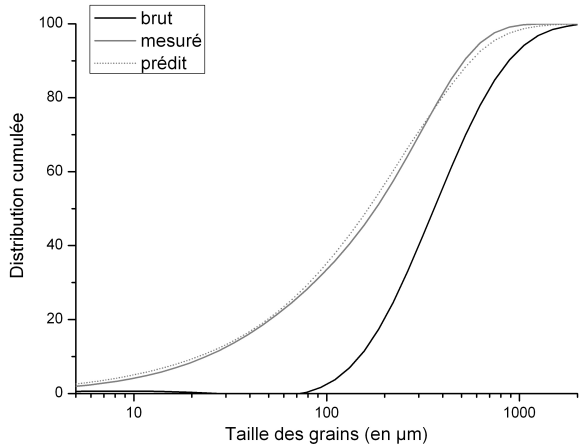

FIGURE 5.22 – Granulométrie de départ, attendue, et prédite par le modèle. Cas du clinker 20 % 1-1.25 mm, 80 % 100-500 μm, 0-100 MPa

Dans le cas du calcaire et du quartz, le modèle a été ajusté à partir d'une base d'essai plus réduite. La qualité de la prédiction est très variable entre les deux matériaux.
Dans le cas du calcaire les prévisions sont assez médiocres. On note des erreurs allant jusqu'à 40 %, et tournant le plus souvent autour de 20 %. La Figure 5.28 illuste ces difficultés : si le comportement global est reproduit en ordre de grandeur, l'écart entre mesure et granulométrie prédite reste important.
Pour le quartz, les prévisions sont de bonne qualité, comparables à celles obtenues dans le cas du clinker, comme l'illustre la Figure 5.29.

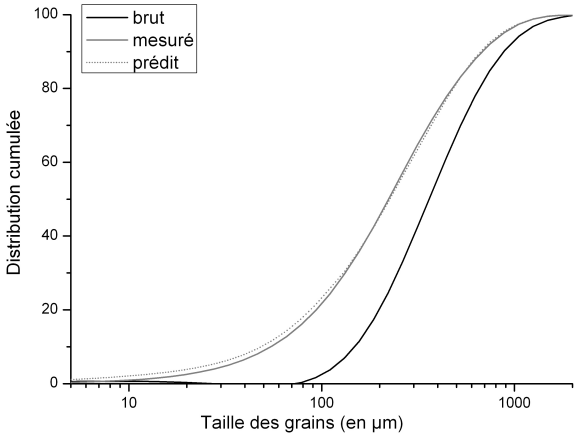

FIGURE 5.23 – Granulométrie de départ, attendue, et prédite par le modèle. Cas du clinker 20 % 1-1.25 mm, 80 % 100-500 μm, 0-25 MPa

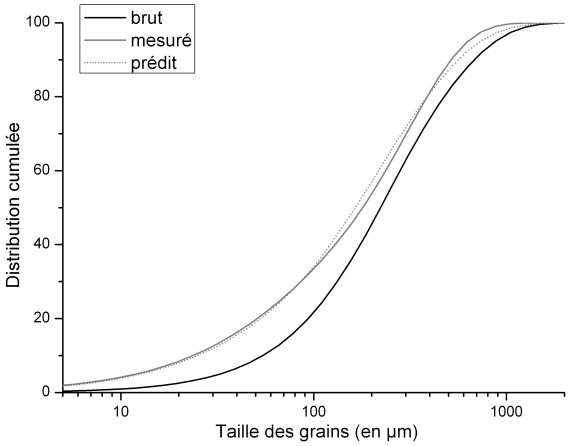

FIGURE 5.24 – Granulométrie de départ, attendue, et prédite par le modèle. Cas du clinker 20 % 1-1.25 mm, 80 % 100-500 μm, 25-100 MPa

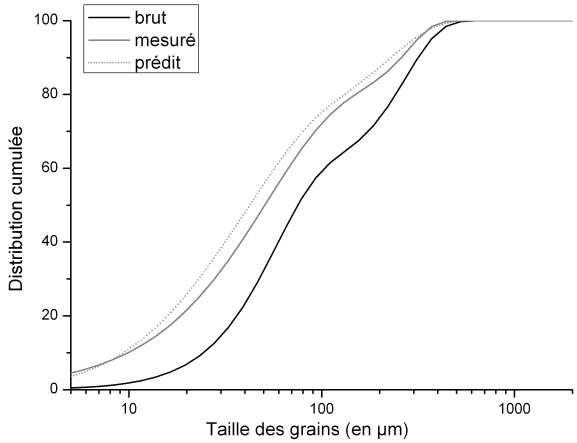

FIGURE 5.25 – Granulométrie de départ, attendue, et prédite par le modèle. Cas du clinker 20 % 250-300 μm, 80 % <100μm, 0-100 MPa

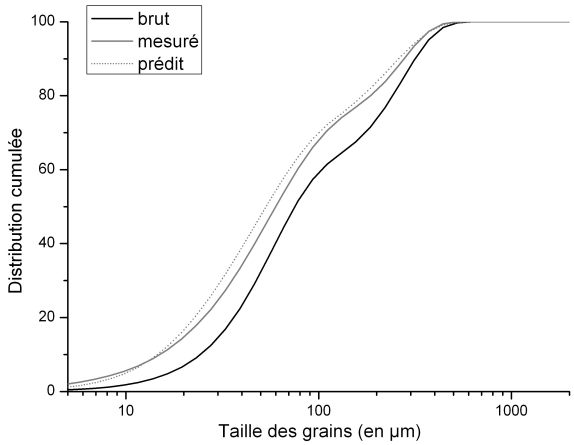

FIGURE 5.26 – Granulométrie de départ, attendue, et prédite par le modèle. Cas du clinker 20 % 250-300 μm, 80 % <100μm, 0-25 MPa

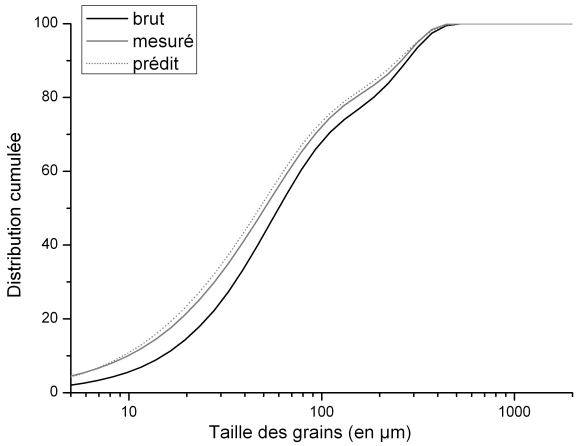

FIGURE 5.27 – Granulométrie de départ, attendue, et prédite par le modèle. Cas du clinker 20 % 250-300 μm, 80 % <100μm, 25-100 MPa

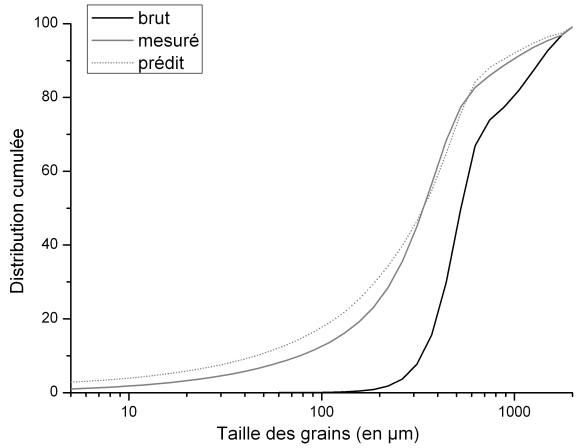

FIGURE 5.28 – Granulométrie de départ, attendue, et prédite par le modèle. Cas du calcaire 20 % 1.25-1.6 mm, 80 % 315-630 μm, 0-25 MPa

Les difficultés rencontrées avec le calcaire peuvent s'expliquer par des raisons expérimentales. En effet, le calcaire a présenté une forte tendance à l'agglomération au cours de la compaction. Désagglomérer et caractériser la matière s'est révélé compliqué, en particulier les opérations de tamisage pour les essais à pression élevées, où l'on a constaté une faible reproductibilité.

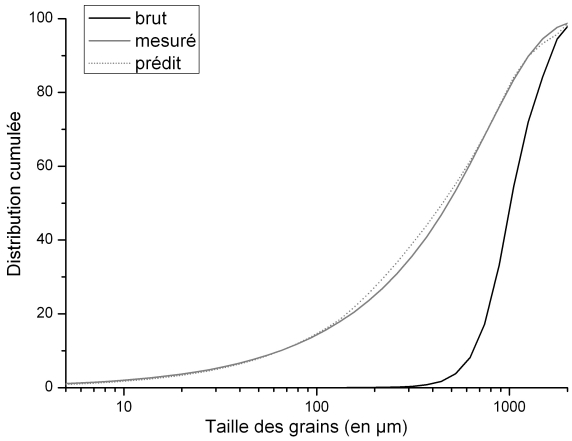

FIGURE 5.29 – Granulométrie de départ, attendue, et prédite par le modèle. Cas du quartz 20 % 1.25-1.6 μm, 80 % 0.63-1.25 mm μm, 25-100 MPa

Certains résultats appraissent ainsi franchement surprenant. La Figure 5.30 représente l'évolution de la granulométrie pour le mélange calcaire 20 % 1.25-1.6 mm, 80 % 315-630 μm. Elle parait assez improbable, en particulier dans le domaine des particules les plus grossières.
Dans ces conditions, la médiocrité de nos prévisions correspondrait à une faible qualité de nos points expérimentaux pour ce matériau, d'autant plus que la banque d'essai était réduite et ne permettait donc pas de lisser d'éventuelles erreurs. Le résultat pourrait donc être amélioré avec un protocole expérimental plus adapté, notamment au niveau de la désagglomération.

D'un point de vue plus fondamental, notre modèle est adapté pour un comportement purement fragile des particules. Toute réagglomération est écartée, par exemple. Nos difficultés à caractériser la fragmentation du calcaire pourrait ainsi provenir d'un comportement fondamentalement non-fragile, en particulier aux hautes pressions et pour les grains les plus fins : défomation plastique, réagglomération... Il est en tout cas intéressant de constater que notre modèle fonctionne bien pour les matériaux les plus fragiles (clinker et quartz), même si ce constat mériterait d'être validé sur un plus grand nombre de matériaux.

Enfin, la question de l'utilité d'utiliser des fonctions de répartition variable (par l'intermédiare de $\alpha(\phi)$) est démontré. Au vu des erreurs reportés Table **??**, l'intérêt semble limité pour le calcaire, mais il est vrai que la faible qualité de la prédiction pour ce matériau n'aide pas à emmettre des conclusions tranchées. Pour le clinker, l'intérêt se fait sentir aux fortes pressions (25-100 MPa), assez logiquement du fait que les fonctions de répartition par défaut sont déterminées à faible pression. Enfin, les prévisions sans modification de α se révèlent absolument catastrophique dans le cas du quartz, comme on peut le constater

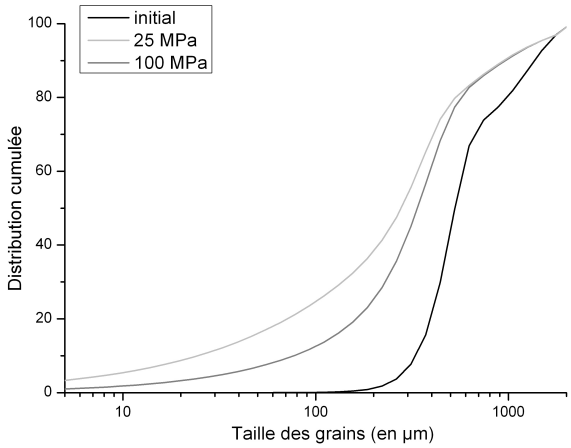

FIGURE 5.30 – Granulométrie mesurée dans le cas du calcaire 20 % 1.25-1.6 mm, 80 % 315-630 μm, à 0 (état initial), 25 et 100 MPa

Figure 5.31.
L'évolution des fonctions de répartition semble donc avérée dans le cas général, ou en tout cas nécessaire pour produire une prédiction correcte dans le cadre de note modèle. Le fait que cet effet soit plus sensible dans le cas du clinker et surtout du quartz semble indiquer que la dureté du matériau jouerait un rôle : pour un matériau cassant, cette évolution de la taille des fragments jouerait un rôle capital par rapport à un matériau plus doux ou la re-fragmentation aurait le rôle clé. Bien sûr, nous manquons là-aussi de données expérimentales pour apporter une réponse catégorique.

En guise de conclusion, concernant cette évaluation du pouvoir prédictif du modèle PBM :

- Les prédictions du modèles sont globalement satisfaisantes. Dans des conditons optimales, on obtient à une précision du modèle du niveau de la précision des caractérisations expérimentales de granulométrie.
- Le mécanisme de correction des fonctions de répartition se révèle indispensable à la précision du modèle, en particulier sur les matériaux cassants (dont le quartz est ici l'exemple).
- La précision relative est d'autant meilleure que l'on considère des évolutions de granulométrie importantes. Cet effet n'a semble-t-il rien à voir avec notre modèle : le poids relatif des erreurs de mesure décroit lorsque les granulométries considérées sont très différentes.
- Le choix des fractions monodisperses servant à la calibration du modèle semble avoir une importance. Ces fractions doivent correspondre au mieux aux espèces effectivement présentes dans les mélanges que l'on souhaite caractériser. Cela peut

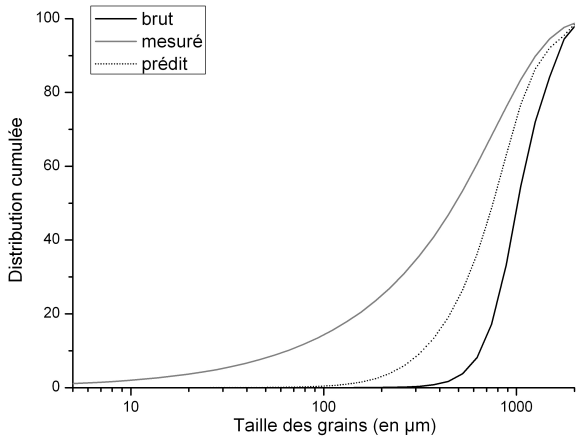

FIGURE 5.31 – Granulométrie de départ, attendue, et prédite par le modèle (cas α fixe). Cas du quartz 20 % 1.25-1.6 μm, 80 % 0.63-1.25 mm μm, 0-100 MPa. On sous-évalue complètement la fragmentation si l'on ne tient pas compte de l'évolution de α.

poser problème dans le cas du broyage fin, puisque l'obtention de fractions monodisperses fines (<100 μm) est très difficile en pratique.

- L'ajustement du modèle s'est révélé meilleur pour des matériaux durs et cassants, comme le quartz ou le clinker, nettement moins bon pour un matériau moins résistant mais moins dur comme le calcaire. Il est difficile de conclure si ce meilleur comportement est lié aux méthodes expérimentales, où à des différences fondamentales de comportement entre ces matériaux.

5.4 Conclusion concernant le modèle PBM

Les modèles par bilans de masse (PBM) servent à représenter les processus de fragmentation : on y définit une cinétique de disparition des différentes classes de taille de particules correpondant à leur rupture, et une distribution des fragments formés par ces procédés de rupture. Si ces modèles sont la norme en matière de simulation des évolutions de granulométrie, ils se révèlent délicats à adapter au broyage par compression, que ce soit le procédé industriel ou la compression oedométrique. En cause, la modification des conditions régnant dans le lit de grains du fait de la compaction, et la difficulté à définir simplement une cinétique de fragmentation.
De fait, les modèles proposés pour représenter l'évolution de la granulométrie en compression, par PBM ou non, sont très rares, et leurs hypothèses physiques souvent discutables. Surtout, aucun ne possède un pouvoir prédicitif au sens où il pourrait être calibré sur quelques essais, puis prédire l'évolution de la taille des grains pour toute granulométrie de départ de cete matière.

Le modèle que nous proposons est un modèle PBM fondé sur l'utilisation de la porosité (ou de la densité) comme variable d'état pertinente pour décrire l'état du système. La cinétique de disparition et la distribution de taille des fragments sont définies comme des fonctions de la porosité uniquement. Cette variable est supposée capturer à la fois l'effet de l'augmentation des contraintes, et celui de la modification de l'environnement granulaire, l'augmentation du nombre de contacts notamment.
Moyennant cette hypothèse, on peut calibrer le modèle pour un matériau donné à partir d'une banque d'essais sur des fractions monodisperses. La cinétique de disparition est alors une donnée expérimentale. L'évolution de la répartition de taille des fragments doit être ajustée par optimisation numérique.
En procédant de cette manière, on dispose théoriquement d'un modèle prédictif : on peut prédire l'évolution de la granulométrie d'un mélange polydisperse en compression, sans ajustements supplémentaires. Cette capacité prédictive du modèle a été testée en compression œdométrique sur trois matériaux différents (un clinker, un quartz et un calcaire), avec un succès variable.
Les prédictions du modèle se révèlent tout à fait satisfaisante lorsque le matériau est dur et cassant, et lorsque l'on dispose de suffisamment d'essais sur des fractions monodisperses correspondant aux tailles effectivement présentes dans le mélange. Lorsque ces condtions optimales sont réunies, la prédiction du modèle est d'une qualité suffisante pour se confondre avec l'incertitude sur la caractérisation expérimentale des granulométries. Même dans des conditions dégradées, la prédiction du modèle reste souvent correcte, au moins en ordre de grandeur.
Ce modèle semble donc proposer une représentation précise et et réaliste des mécanismes de fragmentation en cellule de compression œdométrique.

Sur le plan des limitations, on notera que la procédure de calibrage requiert l'acquisiton d'une banque d'essais importante sur fractions mondisperses. Pour nos trois matériaux, ce fut un travail expérimental lourd qui a necessité le travail d'un opérateur à mi-temps sur presque deux ans pour les essais, et plusieurs semaines de travail du doctorant pour le traitement des données. Définir une procédure de caractérisation plus simple constituerait certainement une amélioration. Il s'agit peut être d'une difficulté intrinsèque au problème : l'évolution de la granulométrie est gouvernée par une cinétique complexe, non linéaire. Il parait difficile de capturer cette complexité sans un nombre suffisant d'essais.
On notera aussi que nos essais, et souvent les installations industrielles, sont pilotés par rapport à la contrainte qu'ils appliquent, qui est la plupart du temps retenue comme la grandeur caractéristique du chargement. Notre modèle fonctionne lui à partir de la donnée de la densité du système, et ignore à priori complètement la contrainte appliquée. Il parait donc d'autant plus important de disposer d'un lien solide entre contrainte et déformation, sous la forme d'une relation empirique, ou d'un modèle micromécanique adapté comme nous en proposons au chapitre 6. Plus fondamentalement, si l'hypothèse d'une cinétique de sélection dépendant essentiellement de la porosité nous parait satisfaisante, faire dépendre la fonction de répartition de la contrainte appliquée (et donc de l'énergie élastique présente dans le système) pourrait être une hypothèse plus pertinente que celle que nous proposons.

Enfin, la validation de ce modèle ne concerne pour l'instant que des essais de compaction œdométrique. L'idéal serait bien sûr de calibrer un tel modèle sur des essais en laboratoire pour une transposition aux systèmes industriels réels. Une telle transposition est à l'étude, même si elle n'a put être testée dans le cadre de cette thèse, et constitue evidemment une perspective intéressante pour l'approche présentée ici.

Chapitre 6

Compression œdométrique : Approche micromécanique

Ce chapitre présente une approche micromécanique visant à prédire le comportement plastique macroscopique du matériau granulaire à partir, à l'échelle microscopique, des propriétés fragiles des grains. Elle est basée sur les techniques d'homogénéisation des milieux aléatoires, plus particulièrement l'application d'un schéma auto-cohérent à des grains avec interfaces imparfaites. Le modèle permet de reproduire l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation, mais laisse de côté la question de l'évolution de la taille des particules en fonction de la compression.
Nous présentons tout d'abord les rares tentatives visant à formuler un modèle plastique du matériau granulaire sur des bases micromécaniques, en particulier dans le cas où c'est la fragilité des particules qui est à l'origine de la déformation macroscopique du matériau. Nous présentons ensuite le principe du schéma d'homogénéisation auto-cohérent, son application à des grains aux interfaces imparfaites, et discutons des avantages d'une telle démarche dans le cas du problème qui nous intéresse.
L'application du schéma auto-cohérent permet de capturer les propriétés élastiques macroscopiques du matériau, puis de dégager des valeurs moyennes estimées de la contrainte dans les grains et au voisinage des contacts. En formulant des critères de rupture fragile à l'échelle des grains, on peut à partir de ces estimations déduire des seuils d'écoulement plastique à l'échelle macroscopique. On déduit de ces seuils l'évolution de la contrainte principale en fonction de la déformation dans le cadre d'un essai de compression œdométrique, dans un cadre élastoplastique, puis dans un cadre rigide plastique une fois établi que les déformations élastiques sont négligeables.
Quatre variantes de ce modèle de base sont proposées (variant de par le critère de rupture retenu et du rôle alloué aux interfaces imparfaites). Nous confrontons ces variantes à des données expérimentales, en étudiant l'adéquation de la prédiction du modèle à ces résultats, après optimisation des paramètres laissé libres. L'adéquation aux données est dans l'ensemble assez bonne, même si nous manquons de données pour réellement conclure à la pertinence physique du modèle, au delà de sa bonne capacité à reproduire les résultats expérimentaux.

Sommaire

6.1 Modélisation micromécanique de la plasticité des assemblées de grains fragiles et homogénéisation 162
6.1.1 Modélisation micromécanique de la plasticité macroscopique des matériaux granulaires 162

6.1.2 Homogénéisation des matériaux aléatoires, schéma auto-cohérent . 163
6.2 Application d'un schéma d'homogénéisation autocohérent au broyage par compression 166
6.2.1 Détermination des propriétés élastiques 166
6.2.2 De la fragilité locale à la définition d'un seuil plastique macroscopique 177
6.2.3 Aspects des critères, dépendance vis à vis des paramètres 182
6.3 Résultats et discussions 188
6.3.1 Variantes du modèle et adaptation aux données expérimentales . . . 188
6.3.2 Discussion de la correspondance modèles/résultats expérimentaux . 194
6.4 Conclusion de l'approche micromécanique 201

6.1 Modélisation micromécanique de la plasticité des assemblées de grains fragiles et homogénéisation

6.1.1 Modélisation micromécanique de la plasticité macroscopique des matériaux granulaires

De très nombreux modèles ont été proposés pour représenter la plasticité des poudres en compression. Quelques références sont proposées en 3.1.3, et notamment une description du modèle le plus couramment utilisé, le modèle de Drucker-Prager/Cap. Mais comme nous le relevons dans ce chapitre, ces modèles restent le plus souvent largement empiriques. Non seulement ils ne permettent pas d'intégrer de manière explicite les propriétés constitutives des grains, mais ils sont le plus souvent complètement indifférents aux micromécanismes sous-tendant la déformation macroscopique.
Il existe une littérature assez abondante concernant la modélisation micromécanique d'un matériau granulaire où les grains se déforment plastiquement. [Arzt 1982] s'intéresse le premier à l'évolution du réseau de contacts (évolution de la surface, création de nouveaux contacts, déplacement de la matière dans les zones indentées), et à son impact sur la compaction. Son modèle se limite cependant à la compression isotrope. [Fleck 1995], généralise l'approche à tout type de chargement en appliquant la méthode de Bishop et Hill ([Bishop 1951]). Ce principe a depuis été repris et appliqué à d'autre problèmes : entre autres, [Bouvard 1993] et [Storåkers 1999] étudient des poudres composites et viscoplastiques, [Henderson 2001] évalue l'impact de l'introduction de l'anisotropie dans les modèles.
Malheureusement, ces modèles reposent tous sur le suivi de l'évolution des contacts entres des particules bien définies, ce qui est logique dans le cas de grains se déformant plastiquement. Ils ne peuvent donc pas facilement être étendus au cas des grains fragiles : le réseau de contacts est alors mal connu, et en perpétuelle recomposition au gré des ruptures.

Les modèles micromécaniques basés sur une rupture fragile des grains sont nettement plus rares, et reposent sur des représentations très simplifiées de la géométrie de l'empilement.

McDowell et Bolton ([McDowell 1996], [McDowell 1998]) s'intéressent à un matériau modèle 2D, composé d'un empilement dense de triangles rectangles. La probabilité de rupture des triangles varie d'un "grain" à l'autre selon une statistique de Weibull et dépend du chargement, du nombre de contacts et de la taille du triangle. L'objet principal de l'étude est l'émergence d'une granulométrie limite fractale, introduit par [Sammis 1984] et évoquée plus longuement en 3.1.4. S'il permet d'éclaircir le rôle du matelassage et des effets d'échelle dans l'émergence d'une granulométrie limite, ce modèle reste cependant trop schématique pour espérer capturer le comportement réel du matériau granulaire.

[Russell 2009] s'intéresse lui à la contrainte dans un grain dans le cas de différents empilements idéalisés. Dans ce cas, le problème est dans chaque cas géométriquement simple, le champ de contraintes étant alors la superposition de plusieurs compressions diamétrales variant par leur intensité et leur orientation. Le champ de contraintes dans une sphère en compression diamétrale est emprunté à [Hiramitsu 1966]. Il considère pour les grains un critère de rupture fragile tiré de [Christensen 2001], qui rappelle par sa forme le critère de rupture de Hœk-Brown ([Hœk 1980]). Les auteurs justifient dans ce cas une rupture au voisinage des contacts et non pas au cœur des grains (voir 3.2.2). Les anisotropies générées par la forme particulière des empilements idéalisés sont ensuite gommées en considérant un empilement dense de telles cellules, selon une orientation aléatoire.
Le modèle proposé permet d'obtenir des surfaces de charges de formes similaires à celles d'autres critères usuels dans le domaine des matériaux granulaires (une comparaison avec le critère de Mohr-Coulomb est notamment effectuée). Cependant, le choix arbitraire de l'empilement idéalisé pèse assez lourdement sur le critère obtenu, ce qui limite la possibilité d'en tirer des conclusions réellement générales.

6.1.2 Homogénéisation des matériaux aléatoires, schéma auto-cohérent

L'approche présentée ici repose sur les techniques d'homogénéisation des milieux aléatoires. On pourra trouver des descriptions détaillées de ce type de techniques chez [Dormieux 2006] ou [Zaoui 2000]. Leur objet est de déterminer les propriétés macroscopiques d'un composite à partir des propriétés de ses constituants et de sa microstructure. Elle permet aussi d'obtenir des valeurs moyennes des champs de contraintes ou de déformations dans les différentes phases. Ces techniques adaptées aux milieux aléatoires se distinguent des méthodes de l'homogénéisation périodique, où l'on exploite l'éventuelle structure régulière du matériau en formulant une hypothèse de périodicité.
L'homogénéisation repose sur une hypothèse de séparation d'échelles. Il faut que l'on puisse définir un Volume Elémentaire Représentatif (VER), tel que :

- Les dimensions caractéristiques du VER sont grandes devant celles de la microstructure : parler des propriétés moyennes du matériau à l'échelle du VER a alors un sens.
- Les dimensions caractéristiques du VER sont petites devant celles de la structure macroscopique : dans l'hypothèse où l'on disposerait des propriétés mécaniques moyennes du VER, on peut alors sans problème se placer dans le cadre de la méca-

nique des milieux continus à l'échelle macroscopique.
La possibilité de définir une telle échelle, dite mésoscopique, repose sur une stricte séparation d'échelles entre la microstructure et le procédé, ou la structure. Dans le cas qui nous intéresse, et pour des grains suffisamment fins (taille en dizaines ou centaines de μm), ces conditions sont réunies en considérant que l'échelle caractéristique du procédé ou de l'essai œdométrique est supérieure au cm.

Plus précisément, si l'on considère un comportement élastique linéaire, le tenseur de rigidité homogénéisé s'écrit (6.1) :

$$\mathbb{C}^{hom} = \sum_{i=1}^{N} f_i \mathbb{C}_i : \overline{\mathbb{A}}_i^{\,i}(\mathbf{z}) \tag{6.1}$$

On note "$\mathbb{A}$" un tenseur d'ordre 4, "$\mathbf{A}$" un tenseur d'ordre 2. $\overline{\mathbb{A}}^{\,i}$ est la moyenne de $\mathbb{A}$ sur la phase i. N est le nombre de phase, f_i la proportion volumique de la phase i, $\mathbb{C}_i$ son tenseur de rigidité et $\mathbb{A}(\mathbf{z})$ un tenseur dit "tenseur de localisation", fonction de la coordonnée spatiale $\mathbf{z}$, tel que la déformation microscopique $\varepsilon(\mathbf{z})$ s'écrivent en fonction de la déformation macroscopique $\boldsymbol{E}$ (6.2) :

$$\boldsymbol{\varepsilon}(\mathbf{z}) = \mathbb{A}(\mathbf{z}) : \boldsymbol{E} \tag{6.2}$$

En pratique, on ne cherche pas à déterminer précisément le tenseur $\mathbb{A}(\mathbf{z})$, car il suffit d'en estimer une valeur moyenne. Pour cela, on a recours à ce que l'on appelle un schéma d'homogénéisation, qui permet de mener ce calcul de manière approchée dans une situation simplifiée. Dans l'approche classique d'Eshelby ([Eshelby 1957]), on s'intéresse à un problème auxiliaire, où une inhomogénéité ellipsoïdale est plongée dans un milieu homogène de rigidité $\mathbb{C}_0$, avec des conditions aux limites repoussées aux limites de la forme $\boldsymbol{\xi} = \boldsymbol{E}_0 \cdot \mathbf{z}$. Le cas d'une sphère est évidemment un cas particulier d'inclusion ellipsoïdale.
On montre alors que la déformation à l'intérieur de l'inhomogénéité est uniforme, ce qui facilite les calculs. On considère autant de problèmes auxiliaires qu'il y a de phases, en prenant à chaque fois une inhomogénéité constituée du matériau de la phase considéré. On élimine la déformation auxiliaire $\boldsymbol{E}_0$ en utilisant une relation de moyenne sur les déformations. Les calculs sont développés dans le cas qui nous intéresse en 6.2.1.

Nous utilisons ici un schéma d'homogénéisation auto-cohérent. Cela signifie que nous considérons le problème de l'inhomogénéité d'Eshelby pour $\mathbb{C}_0 = \mathbb{C}^{hom}$: les inhomogénéités sont plongées dans un milieu infini dont les propriétés élastiques sont celles du matériau homogénéisé que l'on cherche à déterminer. Ce type de schéma, introduit par [Hill 1965] et [Budiansky 1965] est particulièrement adapté aux structures polycristallines. Il est couramment utilisé dans la littérature ([Suquet 1997, Dormieux 2006, Kröner 1978, Zaoui 2002]). Les matériaux granulaires présentent des similitudes avec ce genre de structures. On ne peut pas y définir de phase y jouant un rôle particulier,par exemple, comme une phase jouant le rôle d'une matrice englobant des inclusions. [Dormieux 2007] justifie dans

ce cadre l'utilisation d'un schéma auto-cohérent pour représenter les matériaux granulaires.

Plutôt que le schéma autocohérent dans sa forme classique, nous appliquons une variante (inspiré de [Hashin 1991]), basée sur le fait que nos inclusions ne sont pas homogènes mais entourées par une interface élastique, ou "interface imparfaite". Dans ce cas, on a recours à un problème d'Eshelby généralisé, où l'inhomogénéité, toujours immergée dans le même milieu infini, est entourée d'une interface qui permet une discontinuité de déplacement au niveau de sa surface. Il s'agit d'un cas limite du problème où les inhomogénéités sont constituées de deux matériaux concentriques, un "cœur" et une "enveloppe" ([Sanahuja 2005]) : on considère simplement ici que l'enveloppe est infiniment fine. Enfin, il s'agit aussi d'une application des techniques à motifs morphologiques représentatifs décrites par [Zaoui 1997].
Le modèle présenté ici s'inspire largement du travail de [Dormieux 2010], portant sur la modélisation de la résistance à la rupture du grès. Des modèles similaires, reposant eux aussi sur cette variante à interfaces imparfaites du schéma auto-cohérent, ont aussi été appliqués à la modélisation de matériaux granulaires. Mais il s'agissait dans ce cas de modéliser la mise en écoulement du milieu granulaire par cisaillement sans qu'il n'y ait rupture des grains ([Maalej 2009]) ou de modéliser les propriétés poromécaniques ([He 2009]).

Dans notre application nous considérerons deux phases : la porosité, et les grains entourés de leur interface élastique. Il est important de noter que si les interfaces dans notre étude et celle de [Dormieux 2010] sur le grès sont représentées par le même outil de modélisation, leur nature physique est très différente. Le grès est composé d'un assemblage de grains collés par un "ciment", d'une nature minéralogique différente. C'est cette phase qui est représentée par les interfaces, la validité de cette modélisation reposant sur la faible épaisseur du ciment devant la taille des grains. Ce ciment n'existe pas dans le cas du broyage par compression : les grains sont directement en contact les uns avec les autres. L'interface représente alors simplement des phénomènes mécaniques confinés aux abords de la surface des grains, par rapport à des phénomènes affectant les grains dans leur ensemble. En particulier, on considère des mouvements relatifs de glissement des grains les uns par rapport aux autres, suivant une loi conditionnée par la géométrie des surfaces en contact.
La présence d'interfaces nous permettra de distinguer deux situations : la rupture pourra avoir lieu dans les interfaces ou dans les grains. Cette distinction reproduit celles des débats évoqués en 3.2.2, concernant une rupture au cœur des grains ou au voisinage immédiat des contacts.

L'avantage de cette approche est qu'elle fait certes appel à la connaissance de la morphologie du milieu, mais sous forme de statistiques ou de moyennes, ce qui permet d'éviter les représentations caricaturales de la géométrie du système utilisées par [McDowell 1996] ou [Russell 2009]. Le caractère désordonné de l'empilement n'est à aucun moment directement représenté.
L'inconvénient habituel des méthodes d'homogénéisation est par contre qu'elles ne font

pas intervenir la taille des particules les unes par rapport aux autres. C'est une des motivations de l'introduction des interfaces imparfaites. Le rapport de la rigidité des interfaces et de celle des grains fait intervenir une taille des particules (voir pour le détail des calculs). Ce rapport peut donc, au moins théoriquement, être utilisé pour définir plusieurs phases de grains de tailles différentes. Ces tailles différentes pouvant être représentées ensemble sans que se pose les problèmes insolubles que pose ce cas de figure en simulation DEM, par exemple (voir 4.1.2).
Malheureusement, comme nous le verrons par la suite, cette perspective prometteuse concernant la taille des particules n'a pas tenu toutes ses promesses, au moins dans le cas nous concernant. Cela justifie que nous ayons renoncé à développer un modèle à plus de deux phases à même de rendre compte de la polydispersité de l'échantillon, et que nous focalisons sur l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation et non sur l'évolution de la granulométrie.

6.2 Application d'un schéma d'homogénéisation autocohérent au broyage par compression

Nous présentons maintenant le modèle d'homogénéisation développé dans le but de modéliser le broyage par compression d'une assemblée de grains fragiles. Les principes de ce type de modèle sont détaillés en 6.1.2.
Dans un souci d'alléger l'écriture des formules, nous adoptons les notations suivantes. Les tenseurs unité d'ordre 2 et 4 sont notés respectivement $\mathbf{1}$ and $\mathbb{I}$. Nous adoptons aussi les notations usuelles $\mathbb{J} = \frac{1}{3}\mathbf{1}\otimes\mathbf{1}$ et $\mathbb{K} = \mathbb{I} - \mathbb{J}$. Enfin pour tout tenseur d'ordre 2 noté $\mathbf{a}$, nous définissons sa partie sphérique a_m et sa partie déviatorique a_d (6.3).

$$a_m = \frac{1}{3}\mathrm{tr}\,(\mathbf{a}), \quad a_d = \sqrt{\frac{1}{2}\mathbf{a}_d : \mathbf{a}_d} \quad \text{avec} \quad \mathbf{a}_d = \mathbf{a} - \frac{1}{3}\mathrm{tr}\,(\mathbf{a})\mathbf{1} \tag{6.3}$$

6.2.1 Détermination des propriétés élastiques

6.2.1.1 Définition du problème élastique

Dans cette partie, nous proposons une estimation des propriétés élastiques de l'empilement. Le cadre est celui de l'homogénéisation selon un schéma auto-cohérent, d'une assemblée de grains aux interfaces imparfaites, présenté en 6.1.2. Les interfaces sont considérées rigides dans la direction normale ($k_n = \infty$), d'élasticité finie dans la direction tangentielle. La porosité est notée ϕ , et est assimilée à une phase librement déformable.
Le volume élémentaire représentatif (VER) est noté Ω. Les tenseurs de contrainte et de déformation à l'échelle macroscopique (l'échelle à laquelle le VER peut être considéré homogène) sont notées respectivement $\mathbf{\Sigma}$ et $\mathbf{E}$. A l'échelle locale, les contraintes et les déformations sont notées $\boldsymbol{\sigma}(\mathbf{z})$ et $\boldsymbol{\varepsilon}(\mathbf{z})$ et dépendent de la coordonnée spatiale $\mathbf{z}$. $\boldsymbol{\varepsilon}(\mathbf{z})$ dérive du champ de déplacement $\xi(\mathbf{z})$.

Nous considérons un comportement élastique linéaire pour le solide. Les contraintes et les déformations dans les grains sont reliées par le tenseur de rigidité, $\mathbb{C}^s$ (6.4) :

$$\mathbf{z} \in \mathscr{G}_i : \ \boldsymbol{\sigma}(\mathbf{z}) = \mathbb{C}^s : \boldsymbol{\varepsilon}(\mathbf{z}) \tag{6.4}$$

Du point de vue géométrique, l'existence des interfaces autour des grains est représentée par l'introduction d'un saut de déplacement $[\boldsymbol{\xi}]$ à la frontière $\partial\mathscr{G}_i$ du grain $\mathscr{G}_i$. Dans notre cas, nous considérons que cette interface est rigide dans la direction normale, de sorte que $[\boldsymbol{\xi}]$ n'a qu'une composante tangentielle $[\boldsymbol{\xi}]_t$. Autrement dit, on a pour la composante normale, $\xi_n = [\boldsymbol{\xi}].\mathbf{n} = 0$, où $\mathbf{n}$ est le vecteur unité normal à $\partial\mathscr{G}_i$. L'interface est considérée élastique, de sorte que $[\boldsymbol{\xi}]$ varie linéairement avec $\mathbf{T}$, le vecteur contrainte au niveau de l'interface, $\mathbf{T} = \boldsymbol{\sigma}\cdot\mathbf{n}$. Pour ces sauts de déplacement tangentiel, on obtient (6.5) :

$$\mathbf{T} = k_t[\boldsymbol{\xi}]_t + k_n[\boldsymbol{\xi}]_n = \mathbf{k}\cdot[\boldsymbol{\xi}] \text{ avec } \mathbf{k} = k_n\mathbf{n}\otimes\mathbf{n} + k_t(\mathbf{1} - \mathbf{n}\otimes\mathbf{n}) \tag{6.5}$$

Avec cette notion de saut de déplacement, nous introduisons par la relation (6.6) une notion de champ de déformations généralisé, $\boldsymbol{\varepsilon}^{gen}$, qui agrège le champ de déformations à l'intérieur des grains, $\boldsymbol{\varepsilon}$, avec la contribution des sauts de déplacement aux interfaces.

$$\boldsymbol{\varepsilon}^{gen}(\mathbf{z}) = \boldsymbol{\varepsilon}(\mathbf{z}) + \sum_i [\boldsymbol{\xi}^i]\overset{s}{\otimes}\mathbf{n}_i(\mathbf{z})\delta_{\partial\mathscr{G}_i} \tag{6.6}$$

Où $\delta_{\partial\mathscr{G}_i}$ est la distribution de Dirac ayant pour support la frontière du grain. Nous rappelons la définition de celle-ci : Pour toute fonction f sur Ω, on a (6.7) :

$$\int_\Omega \delta_{\partial\mathscr{G}_i}(\mathbf{z}) f(\mathbf{z})\, dV = \int_{\partial\mathscr{G}_i} f(\mathbf{z})\, dS \tag{6.7}$$

Le lien entre les déformations et les contraintes locales ($\boldsymbol{\sigma}(\mathbf{z})$ et $\boldsymbol{\varepsilon}(\mathbf{z})$) et leurs équivalents macroscopiques ($\boldsymbol{\Sigma}$ et $\mathbf{E}$) est donné par les lois de moyenne (6.8) et (6.9).

$$\boldsymbol{\Sigma} = \frac{1}{|\Omega|}\int_\Omega \boldsymbol{\sigma}(\mathbf{z})\, dV = \overline{\boldsymbol{\sigma}}(\mathbf{z}) \tag{6.8}$$

$$\mathbf{E} = \overline{\boldsymbol{\varepsilon}}^{gen}(\mathbf{z}) \tag{6.9}$$

Dans (6.9), la prise en compte des sauts de déplacement nous impose de faire appel aux déformations généralisées, $\boldsymbol{\varepsilon}^{gen}$. On injecte donc (6.6), la définition de $\boldsymbol{\varepsilon}^{gen}$ dans la relation (6.9), ce qui nous permert d'obtenir (6.10) :

$$\mathbf{E} = \overline{\boldsymbol{\varepsilon}}^{gen} = \frac{1}{|\Omega|}\left(\sum_i \int_{\mathscr{G}_i} \boldsymbol{\varepsilon}\, dV + \sum_i \int_{\partial\mathscr{G}_i} [\xi_i]\overset{s}{\otimes}\mathbf{n}_i\, dS + \int_{\Omega_p} \boldsymbol{\varepsilon}\, dV\right) \tag{6.10}$$

Où Ω_p est l'espace occupé par la porosité au sein de Ω.

Nous utilisons aussi pour le VER les conditions aux limites suivantes (6.11) :

$$\mathbf{z} \in \partial\Omega : \ \xi(\mathbf{z}) = \mathbf{E}\cdot\mathbf{z} \tag{6.11}$$

Nous souhaitons donc résoudre le problème élastique, avec (6.11) comme conditions aux limites. En particulier, nous recherchons une expression de $\boldsymbol{\sigma}(\mathbf{z})$ en fonction de $\mathbf{E}$. Une relation entre $\mathbf{E}$ et $\boldsymbol{\Sigma}$ pourra ensuite être déduite de la relation de moyenne (6.12) :

$$\boldsymbol{\Sigma} = \overline{\boldsymbol{\sigma}}(\mathbf{z}) = \sum_i f_i \overline{\boldsymbol{\sigma}}^{\mathscr{G}_i} \tag{6.12}$$

f_i est ici la fraction volumique du grain $\mathscr{G}_i$ (On a bien sûr $\sum_i f_i = (1-\phi)$). $\overline{a}^{\mathscr{G}_i}$ représente la moyenne d'un champ $a(\mathbf{z})$ sur $\mathscr{G}_i$.
Dans le cadre de l'élasticité linéaire, on s'attend à ce que la réponse à l'échelle locale, et $\boldsymbol{\sigma}(\mathbf{z})$ en particulier dépendent linéairement de $\mathbf{E}$. En conséquence, $\boldsymbol{\Sigma}$ et $\mathbf{E}$ sont aussi reliées par une relation linéaire (6.13) :

$$\boldsymbol{\Sigma} = \mathbb{C}^{hom} : \mathbf{E} \tag{6.13}$$

Où $\mathbb{C}^{hom}$ est le tenseur de rigidité homogénéisé. L'objet de la partie suivante est d'en fournir une estimation selon le schéma auto-cohérent.

6.2.1.2 Application du schéma autocohérent

Rappelons le principe du schéma auto-cohérent, présenté en 6.1.2 : on considère que chaque phase (dans notre cas, les grains et leurs interfaces d'un coté, la porosité de l'autre) réagit au chargement du VER comme si elle constituait une inclusion dans un milieu infini, dont les propriétés élastiques sont celles du milieu homogénéisé que l'on cherche à déterminer. Les grains comme la porosité sont considérés comme formant des inclusions sphériques. Nous cherchons à établir une estimation auto-cohérente isotrope $\mathbb{C}_{ac}$ de $\mathbb{C}_{hom}$, caractérisée par des modules de compression et de cisaillement k_{ac} et μ_{ac} (6.14).

$$\mathbb{C}_{ac} = 3k_{ac}\mathbb{J} + 2\mu_{ac}\mathbb{K} \tag{6.14}$$

On note $\mathscr{S}$ l'inclusion solide prise dans son ensemble, grain et interface comprise. $\mathscr{P}$ est l'inclusion pore. On note $\boldsymbol{E}_0$ la déformation auxiliaire utilisée dans le problème d'Eshelby (voir 6.1.2). On considère deux problèmes auxiliaires, un pour chaque phase. Dans les deux cas, l'inclusion est immergée dans un milieu infini de raideur $\mathbb{C}_{ac}$. Les conditions aux limites du VER (repoussées à l'infini) sont $\boldsymbol{\xi} = \boldsymbol{E}_0 \cdot \mathbf{z}$.
Le problème I est un problème d'Eshelby classique dans lequel l'inclusion est un pore sphérique. On définit $\mathbb{S}^{ac}_{sph}$, le tenseur d'Eshelby de la sphère (6.15) :

$$\mathbb{S}^{ac}_{sph} = \frac{3k_{ac}}{3k_{ac} + 4\mu_{ac}}\mathbb{J} + \frac{6}{5}\frac{k_{ac} + 2\mu_{ac}}{3k_{ac} + 4\mu_{ac}}\mathbb{K} \tag{6.15}$$

On a alors la relation (6.16) :

$$\overline{\varepsilon}^{\mathscr{P}} = (\mathbb{I} - \mathbb{S}^{ac}_{sph})^{-1} : \boldsymbol{E}_0 \tag{6.16}$$

Le problème II est le cas où l'inclusion est un grain composite $\mathscr{S}$. Plus précisément, l'inclusion est une sphère de rayon R, de tenseur de rigidité $\mathbb{C}^s$ (ou de manière équivalente,

de module de compression k_s et de module de cisaillement μ_s), entourée d'une interface élastique de raideur tangentielle k_t. Il en résulte le jeu d'équation (6.17).

$$\begin{aligned} r < R, &\quad \boldsymbol{\sigma}_{II} = \mathbb{C}_s : \boldsymbol{\varepsilon}_{II} \\ r = R, &\quad \boldsymbol{\sigma}_{II} \cdot \boldsymbol{e}_r = \boldsymbol{k}[\xi_{II}] \\ r > R, &\quad \boldsymbol{\sigma}_{II} = \mathbb{C}_{hom} : \boldsymbol{\varepsilon}_{II} \\ |z| \to \infty, &\quad \xi_{II} = \boldsymbol{E}_0 \cdot \boldsymbol{z} \end{aligned} \tag{6.17}$$

Où $[\xi_{II}]$ est le saut de déplacement au niveau des interfaces, $[\xi_{II}] = \xi_{II}(R^+) - \xi_{II}(R^-)$. On obtient alors pour les contraintes solides $\overline{\boldsymbol{\sigma}}^{\mathscr{S}}$ (6.18) :

$$\overline{\boldsymbol{\sigma}}^{\mathscr{S}} = \frac{3}{4\pi R^3} \int_{r<R} \boldsymbol{\sigma}_{II}\, dV = \frac{3}{4\pi R^2} \int_{r=R} \boldsymbol{e}_r \otimes \boldsymbol{\sigma}_{II} \cdot \boldsymbol{e}_r\, dS \tag{6.18}$$

La déformation moyenne $\overline{\boldsymbol{\varepsilon}}^{\mathscr{S}}$ (6.19) doit inclure les sauts de déplacement, et doit donc être calculée en considérant $\xi_{II}(R^+)$, le déplacement sur la face externe de l'interface ($r = R^+$).

$$\overline{\boldsymbol{\varepsilon}}^{\mathscr{S}} = \frac{3}{4\pi R^3} \int_{r=R} \xi_{II}(R^+) \otimes \boldsymbol{e}_r\, dS \tag{6.19}$$

Les champs de contraintes et de déformations varient tout deux linéairement avec $\boldsymbol{E}_0$, c'est donc aussi le cas pour $\overline{\boldsymbol{\sigma}}^{\mathscr{S}}$ et $\overline{\boldsymbol{\varepsilon}}^{\mathscr{S}}$ (6.20).

$$\overline{\boldsymbol{\varepsilon}}^{\mathscr{S}} = \mathbb{A}_0^{\mathscr{S}} : \boldsymbol{E}_0, \quad \overline{\boldsymbol{\sigma}}^{\mathscr{S}} = \mathbb{B}_0^{\mathscr{S}} : \boldsymbol{E}_0 \tag{6.20}$$

Le schéma d'homogénéisaiton auto-cohérent suppose maintenant d'adopter respectivement $\overline{\boldsymbol{\varepsilon}}^{\mathscr{S}}$ et $\overline{\boldsymbol{\sigma}}^{\mathscr{S}}$ comme estimations des déformations et des contraintes moyennes dans la phase solide du VER. Cela suppose par exemple que l'on néglige les différences entre grains : $\overline{\boldsymbol{\sigma}}^{\mathscr{G}_i} \approx \overline{\boldsymbol{\sigma}}^{\mathscr{S}}$. Avec (6.12), on obtient alors une expression reliant $\boldsymbol{\Sigma}$ et $\boldsymbol{E}_0$ (6.21).

$$\boldsymbol{\Sigma} = (1-\phi)\overline{\boldsymbol{\sigma}}^{\mathscr{S}} = (1-\phi)\mathbb{B}_0^{\mathscr{S}} : \boldsymbol{E}_0 \tag{6.21}$$

L'adoption de $\overline{\boldsymbol{\varepsilon}}^{\mathscr{P}}$ comme estimation de la déformation moyenne dans les pores (6.16), associée à la loi de moyenne sur les déformations, aboutit à (6.22).

$$\boldsymbol{E} = \phi\overline{\boldsymbol{\varepsilon}}^{\mathscr{P}} + (1-\phi)\overline{\boldsymbol{\varepsilon}}^{\mathscr{S}} = ((\mathbb{I} - \mathbb{S}_{sph}^{ac})^{-1} + \mathbb{A}_0^{\mathscr{S}}) : \boldsymbol{E}_0 \tag{6.22}$$

Enfin, on élimine $\boldsymbol{E}_0$ entre les (6.21) et (6.22), et on obtient la relation recherchée entre $\boldsymbol{\Sigma}$ et $\boldsymbol{E}$, à travers l'expression de l'estimation autocohérente du tenseur de rigidité du matériau granulaire $\mathbb{C}_{ac}$ (6.23) :

$$\begin{aligned} \boldsymbol{\Sigma} &= \mathbb{C}_{ac} : \boldsymbol{E} \\ \mathbb{C}_{ac} &= (1-\phi)\mathbb{B}_0^{\mathscr{S}} : ((\mathbb{I} - \mathbb{S}_{sph}^{ac})^{-1} + \mathbb{A}_0^{\mathscr{S}})^{-1} \end{aligned} \tag{6.23}$$

$\mathbb{C}_{ac}$ est un tenseur élastique isotrope, il peut donc être exprimé dans la base orthogonale $(\mathbb{J}, \mathbb{K})$, comme dans (6.14). La projection de (6.23) dans cette base donne un système de

deux équations à deux inconnues, k_{ac} et μ_{ac}. En pratique, la méthode la plus simple est d'obtenir chacune des deux équations séparément, en posant le problème successivement pour un champ de déformation purement sphérique, puis un champ de déformation purement déviatorique. Ce calcul est développé en Annexe A.
Nous introduisons deux paramètres adimensionels, $\rho = k_s/\mu_s$ and $\kappa = Rk_t/\mu_s$, avec R une taille caractéristique des grains. La projection sur la partie sphérique donne une expression simple de k_{ac} en fonction de μ_{ac} (6.24).

$$\frac{k_{ac}}{\mu_s} = \frac{4(1-\phi)\rho\mu_{ac}/\mu_s}{4\mu_{ac}/\mu_s + 3\phi\rho} \tag{6.24}$$

La projection sur la partie déviatorique donne une expression plus compliquée, mais qui peut être simplifiée moyennant l'utilisation de (6.24). On obtient alors que μ_{ac} est une racine d'un polynome d'ordre 2 (6.25).

$$A\left(\frac{\mu_{ac}}{\mu_s}\right)^2 + B\frac{\mu_{ac}}{\mu_s} + C = 0 \tag{6.25}$$

$$\begin{aligned}
A &= 8(3-\phi)(6\kappa\rho + 30\rho + 22 + 17\kappa)\\
B &= (3(9+77\phi)\kappa\rho + 342(3\phi-1)\rho + 4(-99+203\phi)\kappa + 24(3\phi-1))\\
C &= 3\kappa(57\rho+4)(2\phi-1)
\end{aligned}$$

On notera $M(\kappa,\rho,\phi)$ la solution positive de (6.25), ce qui permet une expression simple de k_{ac} et μ_{ac} (6.26).

$$\mu_{ac} = M(\kappa,\rho,\phi)\mu_s, \quad k_{ac} = \frac{4(1-\phi)\rho M(\kappa,\rho,\phi)}{4M(\kappa,\rho,\phi) + 3\phi\rho}\mu_s = N(\kappa,\rho,\phi)\mu_s \tag{6.26}$$

$M(\kappa,\rho,\phi)$ permet de relier les propriétés élastiques des grains à celles du matériau granulaire, les deux modules k_{ac} et $\mu_a c$ étant proportionnels à $M(\kappa,\rho,\phi)$.
Le paramètre ρ est directement relié au coefficient de Poisson ν du matériau (6.27).

$$\nu = \frac{3\rho - 2}{6\rho + 2} \tag{6.27}$$

Le paramètre κ capture la raideur des interfaces, et l'amplitude des sauts de déplacements autorisés entre les grains. La limite $\kappa = \infty$ correspond à des interfaces "rigides" : aucun saut de déplacement n'est autorisé, l'adhérence entre les grains est parfaite. L'autre cas limite $\kappa = 0$ correspond à des interfaces parfaitement glissantes : on autorise des sauts de déplacement aussi grands que l'on veut, sans efforts. De plus, on remarque que κ dépend aussi de la taille caractéristique R des grains. De fait, c'est le seul facteur du modèle dépendant explicitement de la taille des particules. Au moins en théorie, l'introduction des interfaces élastiques permet donc de tenir compte indirectement de la taille des particules via cette dépendance.
$M(\kappa,\rho,\phi)$ et $N(\kappa,\rho,\phi)$ sont présentés en fonction de ϕ aux Figures 6.1 et 6.2, pour

différentes valeurs de κ, ainsi que pour les deux cas limites $\kappa = \infty$ et $\kappa = 0$. Sans surprise, la raideur du matériau granulaire augmente dans tous les cas avec la densité. Le modèle prévoit que le matériau ne peut pas soutenir de chargement pour $\phi > 0.5$. Pour $\phi = 0$, on remarque que $N = \rho$, ce qui veut dire que $k_{ac} = k_s$: on retrouve les propriétés du solide homogène. Le module de cisaillement en $\phi = 0$ dépend lui des propriétés des interfaces, même si l'on retrouve $\mu_{ac} = \mu_s$ en $\phi = 0$ pour des interfaces rigides ($\kappa = \infty$).
On remarque aussi que la raideur du matériau augmente avec celle des interfaces. Cet effet se manifeste pour tout ϕ, mais est particulièrement important pour les fortes porosités (ou faibles densités). Dans le cas limite $\kappa = 0$ on observe même que le solide ne peut pas soutenir de chargement sur $\phi \in [1/3; 0.5]$.
Enfin, le rapport $\frac{k_{ac}}{\mu_{ac}}$ a tendance à augmenter lorsque ϕ diminue. Cela correspond pour par exemple $\kappa = 1$, à une évolution du coefficient de Poisson de $\nu = 0.2$ pour $\phi = 0.5$ à $\nu = 0.34$ pour $\phi = 0$.

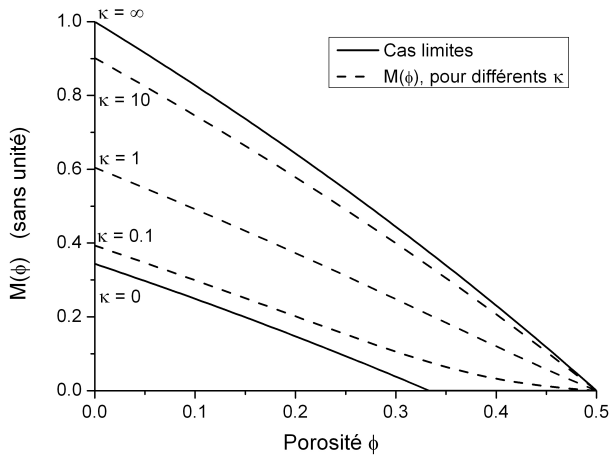

FIGURE 6.1 – $M(\phi) = \frac{\mu_{ac}}{\mu_s}$, pour différentes valeurs de κ

6.2.1.3 Quelques moyennes utiles

Nous établissons maintenant des estimations pour :

- La moyenne quadratique des contraintes déviatoriques dans les grains, $\overline{\overline{\sigma}}_d$.
- La moyenne quadratique de la contrainte tangentielle au niveau des interfaces, $\overline{\overline{T}}_t$.
- Les moyennes de la contrainte normale dans les grains et au niveau des interfaces, $\overline{\sigma}_m$ et $\overline{T}_n$.
- La moyenne de la déformation isotrope, $\overline{\varepsilon}_m$.

Ces estimations sont capitales pour la suite, puisque ce seront ces grandeurs qui permettront d'énoncer les critères locaux déterminant les propriétés plastiques macroscopiques

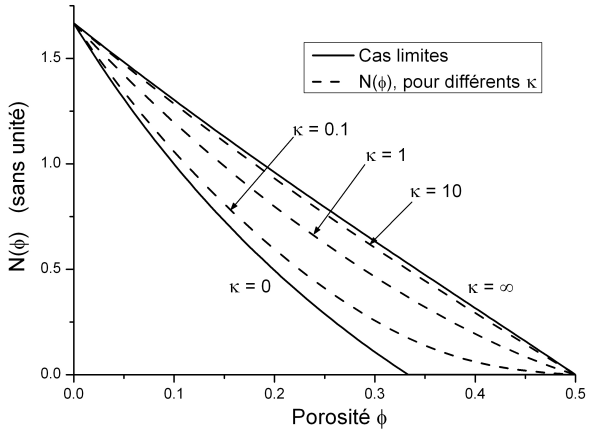

FIGURE 6.2 – $N(\phi) = \frac{\mu_{ac}}{\mu_s}$, pour différentes valeurs de κ

en 6.2.2.

Nous commençons par introduire la déformation déviatorique équivalente ε_d, associée à la composante déviatorique du tenseur des déformations $\boldsymbol{\varepsilon_d}$. Sur le modèle de 6.3, on obtient la relation (6.28).

$$\varepsilon_d^2 = \frac{1}{2}\boldsymbol{\varepsilon}_d : \boldsymbol{\varepsilon}_d \tag{6.28}$$

L'expression de la moyenne quadratique $\overline{\overline{\varepsilon}}_d^2$ de ε_d^2 sur le domaine solide Ω_s est (6.29) :

$$\overline{\overline{\varepsilon}}_d^2 = \frac{1}{\Omega_s}\int_{\Omega_s} \varepsilon_d^2 \, dV \tag{6.29}$$

On peut obtenir $\overline{\overline{\varepsilon}}_d$ à partir d'une approche énergétique inspirée par [Kreher 1990]. Dans le cas qui nous intéresse, en supposant toujours que le solide a un comportement élastique isotrope et homogène, on obtient (6.30).

$$\overline{\overline{\sigma}}_d = 2\mu_s \overline{\overline{\varepsilon}}_d \tag{6.30}$$

Où $\overline{\overline{\sigma}}_d$ est la moyenne quadratique de la contrainte déviatorique équivalente σ_d définie selon un processus similaire à (6.28).

Nous introduisons aussi la densité d'énergie élastique Ψ, qui comprend à la fois l'énergie élastique dans les grains et celle contenue dans les interfaces. A l'échelle locale, elle s'exprime de la manière suivante (6.31).

$$\Psi = \frac{1}{2|\Omega|}\sum_i \left(\int_{\mathscr{G}_i} \boldsymbol{\varepsilon} : \mathbb{C}^s : \boldsymbol{\varepsilon} \, dV + \int_{\partial\mathscr{G}_i} [\xi] \cdot \boldsymbol{k} \cdot [\xi] \, dS \right) \tag{6.31}$$

On simplifie (6.31) en (6.32) en utilisant (6.4), (6.5) et (6.10) :

$$\Psi = \frac{1}{2|\Omega|}\int_{\Omega} \boldsymbol{\sigma}:\boldsymbol{\varepsilon}^{gen}\, dV \tag{6.32}$$

A l'échelle macroscopique, on peut utiliser Ψ pour définir la rigidité ou la souplesse effective (6.33).

$$\Psi = \frac{1}{2}\boldsymbol{E}:\mathbb{C}_{hom}:\boldsymbol{E} = \frac{1}{2}\boldsymbol{\Sigma}:\mathbb{C}_{hom}^{-1}:\boldsymbol{\Sigma} \tag{6.33}$$

A partir de (6.31), on observe que Ψ dépend des propriétés élastiques, à travers le tenseur de rigidité $\mathbb{C}^s$, mais aussi implicitement du champ de déformations et des sauts de déplacement. On considère maintenant la dérivée de Ψ en fonction de μ_s *pour une valeur fixée de* $\boldsymbol{E}$, le chargement macroscopique étant décrit par $\boldsymbol{E}$. A partir de (6.4), (6.5) et (6.31), on obtient (6.34).

$$\frac{\partial\Psi}{\partial\mu_s} = \frac{1}{|\Omega|}\sum_i\left(\int_{\mathscr{G}_i}\boldsymbol{\sigma}:\frac{\partial\boldsymbol{\varepsilon}}{\partial\mu_s}\,dV + \int_{\partial\mathscr{G}_i}\boldsymbol{T}\cdot\frac{\partial[\xi]}{\partial\mu_s}\,dS + 2\int_{\mathscr{G}_i}\varepsilon_d^2\,dV\right) \tag{6.34}$$

Ce qui avec (6.10) peut aussi s'exprimer sous la forme de (6.35).

$$\begin{aligned}\frac{\partial\Psi}{\partial\mu_s} &= \frac{1}{|\Omega|}\sum_i\left(\int_{\mathscr{G}_i}\boldsymbol{\sigma}:\frac{\partial\boldsymbol{\varepsilon}}{\partial\mu_s}\,dV + \int\left(\frac{\partial}{\partial\mu_s}[\xi]\otimes\boldsymbol{n}\delta_{\partial\mathscr{G}_i}\right):\boldsymbol{\sigma}\,dV\right) + 2(1-\phi)\overline{\overline{\varepsilon}}_d^2\\ &= \int_{\Omega}\boldsymbol{\sigma}:\frac{\partial\boldsymbol{\varepsilon}^{gen}}{\partial\mu_s}\,dV + 2(1-\phi)\overline{\overline{\varepsilon}}_d^2\end{aligned} \tag{6.35}$$

Le champs de déformations $\partial\varepsilon^{gen}/\partial_m u_s$ est cinématiquement admissible avec le champ de déplacement $\partial\xi/\partial\mu_s$. Avec (6.11), et sachant que les dérivées considérées sont effectuées à $\boldsymbol{E}$ fixé, le champs de déformations $\partial\varepsilon^{gen}/\partial\mu_s$ respecte les conditions aux limites $\partial\xi/\partial\mu_s = 0$ sur $\partial\Omega$. On utilise le lemme de Hill ([Zaoui 2000]) qui indique que dans cette situation, pour tout $\boldsymbol{\sigma}, \boldsymbol{\varepsilon}, \boldsymbol{E}, \boldsymbol{\Sigma}$, on a (6.36) :

$$\int_{\Omega}\boldsymbol{\sigma}:\boldsymbol{\varepsilon}\,dV = \boldsymbol{\Sigma}:\boldsymbol{E} \tag{6.36}$$

On obtient alors (6.37).

$$\int_{\Omega}\boldsymbol{\sigma}:\frac{\partial\boldsymbol{\varepsilon}^{gen}}{\partial\mu_s}\,dV = 0 \tag{6.37}$$

Enfin, on obtient (6.38) à partir de (6.35) et (6.37).

$$\frac{\partial\Psi}{\partial\mu_s} = 2(1-\phi)\overline{\overline{\varepsilon}}_d^2 \tag{6.38}$$

A partir de l'expression macroscopique de Ψ (6.33) , on obtient aussi (6.39).

$$\frac{\partial\Psi}{\partial\mu_s} = \frac{1}{2}\boldsymbol{E}:\frac{\partial}{\partial\mu_s}(\mathbb{C}_{hom}):\boldsymbol{E} = -\frac{1}{2}\boldsymbol{\Sigma}:\frac{\partial}{\partial\mu_s}(\mathbb{C}_{hom}^{-1}):\boldsymbol{\Sigma} \tag{6.39}$$

A partir de (6.30), (6.38) et (6.39), on peut obtenir une expression de $\overline{\overline{\sigma}}_d$ en fonction des contraintes ou des déformations macroscopiques. A partir des contraintes, on a l'expression (6.40).

$$\overline{\overline{\sigma}}_d = 2\mu_s \overline{\overline{\varepsilon}}_d = \sqrt{-\frac{\mu_s^2}{(1-\phi)}\left(\frac{\partial k_{hom}^{-1}}{\partial \mu_s}\Sigma_m^2 + \frac{\partial \mu_{hom}^{-1}}{\partial \mu_s}\Sigma_d^2\right)} \tag{6.40}$$

A partir de là, une estimation auto-cohérente de $\overline{\overline{\sigma}}_d$ peut être obtenue en substituant k_{ac} et μ_{ac} à k_{hom} et μ_{hom} dans (6.40), leurs valeurs ayant été obtenues en 6.2.1.2. On a alors (6.41).

$$\overline{\overline{\sigma}}_d = \sqrt{\frac{1}{(1-\phi)}\left(\mathcal{N}_g(\kappa,\rho,\phi)\Sigma_m^2 + \mathcal{M}_g(\kappa,\rho,\phi)\Sigma_d^2\right)} \tag{6.41}$$

Les indices g indiquent des grandeurs se rapportant à des mesures "dans les grains". $\mathcal{M}_g$ et $\mathcal{N}_g$ sont définis de la manière suivante (6.42), (6.43) :

$$\mathcal{M}_g(\kappa,\rho,\phi) = \frac{M(\kappa,\rho,\phi) - \left(\kappa\frac{\partial M(\kappa,\rho,\phi)}{\partial \kappa} + \rho\frac{\partial M(\kappa,\rho,\phi)}{\partial \rho}\right)}{M^2(\kappa,\rho,\phi)} \tag{6.42}$$

$$\mathcal{N}_g(\kappa,\rho,\phi) = \frac{N(\kappa,\rho,\phi) - \left(\kappa\frac{\partial N(\kappa,\rho,\phi)}{\partial \kappa} + \rho\frac{\partial N(\kappa,\rho,\phi)}{\partial \rho}\right)}{N^2(\kappa,\rho,\phi)} \tag{6.43}$$

On peut vérifier la relation (6.44),après quelques manipulations sur $\mathcal{M}_g$ et $\mathcal{N}_g$.

$$\mathcal{N}_g(\kappa,\rho,\phi) = \frac{3\phi}{4(1-\phi)}\mathcal{M}_g(\kappa,\rho,\phi) \tag{6.44}$$

On utilise une approche similaire pour obtenir une estimation de $\overline{\overline{T}}_t$. On considère cette fois la dérivée de Ψ en fonction de k_t, toujours à chargement $\boldsymbol{E}$ fixé (6.45) :

$$\frac{\partial \Psi}{\partial k_t} = \frac{1}{2}\boldsymbol{E}:\frac{\partial}{\partial k_t}(\mathbb{C}_{hom}):\boldsymbol{E} = -\frac{1}{2}\boldsymbol{\Sigma}:\frac{\partial}{\partial k_t}(\mathbb{C}_{hom}^{-1}):\boldsymbol{\Sigma} \tag{6.45}$$

Considérant l'expression (6.5), on obtient à l'échelle locale (6.46).

$$\begin{aligned}\frac{\partial \Psi}{\partial k_t} &= \frac{1}{|\Omega|}\sum_i\left(\int_{\mathcal{G}_i}\boldsymbol{\sigma}:\frac{\partial \boldsymbol{\varepsilon}}{\partial k_t}\,dV + \int_{\partial\mathcal{G}_i}\boldsymbol{T}\cdot\frac{\partial[\xi]}{\partial k_t}\,dS + \frac{1}{2}\int_{\partial\mathcal{G}_i}[\xi]_t\cdot[\xi]_t\,dS\right)\\ &= \frac{1}{|\Omega|}\left(\int_\Omega \boldsymbol{\sigma}:\frac{\partial \boldsymbol{\varepsilon}^{gen}}{\partial k_t}\,dV + \frac{1}{2}\sum_i\int_{\partial\mathcal{G}_i}[\xi]_t\cdot[\xi]_t\,dS\right)\end{aligned} \tag{6.46}$$

De la même manière, le lemme de Hill démontre la nullité de l'intégrale volumique dans (6.46). On obtient donc (6.47).

$$\frac{\partial \Psi}{\partial k_t} = \frac{1}{2|\Omega|}\sum_i\int_{\partial\mathcal{G}_i}[\xi]_t\cdot[\xi]_t\,dS \tag{6.47}$$

(6.47) peut aussi s'exprimer sous la forme (6.48) afin de faire apparaitre $\boldsymbol{T}_t$.

$$k_t^2 \frac{\partial \Psi}{\partial k_t} = \frac{1}{2|\Omega|} \sum_i \int_{\partial \mathscr{G}_i} \boldsymbol{T}_t \cdot \boldsymbol{T}_t \, dS \tag{6.48}$$

La comparaison de (6.45) et (6.48) permet alors d'obtenir (6.49).

$$\frac{1}{|\Omega|} \sum_i \int_{\partial \mathscr{G}_i} \boldsymbol{T}_t \cdot \boldsymbol{T}_t \, dS = -\boldsymbol{\Sigma} : \frac{\partial}{\partial k_t} (\mathbb{C}_{hom}^{-1}) : \boldsymbol{\Sigma} \tag{6.49}$$

Pour aller plus loin, nous devons considérer la morphologie du matériau granulaire. On considère $\partial \mathscr{G}_i^s$, la portion de l'interface $\partial \mathscr{G}_i$ en contact avec un autre grain (le reste étant en contact avec la porosité). On définit alors $\psi = |\partial \mathscr{G}_i^s| / |\partial \mathscr{G}_i|$ la fraction de surface en contact avec un autre grain, et $\gamma = |\partial \mathscr{G}_i| / |\mathscr{G}_i|$, le rapport surface/volume de ceux-ci. En négligeant la variation de grains à grains de $\boldsymbol{T}_t \cdot \boldsymbol{T}_t$, et en considérant que l'on puisse définir une valeur de γ et de ψ pertinente pour l'ensemble des grains, on peut définir $\overline{\overline{T}}_t$ et $\overline{\overline{\xi}}_t$, les moyennes quadratiques de $|\boldsymbol{T}_t|$ et $|[\xi]_t|$ (6.50).

$$\overline{\overline{T}}_t^2 = \frac{1}{|\partial \mathscr{G}_i^s|} \int_{\partial \mathscr{G}_i^s} \boldsymbol{T}_t \cdot \boldsymbol{T}_t \, dS \ , \quad \overline{\overline{\xi}}_t^2 = \frac{1}{|\partial \mathscr{G}_i^s|} \int_{\partial \mathscr{G}_i^s} [\xi]_t \cdot [\xi]_t \, dS \tag{6.50}$$

6.49 fournit alors une estimation de $\overline{\overline{T}}_t$ (6.51).

$$\overline{\overline{T}}_t = k_t \overline{\overline{\xi}}_t = \sqrt{-\frac{1}{\psi \gamma (1-\phi)} \left(\frac{\partial k_{hom}^{-1}}{\partial k_t^{-1}} \Sigma_m^2 + \frac{\partial \mu_{hom}^{-1}}{\partial k_t^{-1}} \Sigma_d^2 \right)} \tag{6.51}$$

La détermination de ψ requiert une très bonne connaissance de la microstructure, hors de portée de nos moyens expérimentaux (voir 3.2.4). De plus, cette grandeur dépend de toute évidence de la porosité ϕ, ce qui exclut d'en considérer une valeur fixée. [Dormieux 2010], se basant sur les travaux de [Arzt 1982] et de [Fleck 1995], propose la forme suivante (6.52).

$$\psi = (1 - 2\phi)(1 - \phi) \tag{6.52}$$

Cette estimation est basée sur des considérations concernant des poudres plastiques, où l'évolution du nombre de contacts, ainsi que leur étendue, peuvent être estimées via des considérations géométriques. Bien que nous soyons conscients qu'il s'agit d'un cas de figure très différent de la situation qui nous intéresse ici, nous adoptons cette formule 6.52 faute d'un modèle spécifiquement adapté à la fragmentation. Le comportement asymptotique est en tout cas cohérent avec le cas qui nous intéresse : ψ tend vers 1 quand ϕ tend vers 0 (solide dense), et ψ tend vers 0 quand ϕ tend vers 0.5, ce qui correspond à la porosité maximale du mileu granulaire selon l'estimation auto-cohérente.
Quant à γ nous utilisons une estimation correspondant à une géométrie sphérique, $\gamma = 3/R$, où R est la taille caractéristique des grains déjà introduite.

Là encore, l'estimation auto-cohérente de $\overline{\overline{T}}_t$ s'obtient en injectant dans 6.51 les estimations k_{ac} et μ_{ac} obtenue en 6.2.1.2. On obtient alors (6.53).

$$\overline{\overline{T}}_t = \sqrt{\frac{1}{3(1-\phi)^2(1-2\phi)}\left(\mathcal{N}_i(\kappa,\rho,\phi)\Sigma_m^2 + \mathcal{M}_i(\kappa,\rho,\phi)\Sigma_d^2\right)} \tag{6.53}$$

L'indice i se rapportant à des grandeurs "dans les interfaces". $\mathcal{M}_i$ et $\mathcal{N}_i$ sont définis de la manière suivante (6.54).

$$\mathcal{M}_i = \frac{\kappa^2 \frac{\partial M(\kappa,\rho,\phi)}{\partial \kappa}}{M^2(\kappa,\rho,\phi)}\ , \quad \mathcal{N}_i = \frac{\kappa^2 \frac{\partial N(\kappa,\rho,\phi)}{\partial \kappa}}{N^2(\kappa,\rho,\phi)} \tag{6.54}$$

D'une manière analogue à (6.44), on peut après quelques manipulations vérifier la relation (6.55).

$$\mathcal{N}_i(\kappa,\rho,\phi) = \frac{3\phi}{4(1-\phi)}\mathcal{M}_i(\kappa,\rho,\phi) \tag{6.55}$$

Nous utilisons aussi par la suite $\overline{\overline{\sigma}}_m$, la contrainte normale moyenne. Elle peut facilement être obtenue à partir de la loi de contrainte moyenne (6.56). Contrairement aux estimations des contraintes déviatoriques, cette relation ne fait pas appel à des grandeurs issus du shéma autocohérent, et son estimation est exacte.

$$\overline{\overline{\sigma}}_m = \frac{\Sigma_m}{(1-\phi)} \tag{6.56}$$

On peut enfin définir la moyenne de la contrainte normale au niveau des contacts, $\overline{T_n}$, en tenant compte du fait que la contrainte est nulle partout sauf au niveau de $\partial\mathcal{G}_i^s$ (6.57).

$$\overline{T_t} = \frac{1}{\partial\mathcal{G}_i^s}\int_{\partial\mathcal{G}_i} \boldsymbol{n}\cdot\boldsymbol{\sigma}\cdot\boldsymbol{n}\, dS = \frac{1}{\psi}\overline{\overline{\sigma}}_m = \frac{\Sigma_m}{(1-\phi)^2(1-2\phi)} \tag{6.57}$$

Enfin, pour obtenir $\overline{\overline{\varepsilon}}_m$, la déformation isotrope moyenne, nous partons du second problème d'Eshelby généralisé (6.17), celui concernant le grain composite (voir Annexe A). On obtient alors (6.58).

$$\overline{\overline{\varepsilon}}_m = \frac{3k_{hom} + 4\mu_{hom}}{3k_s + 4\mu_{hom}}E_m \tag{6.58}$$

En remplaçant k_{hom} and μ_{hom} par leurs estimations auto-cohérentes données par (6.26), on obtient finalement (6.59).

$$\overline{\overline{\varepsilon}}_m = \frac{12\rho M(\kappa,\rho,\phi) + 16M^2(\kappa,\rho,\phi)}{12\rho(1+\phi)M(\kappa,\rho,\phi) + 16M^2(\kappa,\rho,\phi) + 9\rho^2\phi}E_m = D(\kappa,\rho,\phi)E_m \tag{6.59}$$

6.2.2 De la fragilité locale à la définition d'un seuil plastique macroscopique

6.2.2.1 Détermination des seuils plastiques

Pour introduire la rupture des particules, il nous faut maintenant introduire un critère de rupture s'appliquant aux estimations des valeurs moyennes obtenues au moyen du schéma auto-cohérent. A l'échelle macroscopique, la déformation plastique apparaitra lorsque le critère fragile sera atteint à l'échelle locale, le lien se déduisant des relations obtenues en 6.2.1.3. Nous déterminons ainsi un seuil plastique à l'échelle macroscopique, conformément aux principes énoncés en 3.1.3.
Cette définition à partir de grandeurs moyennes n'est pas sans poser problème. En particulier, elle évacue toute notion d'hétérogénéité dans la distribution des contraintes entre les grains, mais aussi toute notion d'hétérogénéité entre les grains puisque nous travaillons avec un seuil unique. Dans le système réel, on sait que seule une petite proportion est susceptible de se rompre sous l'effet des contraintes. Notre modèle se fonde sur le postulat que les conditions subies par ces quelques grains peuvent s'extrapoler à partir des conditions moyennes calculées par le schéma auto-cohérent.

L'objectif de notre modèle est aussi de représenter l'écrouissage du matériau. Celui-ci est capturé à travers la dépendance en la porosité ϕ des différentes grandeurs calculées. Dans le reste de l'étude, la porosité ϕ, ou la densité $1-\phi$ seront les principales variables permettant de décrire l'évolution des systèmes compactés. Cette considération est justifiée par les résultats obtenus en 4, où l'on observait que la porosité était la variable d'état la plus pertinente pour décrire l'évolution de l'état du matériau.
A l'échelle locale, on définit deux critères, l'un correspondant à l'initiation de la rupture au cœur des grains, l'autre à une rupture fragile de l'interface. La rupture fragile de l'interface peut être interprétée comme une rupture fragile des grains à partir de fissures engendrées au voisinage immédiat des contacts inter-grains.
Nous adoptons pour la rupture dans les grains un critère du type Drucker-Prager, en utilisant l'estimation de la moyenne quadratique de la contrainte déviatorique équivalente $\overline{\overline{\sigma}}_d$, et la moyenne de la contrainte normale $\overline{\overline{\sigma}}_m$ (6.60). Attention, il s'agit ici d'un critère fragile : il n'a rien à voir, sinon la forme, avec la droite de Drucker-Prager dans le modèle de Drucker-Prager/Cap décrit en 3.1.3.

$$\overline{\overline{\sigma}}_d + \alpha_g \overline{\overline{\sigma}}_m = K_g \tag{6.60}$$

Le critère de Drucker-Prager est bien adapté au comportement fragile sous chargements compressifs, lorsque les fissures sont fermées par la pression ([Margolin 1984],[Zuo 2005]). On pourra aussi se référer à [Zhu 2008] pour une justification micromécanique basée sur l'évaluation du champs de contraintes au niveau d'une microfissure. Les fissures se propagent alors essentiellement sous l'effet du cisaillement. Dans une telle situation, on comprend que l'intensité de la contrainte déviatorique représentée par $\overline{\overline{\sigma}}_d$ joue un rôle clé. K_g représente la résistance intrinsèque du matériau à la propagation de fissure. α_g est un coefficient de friction : plus il est élevé, plus la pression normale gène la propagation de la fissure en fermant ses faces l'une contre l'autre.

En injectant les estimations de $\overline{\overline{\sigma}}_d$ et $\overline{\overline{\sigma}}_m$ (6.40), et(6.56) dans le critère de rupture (6.60), on obtient (6.62).

$$\sqrt{\frac{1}{1-\phi}\mathcal{M}_g(\kappa,\rho,\phi)\left(\frac{3\phi}{4(1-\phi)}\Sigma_m^2+\Sigma_d^2\right)}+\alpha_g\frac{\Sigma_m}{(1-\phi)}=K_g \tag{6.61}$$

ou bien encore (**??**)

$$\mathcal{G}_g=\frac{1}{(1-\phi)^2}\left(\frac{3\phi}{4}\mathcal{M}_g(\kappa,\rho,\phi)-\alpha_g^2\right)\left(\frac{\Sigma_m}{K_g}\right)^2+\frac{\mathcal{M}_g(\kappa,\rho,\phi)}{(1-\phi)}\left(\frac{\Sigma_d}{K_g}\right)^2+\frac{2\alpha_g}{(1-\phi)}\frac{\Sigma_m}{K_g}-1=0 \tag{6.62}$$

Par la suite, le seuil plastique défini par (6.62) sera noté $\mathcal{G}_g = 0$. Il dépend explicitement de 5 paramètres : κ, ρ, ϕ, K_g et α_g. La nature de la courbe formée par ce critère dépend du signe du terme en Σ_m, $\frac{3\phi}{4}\mathcal{M}_g(\kappa,\rho,\phi)-\alpha_g^2$. Si celui-ci est négatif, la courbe est une hyperbole, sinon elle dessine une ellipse. Nous nous concentrons sur les cas de figure où $\mathcal{G}_g = 0$ est une ellipse, au moins pour la gamme de porosités considérées. En effet, il peut être génant de définir un seuil plastique à l'aide d'une surface ouverte (comme c'est le cas avec une hyperbole), ce qui définit des directions de chargement ou le seuil plastique n'est jamais atteint et où la contrainte peut devenir aussi élevée que l'on veut, sans que la déformation plastique ne se déclenche. On rate alors de toute évidence un mécanisme de déformation.
Par la suite, nous considérons que $\phi \in [\phi_{min}; 0.5]$. La borne supérieure ($\phi = 0.5$) correspond à la limite pour laquelle le modèle prédit une tenue mécanique du matériau, tandis que la borne inférieure ($\phi = \phi_{min}$) correspond à la limite atteinte en pratique dans l' essai de compaction œdométrique que l'on cherche à simuler. On définit alors une valeur critique de α_g,α_g^{crit} telle que $\frac{3\phi}{4}\mathcal{M}_g(\kappa,\rho,\phi)-\alpha_g^2 > 0$ et donc que $\mathcal{G}_g = 0$ soit une surface fermée, pour une valeur de ϕ donnée (6.63). Il convient alors de s'assure que $\alpha_g < \alpha_g^{crit}(\phi)$ sur $[\phi_{min}; 0.5]$.

$$\alpha_g^{crit}(\phi)=\sqrt{\frac{3\phi}{4}\mathcal{M}_g(\kappa,\rho,\phi)} \tag{6.63}$$

Nous utilisons une approche similaire pour simuler une rupture au niveau des contacts, c'est à dire dans les interfaces. On adopte alors un critère de la forme suivante (6.64).

$$\overline{\overline{T}}_t+\alpha_i\overline{T}_n=K_i \tag{6.64}$$

De la même manière, on injecte les estimations auto-cohérentes de $\overline{\overline{T}}_t$ (6.53) et de $\overline{T}_n$ (6.57) dans 6.64 pour obtenir le critère macroscopique correspondant.

$$\sqrt{\frac{1}{3(1-\phi)\psi}\mathcal{M}_i(\kappa,\rho,\phi)\left(\frac{3\phi}{4(1-\phi)}\Sigma_m^2+\Sigma_d^2\right)}+\alpha_i\frac{\Sigma_m}{(1-\phi)\psi}=K_i$$

$$\mathcal{G}_i=\frac{1}{(1-\phi)^2\psi}\left(\frac{3\phi}{4}\mathcal{M}_i(\kappa,\rho,\phi)-\frac{\alpha_i^2}{\psi}\right)\left(\frac{\Sigma_m}{K_i}\right)^2+\frac{\mathcal{M}_i(\kappa,\rho,\phi)}{(1-\phi)\psi}\left(\frac{\Sigma_d}{K_i}\right)^2+\frac{2\alpha_i}{(1-\phi)\psi}\frac{\Sigma_m}{K_i}-1=0 \tag{6.65}$$

Ce critère sera noté $\mathcal{G}_i = 0$. La forme du critère dépend là-encore du signe du terme en Σ_m. Pour les même raisons que pour le critère $\mathcal{G}_g = 0$, on s'assure que $\mathcal{G}_i = 0$ donne bien l'équation d'une ellipse en contrôlant le signe de $\left(\frac{3\phi}{4}\mathcal{M}_i(\kappa,\rho,\phi) - \frac{\alpha_i^2}{\psi}\right)$, ce qui définit $\alpha_i^{crit}(\phi)$, une valeur critique pour α_i telle que cette contrainte soit respectée pour une valeur de ϕ donnée (6.66).

.

$$\alpha_i^{crit}(\phi) = \sqrt{\frac{3\phi}{4}\frac{\mathcal{M}_i(\kappa,\rho,\phi)}{\psi}} \tag{6.66}$$

L'aspect de ces deux critères est présenté en 6.2.3, aux Figures 6.3 et 6.4.
Dans les deux cas, notre modèle fait explicitement référence à un mécanisme de déformation macroscopique basé sur la rupture des grains. Si on le compare au modèle de Drucker-Prager/Cap, il peut donc représenter la partie "cap", pour les chargements compressifs, mais pas la droite de Drucker-Prager, ou le mécanisme de déformation est la décohésion et la mise en mouvement des grains les uns par rapport aux autres.
Un tel comportement peut cependant facilement être capturé par le type de modèle que nous présentons, comme le prouve [Dormieux 2010], qui nous le rappelons, inspire la démarche présentée ici. Dans ce modèle, les auteurs autorisent une rupture fragile au niveau des interfaces, selon le critère défini en (6.67). La similarité avec le critère $\mathcal{G}_i = 0$ que nous adoptons pour une rupture au niveau des contacts est évidente (6.64). La différence est d'abord physique : le critère local (6.67) est censé capturer le glissement des grains les uns par rapports aux autres, par frottement coulombien, alors que (6.64) représente une rupture fragile des grains initiée au voisinage immédiat de leur zone de contact.

$$\overline{\overline{T}}_t + \alpha\overline{T}_n = 0 \tag{6.67}$$

La seconde différence tient aux valeurs de α et α_i retenues. Pour le critère $\mathcal{G}_i = 0$ nous recherchons les valeurs de $\alpha_i < \alpha_i^{crit}$ permettant d'obtenir un critère fermé. Dans le cas de 6.67, on trouve d'une manière similaire une valeur critique α^{crit}, fonction de la porosité et des paramètres élastiques des grains. Pour les valeurs $\alpha < \alpha^{crit}$, il n'y a pas de zone de contraintes admissibles, le matériau se déforme librement sans pouvoir soutenir de chargement (un cas de figure que l'on retrouve dans $\mathcal{G}_i = 0$ lorsque $K_i = 0$) . Pour les valeurs $\alpha > \alpha^{crit}$, le seuil plastique est une droite, que l'on peut assimiller à la droite de Drucker-Prager. On peut ainsi relier le frottement coulombien à l'échelle des grains à un angle de friction interne sur la poudre.

Bien qu'au fait de cette possibilité, nous avons choisi de ne pas l'incorporer explicitement au modèle. Nous ne disposions pas d'essais réalisés sur la résistance des compacts formés par compression œdométrique. Les prédictions du modèle n'auraient donc pas pu être confrontées à des données expérimentales. Notre étude choisit de toute manière de mettre l'accent sur les propriétés en compression. Toutefois, si le comportement de la poudre

pour ce type de chargement devait être représenté, l'introduction de ce critère de rupture supplémentaire permettrait d'y pallier.

6.2.2.2 Détermination des trajets de chargement élastoplastiques

On cherche maintenant à obtenir une expression pour le champ de contraintes $\boldsymbol{\Sigma}$ au cours de la compression œdométrique. Le chargement étant purement compressif, on se concentre sur le quadrant correspondant à $\frac{\Sigma_m}{K} < 0$ et $\frac{\Sigma_d}{K} > 0$ pour le critère de rupture. Nous ne détaillons les calculs que dans le cas de la rupture dans les grains et du critère $\mathcal{G}_g = 0$, la démarche pour le critère $\mathcal{G}_i = 0$ étant similaire. L'évolution de la compaction est représentée à travers l'évolution de la porosité ϕ.
Nous introduisons aussi les déformations macroscopiques élastiques $\boldsymbol{E}_e$ et plastiques $\boldsymbol{E}_p$, de sorte que $\boldsymbol{E} = \boldsymbol{E}_e + \boldsymbol{E}_p$. Nous nous plaçons dans le cadre classique de l'élastoplasticité présenté en 3.1.3. Nous considérons que l'écoulement plastique est associé, ce qui entraine l'expression suivante pour la déformation plastique (6.68).

$$\dot{\boldsymbol{E}}_p = \dot{\lambda}\frac{\partial \mathcal{G}_g}{\partial \boldsymbol{\Sigma}} = \dot{\lambda}\left(\frac{\partial \mathcal{G}_g}{\partial \Sigma_d}\frac{1}{2\Sigma_d}\boldsymbol{\Sigma}_d + \frac{\partial \mathcal{G}_g}{\partial \Sigma_m}\mathbf{1}\right) \tag{6.68}$$

$\dot{\lambda}$ est le multiplicateur plastique. D'autre part, les propriétés élastiques homogénéisées permettent de relier la déformation élastique aux contraintes(6.69).

$$\dot{\boldsymbol{E}}_e = \frac{1}{3}k_{ac}^{-1}\dot{\Sigma}_m\mathbf{1} + \frac{1}{2}\mu_{ac}^{-1}\dot{\boldsymbol{\Sigma}}_d \tag{6.69}$$

A partir (6.68) et (6.69), et en considérant maintenant l'incrément plastique et élastique des déformations normales et déviatoriques, on obtient les relations (6.70).

$$\begin{aligned} \dot{E}_m &= k_{ac}^{-1}\dot{\Sigma}_m + \dot{\lambda}\frac{\partial \mathcal{G}_g}{\partial \Sigma_m} \\ \dot{E}_d &= \frac{1}{2}\mu_{ac}^{-1}\dot{\Sigma}_d + \frac{1}{2}\dot{\lambda}\frac{\partial \mathcal{G}_g}{\partial \Sigma_d} \end{aligned} \tag{6.70}$$

On peut éliminer le multiplicateur plastique $\dot{\lambda}$ entre les expressions de $\dot{E}_m$ et $\dot{E}_d$ dans (6.70), à condition de disposer d'un lien entre les deux incréments de déformation. On se concentre désormais sur un trajet de chargement œdométrique, mais l'approche présentée ici peut facilement s'étendre à tout champ de déformations donné en fonction du temps. Prenant une base orthonormale $(\boldsymbol{e}_1, \boldsymbol{e}_2, \boldsymbol{e}_3)$, où la déformation est appliquée selon l'axe $\boldsymbol{e}_3$, la condition de déformation œdométrique s'exprime de la manière suivante (6.71).

$$\boldsymbol{E} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & E_{33} \end{pmatrix} \ , \ E_m = \frac{1}{3}E_{33} \ , \ E_d = -\frac{1}{\sqrt{3}}E_{33} \tag{6.71}$$

Bien sûr, si la relation (6.71) est vérifiée à tout instant, alors cette condition s'applique aussi à $\dot{\boldsymbol{E}}$. $\boldsymbol{\Sigma}_d$ et $\dot{\boldsymbol{\Sigma}}_{\boldsymbol{d}}$ variant linéairement avec $\dot{\boldsymbol{E}}$, ce qui implique aussi une forme particulière sur $\boldsymbol{\Sigma}$ (6.72).

$$\boldsymbol{\Sigma} = \Sigma_m \mathbf{1} + \frac{1}{\sqrt{3}}\Sigma_d(\boldsymbol{e}_1 \otimes \boldsymbol{e}_1 + \boldsymbol{e}_2 \otimes \boldsymbol{e}_2 - 2\boldsymbol{e}_3 \otimes \boldsymbol{e}_3) \tag{6.72}$$

On peut désormais éliminer $\dot{\lambda}$, ce qui donne (6.73).

$$\left(\frac{1}{\sqrt{3}}\frac{\partial \mathcal{G}_g}{\partial \Sigma_m} + \frac{1}{2}\frac{\partial \mathcal{G}_g}{\partial \Sigma_d}\right)\dot{E}_{33} + \frac{1}{2}\frac{\partial \mathcal{G}_g}{\partial \Sigma_d}k_{ac}^{-1}\dot{\Sigma}_m - \frac{1}{2}\frac{\partial \mathcal{G}_g}{\partial \Sigma_m}\mu_{ac}^{-1}\dot{\Sigma}_d = 0 \tag{6.73}$$

Nous transformons maintenant (6.73) en une équation différentielle, de solutions Σ_m et Σ_d et de variable ϕ. Pour cela, il nous faut une relation entre $\dot{E}_{33}$ et l'incrément de porosité $\dot{\phi}$. Nous rappelons que Ω_p and Ω_s représentent respectivement le volume de pore et de solide, avec le volume total $\Omega = \Omega_p + \Omega_s$. Une différentiation du volume total par rapport à ϕ donne (6.74).

$$\dot{\phi} = \frac{\dot{\Omega}_p}{\Omega} - \frac{\Omega_p \dot{\Omega}}{\Omega^2} = \frac{\dot{\Omega} - \dot{\Omega}_s}{\Omega} - \phi\frac{\dot{\Omega}}{\Omega} = (1-\phi)\frac{\dot{\Omega}}{\Omega} - \frac{\dot{\Omega}_s}{\Omega} \tag{6.74}$$

$\dot{\Omega}/\Omega = \dot{E}_{33}$, et $\dot{\Omega}_s/\Omega = (1-\phi)\dot{\Omega}_g/\Omega_g = 3(1-\phi)\dot{\bar{\varepsilon}}_m$. Introduisant (6.59), l'estimation auto-cohérente de $\bar{\varepsilon}_m$, nous obtenons (6.75).

$$\dot{\phi} = (1-\phi)\,(1 - D(\kappa, \rho, \phi))\,\dot{E}_{33} \tag{6.75}$$

Nous remplaçons maintenant $\dot{E}_{33}$ par $\dot{\phi}$ dans (6.73) à l'aide de (6.75), ce qui nous permet d'obtenir l'équation différentielle recherchée (6.76).

$$\left(\frac{1}{\sqrt{3}}\frac{\partial \mathcal{G}_g}{\partial \Sigma_m} + \frac{1}{2}\frac{\partial \mathcal{G}_g}{\partial \Sigma_d}\right)\frac{1}{(1-\phi)(1-D)} + \frac{1}{2}\frac{\partial \mathcal{G}_g}{\partial \Sigma_d}k_{ac}^{-1}\frac{\partial \Sigma_m}{\partial \phi} - \frac{1}{2}\frac{\partial \mathcal{G}_g}{\partial \Sigma_m}\mu_{ac}^{-1}\frac{\partial \Sigma_d}{\partial \phi} = 0 \tag{6.76}$$

Prise avec $\mathcal{G}_g = 0$ (on se trouve pour tout ϕ sur le seuil plastique), cette relation définit un système d'équations différentielles. Il possède une solution unique sur le quadrant $\frac{\Sigma_m}{K} < 0$ et $\frac{\Sigma_d}{K} > 0$, pour une jeu de conditions initiales sur $\Sigma_m(\phi)$ et $\Sigma_d(\phi)$. Comme nous l'avons vu en 6.2.1.2, le modèle prédit une raideur nulle pour $\phi = 0.5$. Nous choisissons donc comme conditions intiales $\Sigma_m = 0$ et $\Sigma_d = 0$ pour $\phi = 0.5$.
Dans le cas général, il parait illusoire d'espérer obtenir une solution analytique, mais une intégration numérique est possible pour un jeu de paramètres κ et ρ donné. Le chargement œdométrique est donc représenté par la valeur de la contrainte intégrée de $\phi = 0.5$ à toute valeur de la porosité $\phi < 0.5$.

Faire appel à la formulation élastoplastique se révèle assez laborieux, du fait de l'absence de solution analytique. Une formulation plus simple peut être obtenue dans la cas d'un comportement rigide plastique (où l'on choisit de négliger les déformations élastiques : $\boldsymbol{\varepsilon} \approx \boldsymbol{\varepsilon}_p$). En effet, comme nous l'avons vu en 3.1.1, les déformations totales sont très importantes, avec des variations de ϕ de l'ordre de la dizaine de %. Les déformations élastiques sont alors négligeables si le matériau est suffisament rigide.
La première simplification dans le cadre rigide plastique consiste à prendre $\mu_{ac}^{-1} = 0$ and $k_{ac}^{-1} = 0$ dans l'équation (6.76). La contribution de l'élasticité des grains à la

déformation volumique est elle aussi négligée, de sorte que la relation (6.75) se simplifie en $\dot{\phi} = (1-\phi)\dot{E}_{33}$. Moyennnant ces deux approximations, (6.76) se simplifie en (6.77).

$$\begin{aligned}
&\frac{1}{\sqrt{3}}\frac{\partial \mathcal{G}_g}{\partial \Sigma_m} + \frac{1}{2}\frac{\partial \mathcal{G}_g}{\partial \Sigma_d} = 0 \\
&\frac{2}{\sqrt{3}}\left(\frac{1}{(1-\phi)}\left(\frac{3\phi}{4}\mathcal{M}_g - \alpha_g^2\right)\frac{\Sigma_m}{K_g} + \alpha_g\right) + \mathcal{M}_g\frac{\Sigma_d}{K_g} = 0
\end{aligned} \tag{6.77}$$

Il s'agit d'une simple relation linéaire entre Σ_m and Σ_d. L'élimination de l'une des deux variables au moyen de (6.77) transforme (6.62) en un polynome d'ordre 2, dont on déduit avec (6.77) une expression analytique pour $\frac{\Sigma_m}{K} < 0$ et $\frac{\Sigma_d}{K} > 0$. Après calcul, et notamment un appel à (6.72), on obtient une expression de Σ_{33} en fonction de κ, ρ, ϕ, K_g et α_g (6.78). On notera cette estimation Σ_{33}^g.

$$\Sigma_{33}^g = K_g\frac{\alpha_g(1-\phi) + \sqrt{(\frac{3}{4}\mathcal{M}_g - \alpha_g^2)\phi(1-\phi)}}{\frac{3}{4}\phi\mathcal{M} - \alpha_g^2} \tag{6.78}$$

Une approche similiaire à partir du critère $\mathcal{G}_i = 0$ aboutit à une autre estimation de Σ_{33} , que nous noterons Σ_{33}^i.

$$\Sigma_{33}^i = K_i\frac{\alpha_i(1-\phi) + \sqrt{(\frac{1}{4}\psi\mathcal{M}_i - \alpha_i^2)\phi(1-\phi)}}{\frac{1}{4}\phi\mathcal{M} - \frac{\alpha_g^2}{\psi}} \tag{6.79}$$

6.2.3 Aspects des critères, dépendance vis à vis des paramètres

La Figure 6.3 représente le seuil plastique $\mathcal{G}_g = 0$ pour différentes valeurs de ϕ. On considère κ, ρ, α_g et K_g constants, à des valeurs censées correspondre à la compression œdométrique d'un lit de clinker monodisperse (1-1.25 mm) : $\rho = 5/3$, $\kappa = \infty$, $\alpha_g = 0.418$ et $K_g = 18.8$ MPa (voir 6.3.2). Le trajet de chargement œdométrique dans le cas rigide plastique est aussi représenté (voir 6.2.2.2).
L'enveloppe a la forme d'une ellipse, d'axes principaux alignés avec les axes $(\frac{\Sigma_m}{K}, \frac{\Sigma_d}{K})$. Le critère présente un léger décalage vis à vis de l'axe $\frac{\Sigma_d}{K}$. L'analogie avec le cap du modèle de Drucker-Prager/Cap (3.1.3) est immédiate. On voit aussi que l'écrouissage est capturé par le modèle, le seuil plastique couvrant une surface de plus en plus étendue de contraintes admissibles lorsque ϕ diminue.
La Figure 6.4 représente les seuils plastiques $\mathcal{G}_i = 0$ et le trajet de charge œdométrique pour la même situation ($\rho = 5/3$, $\kappa = \infty$, $\alpha_g = 0.1818$ et $K_g = 17.18$ MPa). On constate que l'aspect des deux critères est relativement similaire. Les deux critères sont capables de représenter (au moins grossièrement) les même comportements, et la pertinence de chacun sera jugé par rapport aux données expérimentales dans la partie 6.3.

Les Figures 6.5 et 6.6 représentent ces surfaces de charges pour différentes valeurs des coefficients de frottement α_g et α_i. La porosité et κ sont maintenus constants ($\phi = 0.3$

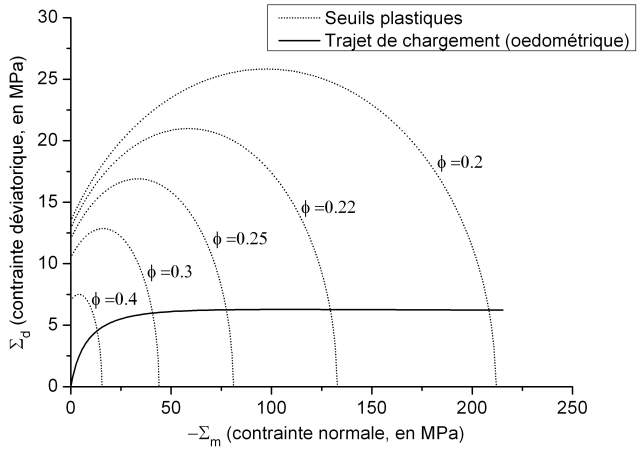

FIGURE 6.3 – Seuils plastique pour le critère $\mathcal{G}_g = 0$, pour différents ϕ. Trajet de chargement œdométrique. $\rho = 5/3$, $\kappa = \infty$, $\alpha_g = 0.418$ et $K_g = 18.8$ MPa

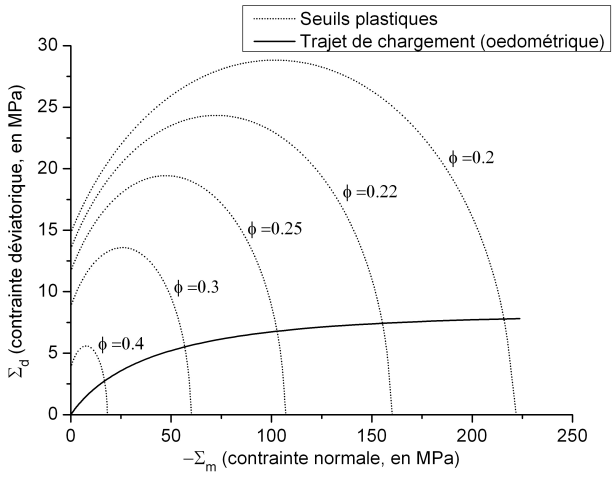

FIGURE 6.4 – Seuils plastique pour le critère $\mathcal{G}_i = 0$, pour différents ϕ. Trajet de chargement œdométrique.$\rho = 5/3$, $\kappa = \infty$, $\alpha_g = 0.1818$ et $K_g = 17.18$ MPa

et $\kappa = \infty$). Pour les deux critères, l'augmentation du coefficient de frottement a un effet similaire. Une valeur de α_g supérieure, par exemple, augmente la contrainte nécessaire pour atteindre le seuil plastique, en augmentant le rôle inhibiteur de la contrainte normale. Cet effet se fait d'autant plus sentir que le chargement macroscopique se rapproche d'une compression isotrope, et disparait pour une contrainte macroscopique purement déviatorique.

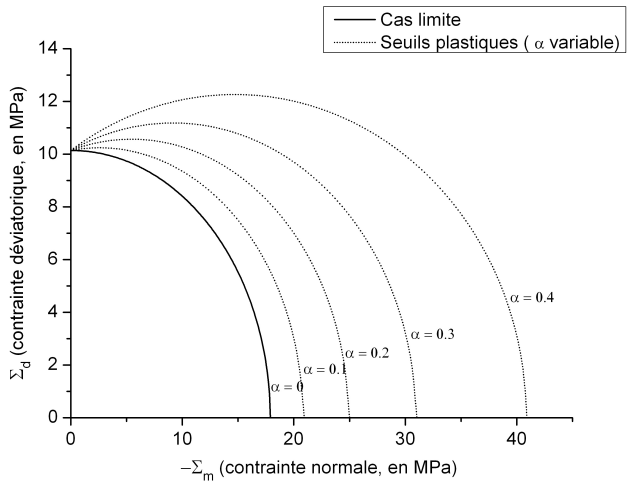

FIGURE 6.5 – Seuils plastique pour le critère $\mathcal{G}_g = 0$, pour différents α_g. $\phi = 0.3$ et $\kappa = \infty$

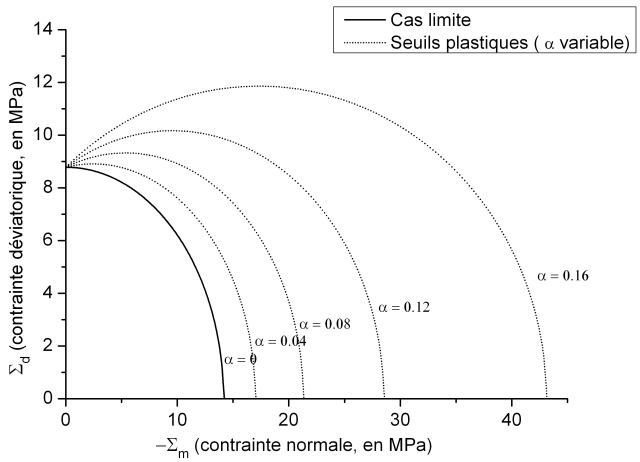

FIGURE 6.6 – Seuils plastique pour le critère $\mathcal{G}_i = 0$, pour différents α_i. $\phi = 0.3$ et $\kappa = \infty$

Les Figures 6.7 et 6.8 représentent ces surfaces de charges pour différentes valeurs du

paramètre de raideur des interfaces κ. On rappelle que $\kappa = \frac{k_t R}{\mu_s}$. Une valeur de κ élevée correspond à des interfaces raides (par rapport aux grains). De plus, κ augmente avec la taille caractéristique des particules. La porosité et les coefficients α_g et α_i sont maintenus constants ($\phi = 0.3$, $\alpha_g = 0.418$ et $K_g = 18.8$ MPa pour le critère $\mathcal{G}_g$, $\phi = 0.42$, $\alpha_i = 0.412$ et $K_i = 17.18$ MPa et pour le critère $\mathcal{G}_i$).
Dans le cas du critère $\mathcal{G}_g$, la résistance du matériau granulaire augmente avec le paramètre κ. Dans le cas du critère $\mathcal{G}_i$, on observe le phénomène inverse : la résistance du matériau diminue avec κ. Dans les deux cas, le phénomène peut s'expliquer en termes de concentation des contraintes : des interfaces raides auront tendance à concentrer les contraintes, de même que des grains raides. Il est donc logique que le matériau présente une plus faible résistance lorsque les grains sont raides si la rupture a lieu dans les grains. A l'inverse, le matériau est moins résistant lorsque les interfaces sont raides si la rupture a lieu dans les interfaces.

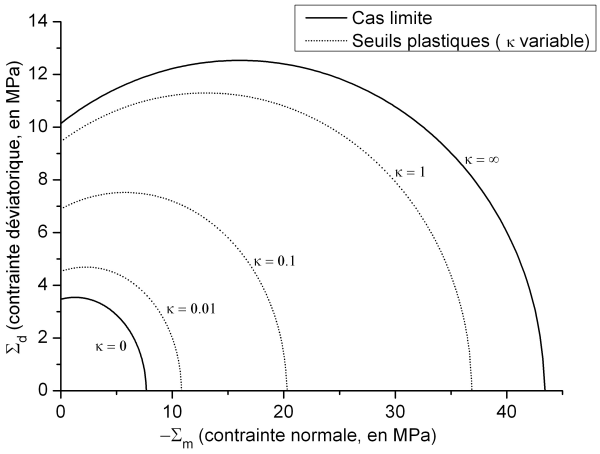

FIGURE 6.7 – Seuils plastiques pour le critère $\mathcal{G}_g = 0$, pour différents κ. $\phi = 0.3$ et $\alpha_g = 0.418$

L'effet du paramètre ρ n'a pas été étudié spécifiquement. On rappelle que ce paramètre est directement relié au coefficient de Poisson des grains via la relation 6.27. Ce paramètre est considéré comme une donnée matériau, et une valeur de $\rho = 5/3$ ($\nu = 0.25$) est adoptée, conformément aux résultats de [Forgeron 1981]) pour le clinker.
Enfin, dans le cas limite $\kappa = \infty$, on peut montrer que les surfaces de charges $\mathcal{G}_g$ et $\mathcal{G}_i$ ne dépendent plus de ρ. La valeur adoptée n'a alors plus d'impact sur le comportement du modèle. Le cas limite $\kappa = \infty$ se révèlant être particulièrement pertinent par rapport aux données expérimentales (voir chapitre 6.3), considérer les variations de ρ n'aurait eu que peu d'intérêt pour notre étude.

Nous examinons maintenant l'évolution des contraintes en fonction de la compaction dans

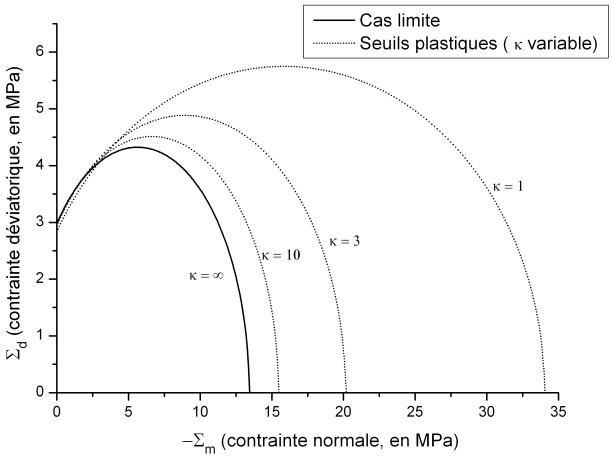

FIGURE 6.8 – Seuils plastiques pour le critère $\mathcal{G}_i = 0$, pour différents κ. $\phi = 0.3$ et $\alpha_i = 0.1818$

le cas d'une compression œdométrique. Se pose tout d'abord la question de la prise en compte des déformations élastiques. Comme exposé en 6.2.2.2, négliger les déformations élastiques simplifie énormément les équations et permet notamment d'obtenir une formulation explicite de la contrainte principale pour les critères de rupture $\mathcal{G}_g$ et $\mathcal{G}_i$ (Formules 6.78 et 6.79).
La Figure 6.9 représente la contrainte principale en fonction de la porosité. On applique le critère $\mathcal{G}_g$, en négligeant ou non les déformations élastiques, pour les même valeurs des paramètres ($\rho = \frac{5}{3}$, $\kappa = \infty$, $\alpha_g = 0.4122$, $K_g = 18.8$ MPa). On constate que les solutions avec et sans déformations élastiques ne divergent que très légèrement. Ce n'est d'ailleurs pas surprenant au vu de l'amplitude de la déformation plastique (de plusieurs dizaines de %). Du reste, comme nous l'avons vu en 3.1.1, L'hypothèse d'un comportement rigide plastique à l'échelle du matériau granulaire est souvent considérée dans la littérature.
Nous nous plaçons donc dans la suite dans un cadre rigide plastique, en négligeant toute contribution des déformations élastiques.

Les Figures 6.10 et 6.11 rendent compte, pour les critères $\mathcal{G}_g = 0$ et $\mathcal{G}_i = 0$ de l'évolution de la contrainte principale en fonction de la densité $1 - \phi$, pour différentes valeurs des paramètres α_g et α_i. On néglige les déformations élastiques. On a toujours $\rho = 5/3$ et $\kappa = \infty$, et soit $K_g = 18.8$ MPa soit $K_i = 17.18$ MPa .
L'évolution est conforme à ce que l'on pouvait attendre au vu de l'allure des seuils plastiques présentés en Figures 6.5 et 6.6 : la contrainte augmente plus rapidement avec la densité pour des valeurs supérieures du coefficient de friction. Pour $\alpha_g = 0$, par exemple, la contrainte augmente progressivement pour finalement diverger vers l'infini en $1 - \phi = 1$. Pour des valeurs plus importantes de α_g, cette limite est atteinte pour une valeur de la densité inférieure à 1, ce qui correspond à la réalité expérimentale ou une importante

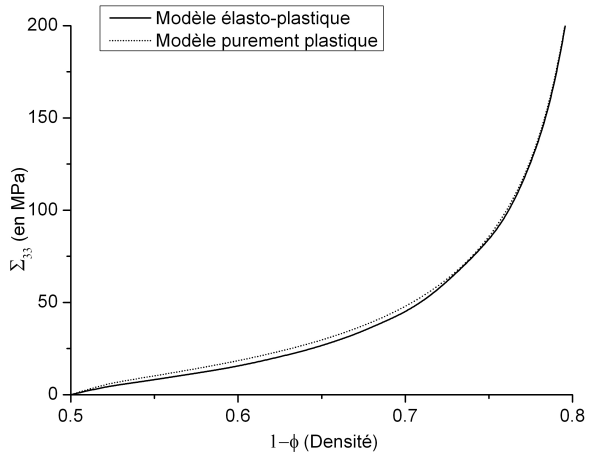

FIGURE 6.9 – Evolution de la contrainte principale en fonction de la densité, pour le critère $\mathcal{G}_g = 0$, modèle rigide plastique et élastoplastique ($\rho = \frac{5}{3}$, $\kappa = \infty$, $\alpha_g = 0.4122$, $K_g = 18.8$ MPa)

augmentation de la contrainte est observée pour des densités largement inférieures à 1. L'asymptote verticale correspond à la valeur de ϕ telle que $\alpha_g^{crit}(\phi) = \alpha$. On peut faire le même type d'observations concernant α_i et le critère $\mathcal{G}_i = 0$.

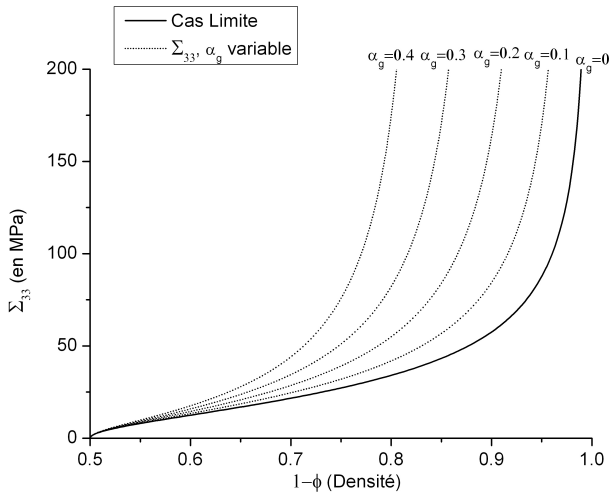

FIGURE 6.10 – Evolution de la contrainte principale en fonction de la densité, pour le critère $\mathcal{G}_g = 0$ pour différentes valeurs de α_g

Les Figures 6.12 et 6.13 rendent compte, pour les critères $\mathcal{G}_g = 0$ et $\mathcal{G}_i = 0$ de l'évolution

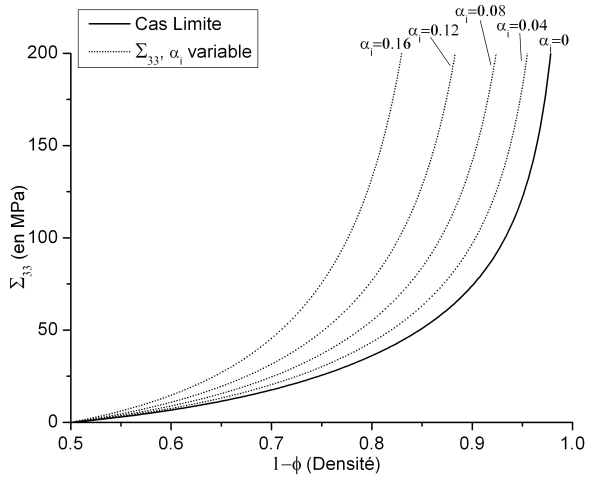

FIGURE 6.11 – Evolution de la contrainte principale en fonction de la densité, pour le critère $\mathcal{G}_i = 0$ pour différentes valeurs de α_i

de la contrainte principale en fonction de la densité $1 - \phi$, pour différentes valeurs de κ. On a toujours $\rho = 5/3$, $\kappa = \infty$, ainsi que $\alpha_g = 0.418$ et $K_g = 18.8$ MPa d'une part, $\alpha_i = 0.1818$ et $K_i = 17.18$ MPa d'autre part.
Encore une fois, l'évolution est conforme à l'évolution des seuils plastiques (Figures 6.7 et 6.8. Pour le critère $\mathcal{G}_g$, la contrainte augmente plus rapidement pour des interfaces raides (κ grand). C'est l'inverse pour le critère $\mathcal{G}_g$. L'asymptote verticale se déplace là-encore avec les variations de κ.

Enfin, nous considérons l'évolution de la contrainte latérale, Σ_{lat}, exercée dans la direction perpendiculaire à l'axe de chargement. La Figure 6.14 représente l'évolution de la contrainte principale et de la contrainte latérale, avec le critère $\mathcal{G}_g$. L'exemple choisi est le même que pour les Figures 6.3 et 6.4, correspondant à une fraction 1-1.25 mm de clinker (voir 6.3.1). On note que les deux contraintes prennent des valeurs très semblables, nottament pour les fortes densités. Le champ de contrainte peut quasiment être considéré comme isotrope. Cette tendance pouvait déjà être constatée sur les trajets de chargements représentés sur les Figures 6.3 et 6.4, où l'on observe que la contrainte normale macroscopique Σ_m est grande devant la composante déviatorique Σ_d pour les faibles valeurs de ϕ.

6.3 Résultats et discussions

6.3.1 Variantes du modèle et adaptation aux données expérimentales

L'application du schéma autocohérent nous a permis de définir deux critères d'écoulement plastique $\mathcal{G}_g$ et $\mathcal{G}_i$, à partir de deux critères de rupture différents à l'échelle des grains.

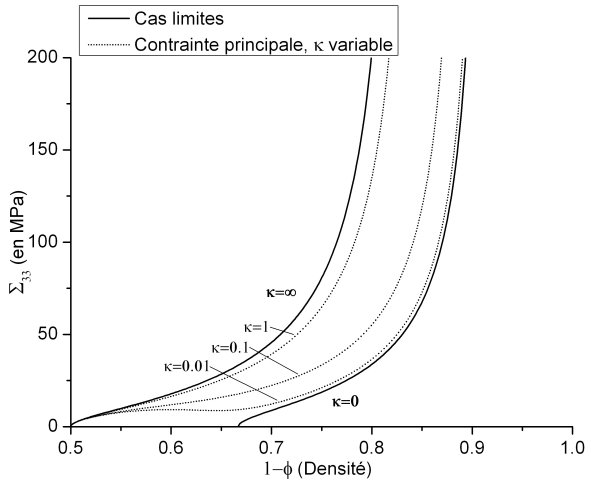

FIGURE 6.12 – Evolution de la contrainte principale en fonction de la densité, pour le critère $\mathcal{G}_g = 0$ pour différentes valeurs de κ

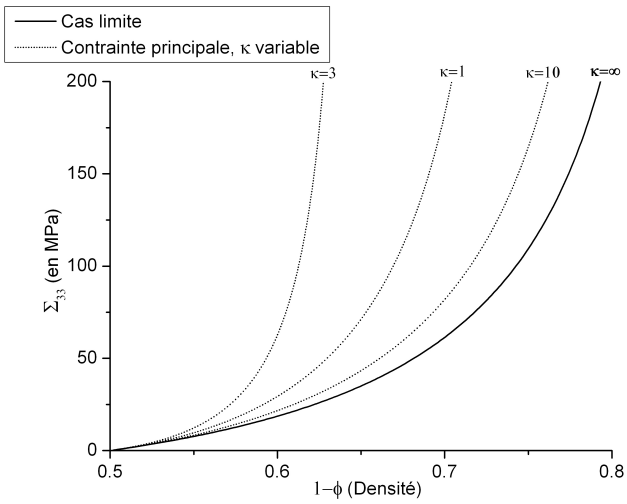

FIGURE 6.13 – Evolution de la contrainte principale en fonction de la densité, pour le critère $\mathcal{G}_i = 0$ pour différentes valeurs de κ

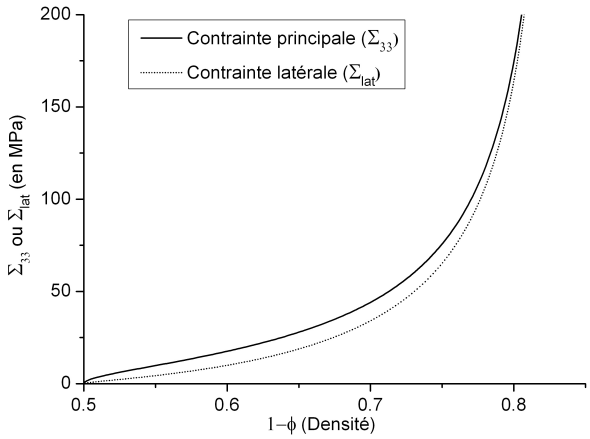

FIGURE 6.14 – Evolution de la contrainte principale et de la contrainte latérale en fonction de la densité, pour le critère $\mathcal{G}_g$. $\rho = 5/3$, $\kappa = \infty$, $\alpha_g = 0.418$ et $K_g = 18.8$ MPa

Ces critères dépendent d'un certain nombre de paramètres : le paramètre de raideur des interfaces κ, le paramètre ρ lié au coefficent de Poisson, les paramètres K_g et α_g pour le critère $\mathcal{G}_g$, les paramètres K_i et α_i pour le critère $\mathcal{G}_i$. La porosité ϕ (ou d'une manière équivalente, la densité $1 - \phi$) est quant à elle un paramètre de chargement, caractérisant le degré de compaction de la matière.
Ce cadre permet de définir différentes variantes du modèle général. On peut activer séparément les critères $\mathcal{G}_g$ et $\mathcal{G}_i$, ou les considérer ensemble. On peut décider d'attribuer une valeur donnée à certains paramètres ou les considérer comme des paramètres d'optimisation à ajuster en fonction des données expérimentales. Enfin, on peut choisir de faire varier les paramètres avec le chargement, par l'intermédiaire de la variable ϕ.

Nous décidons de présenter ici 4 variantes. Leur capacité à rendre compte des résultats expérimentaux est discutée en 6.3.2.

- Variante 1 : "rupture dans les grains". Le critère $\mathcal{G}_g$ est actif. On prend $\kappa = \infty$, K_g et α_g sont optimisés pour correspondre au mieux aux données expérimentales.
- Variante 2 : "rupture dans les grains, κ variable". Le critère $\mathcal{G}_g$ est actif. κ est une fonction décroissante de ϕ : $\kappa = \kappa_0 \phi^{-n}$, avec $n > 0$. Optimisation sur K_g et α_g, κ_0 et n. La variation de κ peut être considérée comme la manifestation d'une non linéarité du comportement élastique des interfaces.
- Variante 3 : "rupture dans les interfaces". Le critère $\mathcal{G}_i$ est actif. On prend $\kappa = \infty$, optimisation sur K_i et α_i.
- Variante 4 : "rupture dans les grains puis dans les interfaces". Les critères $\mathcal{G}_g$ et $\mathcal{G}_i$ sont tous les deux actifs. On prend $\kappa = \infty$, optimisation sur K_g, α_g, K_i et α_i. En pratique, on observe une valeur de ϕ "de transition", ϕ_t, avec le critère dans les

interfaces $\mathcal{G}_i$ actif pour $\phi > \phi_t$, et le critère dans les grains $\mathcal{G}_g$ actif pour $\phi < \phi_t$.

Ces différents choix sont récapitulés dans le Tableau 6.1. Leur pertinence sera discutée vis à vis des résultats expérimentaux dans la partie 6.3.2.

	1 : "grains"	2 : "grains, κ variable"	3 : "interfaces"	4 : "grains/interfaces"
Nb. de paramètres	2	4	2	4
Critère(s) utilisé(s)	$\mathcal{G}_g$	$\mathcal{G}_g$	$\mathcal{G}_i$	$\mathcal{G}_g$ et $\mathcal{G}_i$
κ	∞	$\kappa = \kappa_0 \phi^{-n}$, κ_0 et n optimisé	∞	∞
ρ	5/3	5/3	5/3	5/3
K_g	Optimisé	Optimisé	NA	Optimisé
α_g	Optimisé	Optimisé	NA	Optimisé
K_i	NA	NA	Optimisé	Optimisé
α_i	NA	NA	Optimisé	Optimisé

Table 6.1 – Récapitulatif des différentes variantes du modèle adoptées. L'alignement du modèle sur les données expérimentales se fait en ajustant la valeur des paramètres marqués comme "optimisés". NA ("ne s'applique pas") signifie que ce paramètre n'est pas pertinent pour la variante considérée.

Le choix de prendre $\kappa = \infty$ (pour les Variantes 1,3 et 4) peut paraitre surprenant à priori. Il s'agit tout d'abord d'une constatation empirique : c'est pour cette valeur que l'on obtient systématiquement la meilleure adéquation du modèle aux résultats expérimentaux, au point de rendre son inclusion dans les paramètres d'optimisation inutile. $\kappa = \infty$ correspond à des interfaces rigides, si bien que l'on peut s'interroger sur l'utilité d'avoir incorporé des sauts de déplacement dans le modèle pour finalement les prendre égaux à 0. Dans le cas d'une rupture dans les grains (variante 1), le modèle développé avec $\kappa = \infty$ donne effectivement la même prédiction qu'un modèle beaucoup plus simple où l'on aurait appliqué un schéma autocohérent à des grains sans interface. Dans le cas d'une rupture dans les interfaces, l'introduction de celles-ci conserve par contre toute son utilité. Même si les sauts de déplacement sont nuls au niveau des interfaces, leur introduction peut être considérée comme une astuce de calcul permettant d'estimer les contraintes au voisinage des contacts.
La seule variante considérée impliquant de véritables sauts de déplacement est la variante 2. L'adoption d'une loi de puissance décroissante pour décrire l'évolution de κ en fonction de ϕ n'a pas de justification physique particulière, sinon de fournir une forme mathématique souple sans augmenter outre mesure le nombre de paramètres considérés. On peut même considérer à raison qu'une corrélation de κ avec la contrainte (par exemple la contrainte normale aux interfaces $\overline{\overline{\boldsymbol{T}}}_n$) jouerait un rôle similaire, avec un sens physique plus évident. Les calculs serait cependant encore alourdis.
Le fait que κ augmente avec la densité $1 - \phi$ correspond à un raidissement des contacts au cours de la compaction : les contacts sont de plus en plus étendus et nombreux, limitant les possibilités pour les grains de se déplacer librement les uns par rapport aux autres. Il s'agit

avant tout d'un constat empirique, le cas où κ est une fonction croissante de la densité se montrant le plus à même de reproduire les données expérimentales.

A l'origine, l'introduction du paramètre κ était aussi censée rendre compte de la taille caractéristique R des particules (on rappelle que celle-ci intervient dans la définition de $\kappa = \frac{k_t R}{\mu_s}$). C'est même le seul paramètre du modèle faisant intervenir la taille des particules de manière explicite.
Mais de fait, cette dépendance en la taille disparait lorsque l'on se place dans le cas limite $\kappa = \infty$. Même dans le cas où l'on considère κ variable (variante 2), nous considérons que κ augmente avec la densité $1 - \phi$. Or compte tenu du fait que la taille des particules tend à diminuer avec la densité du fait du broyage, l'effet de la taille des particules aurait plutôt tendance à ce que κ soit une fonction décroissante de $1 - \phi$. De même, aucune tendance nette n'a pu être dégagée en ce qui concerne l'effet de la taille de départ des particules sur κ_0 ou n.
La contradiction n'est qu'apparente, étant donné que la raideur des contacts est elle aussi susceptible d'évoluer avec ϕ ou la taille des particules, ce qui peut modifier radicalement l'évolution de κ en fonction de R. Mais nous constatons que notre modèle ne parvient pas pas en l'état à faire intervenir de manière cohérente la taille des particules par l'intermédiaire des variations de ce paramètre de raideur des interfaces κ.

Les modèles sont confrontés à des données d'essais œdométriques, réalisés selon le protocole décrit en 5.2. On considère, pour chacun des cas, l'évolution de la contrainte principale Σ_{33} en fonction de la densité $1 - \phi$. 14 essais ont été retenus, tirés des séries ayant servi à la calibration du modèle de fragmentation présenté en 5.3 :

- 5 essais sur fractions monodiperses de clinker : 2-2.5 mm, 1-1.25 mm, 500-600 μm, 250-300 μm, 100-125 μm.
- 1 essai sur une fraction polydisperse de clinker : 20% 1-1.25 mm, 80% 100-500 μm.
- 4 essais sur des fractions monodisperses de calcaire : 1.25-1.6 mm, 600-800 μm, 315-400 μm, 125-160 μm.
- 4 essais sur des fractions monodisperses de quartz : 1.25-1.6 mm, 600-800 μm, 315-400 μm, 125-160 μm.

Le Tableau 6.2 liste pour chacun de ces essais la valeur maximale atteinte par la contrainte principale, ainsi que le domaine de porosité ϕ exploré ($\phi \in [\phi_{min}, \phi_{max}]$, $\Sigma_{33} \in [\Sigma_{min}, \Sigma_{max}]$). Comme le modèle ne prédit une raideur nulle pour $\phi > 0.5$, on considère systématiquement $\phi_{max} < 0.5$, même lorsque des données sont disponibles à des valeurs de la porosité plus importantes. Ce problème s'est particulièrement fait sentir avec les essais sur quartz, ou le matériau granulaire peut supporter en réalité des contraintes assez importantes même avec $\phi > 0.5$.

L'optimisation se fait sur chaque courbe selon la méthode des moindres carrés. La correspondance entre le modèle et les données expérimentales est évaluée visuellement, et au moyen de l'erreur relative sur les moindres carrés Δ_m (6.80) :

Matière/taille	Σ_{min} (MPa)	Σ_{max} (MPa)	ϕ_{max}	ϕ_{min}
Clinker 2-2.5 mm	5.2	280	0.48	0.178
Clinker 1-1.25 mm	6.24	280	0.48	0.1865
Clinker 500-600 μm	7.88	268	0.48	0.16
Clinker 250-300 μm	8.5	250	0.48	0.1815
Clinker 100-125 μm	8.95	250	0.495	0.211
Clinker 1-1.25 mm+fines	5.15	200	0.495	0.195
Calcaire 1.25-1.6 mm	3.89	180	0.4	0.105
Calcaire 600-800 μm	4.88	180	0.411	0.116
Calcaire 315-400 μm	5.28	180	0.411	0.143
Calcaire 125-160 μm	5.24	180	0.343	0.131
Quartz 1.25-1.6 mm	5.45	180	0.456	0.218
Quartz 600-800 μm	7.89	180	0.456	0.243
Quartz 315-400 μm	5.85	180	0.468	0.255
Quartz 125-160 μm	7.69	167.7	0.49	0.289

TABLE 6.2 – Contrainte principale maximale et domaine de porosité ϕ exploré, pour les essais considérés.

$$\Delta_m = \frac{\int_{\phi_{min}}^{\phi_{max}} (\Sigma_{33} - \hat{\Sigma}_{33})^2 d\phi}{\int_{\phi_{min}}^{\phi_{max}} \Sigma_{33}^2 d\phi} \tag{6.80}$$

Où Σ_{33} désignent les valeurs expérimentales , et $\hat{\Sigma}_{33}$ les prédictions du modèle.

Comme les essais considérés portent à la fois sur des classes de tailles et des matériaux différents, il peut être tentant de définir des valeurs des paramètres communes à plusieurs essais, par exemple définir une valeur de certains paramètres ne dépendant que du matériau considéré et pas de la fraction de taille. Malheureusement, les tentatives en ce sens n'ont donné aucun résultat probant. Comme l'illustre les concepts dévellopés au chapitre 3.2, il ne s'agit pas forcément d'une aberration sur le plan physique. Les propriétés fragiles étant notoirement influencées par des effets d'échelles, il est normal que les paramètres puissent dépendre à la fois de la matière et de la fraction de taille considérée.
En l'absence de valeurs communes de certains paramètres pour un matériau donné, l'optimisation se fait essai par essai, avec dans chaque cas la définition d'un jeu de 2 (ou 4) valeurs optimales pour les paramètres variables. C'est évidemment un inconvénient important en ce qui concerne la capacité prédictive du modèle, puisqu'il n'est pas possible d'extrapoler à priori les résultats à une nouvelle fraction de taille, par exemple. Cela fragilise aussi les conclusions que l'on peut tirer d'une bonne correspondance du modèle aux données expérimentales. Il est toujours difficile de dire si une bonne correspondance est due à la justesse physique du modèle, où provient simplement de la souplesse des formes mathématiques adoptées qui peuvent s'adapter à tout type de courbes...

6.3.2 Discussion de la correspondance modèles/résultats expérimentaux

Les valeurs des paramètres obtenues après optimisation sont présentées en Annexe B, dans les tableaux B.1 à B.4. Le Tableau 6.3 récapitule les valeurs des erreurs Δ_m obtenues pour les différents cas de figure, et compare la capacité des variantes proposées à reproduire les résultats expérimentaux. Il convient d'insister sur le fait que l'optimisation se fait sur 2 paramètres dans le cas des variantes 1 et 3, et sur 4 paramètres pour les variantes 2 et 4. Il est donc logique que les variantes à 4 paramètres permettent une meilleure correspondance entre le modèle optimisé et les résultats expérimentaux, du simple fait de la plus grande souplesse de l'optimisation.

Matière/taille	Δ_m (Variante 1)	Δ_m (Variante 2)	Δ_m (Variante 3)	Δ_m (Variante 4)
Clinker 2-2.5 mm	1.347×10^{-2}	1.759×10^{-3}	4.618×10^{-3}	7.715×10^{-4}
Clinker 1-1.25 mm	1.008×10^{-2}	1.096×10^{-3}	4.199×10^{-3}	4.566×10^{-4}
Clinker 500-600 μm	6.398×10^{-3}	4.873×10^{-4}	1.642×10^{-3}	5.960×10^{-4}
Clinker 250-300 μm	5.242×10^{-3}	5.753×10^{-4}	1.003×10^{-3}	3.936×10^{-4}
Clinker 100-125 μm	3.349×10^{-3}	4.349×10^{-4}	8.274×10^{-4}	6.298×10^{-4}
Clinker 1-1.25 mm+fines	8.431×10^{-3}	1.652×10^{-3}	2.008×10^{-3}	4.037×10^{-4}
Calcaire 1.25-1.6 mm	2.025×10^{-2}	1.511×10^{-3}	3.825×10^{-3}	1.167×10^{-3}
Calcaire 600-800 μm	1.710×10^{-2}	1.379×10^{-3}	9.991×10^{-3}	7.772×10^{-4}
Calcaire 315-400 μm	1.350×10^{-2}	1.468×10^{-3}	4.495×10^{-3}	6.606×10^{-4}
Calcaire 125-160 μm	1.704×10^{-2}	4.655×10^{-4}	1.807×10^{-2}	3.091×10^{-3}
Quartz 1.25-1.6 mm	2.872×10^{-3}	2.798×10^{-4}	7.162×10^{-4}	4.106×10^{-4}
Quartz 600-800 μm	2.042×10^{-3}	2.432×10^{-4}	6.711×10^{-4}	4.276×10^{-4}
Quartz 315-400 μm	1.935×10^{-3}	4.342×10^{-4}	2.211×10^{-4}	1.124×10^{-4}
Quartz 125-160 μm	7.901×10^{-4}	6.818×10^{-5}	8.213×10^{-4}	8.143×10^{-4}

TABLE 6.3 – Comparaison de l'erreur relative Δ_m pour les différentes variantes du modèle. La couleur verte correspond à la moindre erreur sur les 4 variantes pour un essai donné. jaune = 2, orange = 3, rouge = 4.

La "variante 1" correspond au cas où la rupture a lieu dans les grains, et où les interfaces sont raides. Cette situation est équivalente à un modèle où l'on considérerait l'homogénéisation auto-cohérente d'une assemblée de grains sans interfaces. On constate que l'adéquation entre résultats expérimentaux et modèle est assez médiocre, en particulier dans le cas des essais sur clinker et sur calcaire. La Figure 6.15 présente l'exemple de l'essai sur clinker, 1-1.25 mm. Le modèle peine visiblement à reproduire la courbure caractéristique de la courbe contrainte/densité. Le modèle se comporte par contre de manière tout à fait satisfaisante pour les essais sur quartz (Figure 6.16, fraction 315-400 μm), où la plage de densité balayée est plus réduite.
On peut ainsi conclure que cette variante se révèle limitée pour capturer le comportement sur l'ensemble de la gamme de densités proposée.

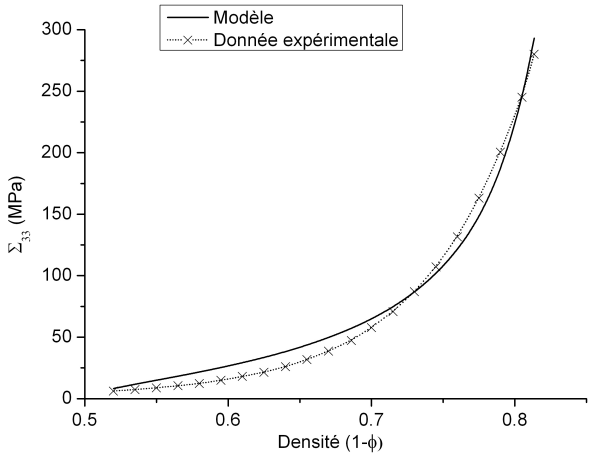

FIGURE 6.15 – Comparaison des données expérimentales et de la prédiction du modèle, variante 1 ("rupture dans les grains"), clinker 1-1.25 mm.

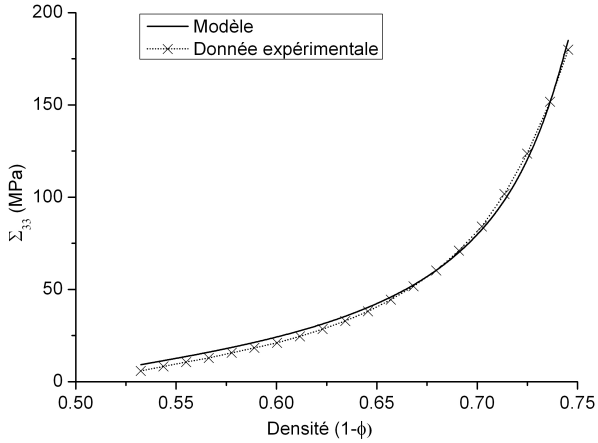

FIGURE 6.16 – Comparaison des données expérimentales et de la prédiction du modèle, variante 1 ("rupture dans les grains"), quartz 315-400 μm

La "variante 2" correspond au cas où la rupture a lieu dans les grains, et où le paramètre de raideur κ augmente avec la densité, ce qui correspond à un raidissement des interfaces. La Figure 6.17 représente l'évolution de κ en fonction de ϕ pour l'exemple de la fraction 1-1.25 mm de clinker. Elle est à rapprocher de la Figure 6.12 qui présentait l'effet de la valeur de κ (fixe) sur la courbe de chargement. On peut constater dans ce cas qu'avec une valeur fixe de $\kappa < 0.01$ on se rapproche du cas limite d'interfaces glissantes $\kappa = 0$, et qu'à l'inverse une valeur de $\kappa > 1$ se rapproche du cas d'interfaces rigides ($\kappa = \infty$). On constate donc dans le cas de κ variable que pour les valeurs de κ_0 et n obtenues par optimisation, on balaie l'ensemble des cas de figure au cours de la compaction : les interfaces sont considérées presque parfaitement glissantes aux faibles densités, et quasi-rigides aux fortes densités.
L'adaptation du modèle aux données est bien meilleure, quasiment parfaite dans le cas du quartz (Figure 6.19). Dans la cas du calcaire et du clinker, on remarque une certaine difficulté à représenter le comportement du matériau aux faibles densités (Figure 6.18). On ne doit cependant pas oublier que l'on dispose ici de 4 paramètres d'optimisation, ce qui améliore forcément la capacité du modèle à s'adapter aux données. On remarque par exemple qu'à nombre équivalent de paramètres d'optimisation, la variante 4 propose une adéquation équivalente, sinon meilleure aux données.
En conclusion, il parait difficile de dire si la meilleure adéquation de la variante 2 aux données vient d'un réel progrès dans la compréhension physique, ou simplement de la plus grande souplesse de la formule mathématique qui passe de 2 à 4 paramètres optimisés. Pour cela il serait nécessaire de disposer d'une meilleure compréhension du comportement aux interfaces. Et en premier lieu, de savoir si l'on peut établir l'existence d'un raidissement de celles-ci avec la densification du système.

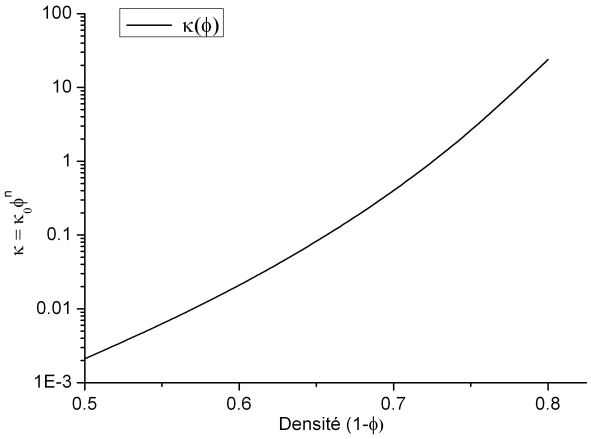

FIGURE 6.17 – Evolution de κ en fonction de la densité $1 - \phi$, dans le cas de la variante 2 pour l'essai sur clinker 1-1.25 mm.

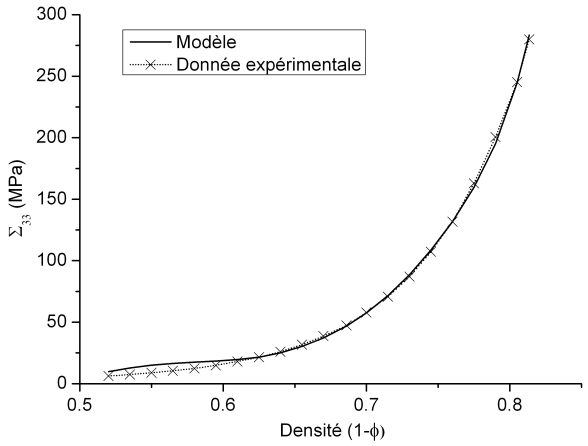

FIGURE 6.18 – Comparaison des données expérimentales et de la prédiction du modèle, variante 2 ("rupture dans les grains, κ variable"), clinker 1-1.25 mm.

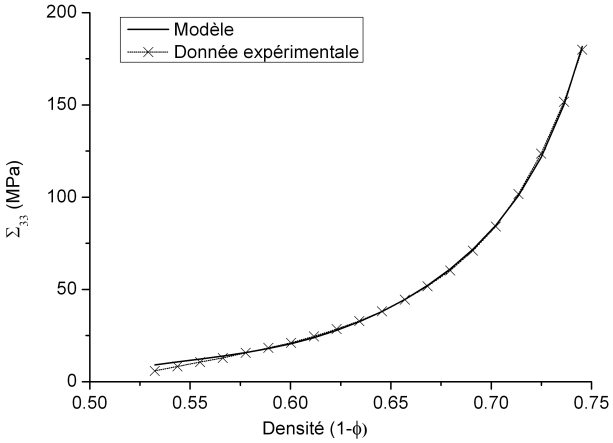

FIGURE 6.19 – Comparaison des données expérimentales et de la prédiction du modèle, variante 2 ("rupture dans les grains, κ variable"), quartz 315-400 μm

La variante 3 correspond au cas où la rupture à lieu "dans les interfaces". Comme ces interfaces sont prises raides ($\kappa = \infty$), elles n'autorisent avant rupture aucun saut de déplacement. De fait, on peut considérer l'introduction d'interface dans cette situation comme une astuce de calcul visant à évaluer la contrainte à la frontière de grain, et à prédire la rupture au voisinage des contacts.
L'adéquation aux données expérimentales est bien meilleure, à nombre de paramètres d'optimisation égaux, que pour la variante 1 (rupture au cœur des grains). On constate sur les Figures 6.20 qu'aucune divergence notable avec les données n'est à signaler, même si la courbure de l'essai expérimental reste difficile à capturer sur l'ensemble de la plage de densité considérée. Dans le cas du quartz, l'adéquation aux données est même quasi-parfaite (Figure 6.21).

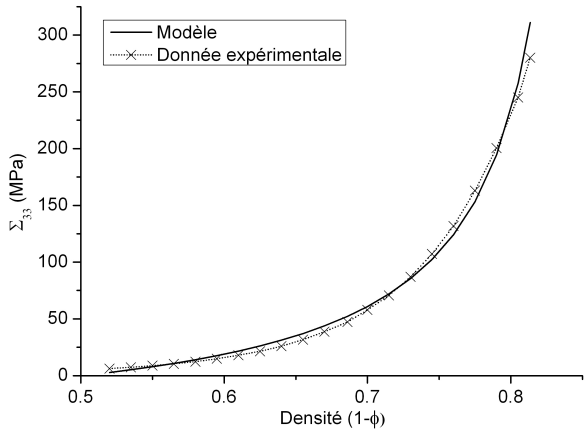

FIGURE 6.20 – Comparaison des données expérimentales et de la prédiction du modèle, variante 3 ("rupture dans les interfaces"), clinker 1-1.25 mm.

L'objectif de la variante 4 est de laisser l'opportunité à l'un ou l'autre critère de s'exprimer selon l'état de compaction de l'échantillon. On considère la possibilité qu'un des modes de rupture soit dominant à faible densité, avant que l'autre ne devienne effectif aux fortes densités.
Les deux critères de rupture sont introduits, et on considère comme "actif" celui qui présente la valeur la plus faible de la contrainte principale, à ϕ donné. On considère toujours $\kappa = \infty$, et donc l'optimisation se fait sur 4 paramètres : K_g, α_g,K_i et α_i. En pratique, pour les valeurs des paramètres considérés, le critère $\mathcal{G}_i$ (rupture dans les interfaces) est actif pour $\phi \in [\phi_t, 0.5]$, et le critère $\mathcal{G}_g$ (rupture dans les grains) pour $\phi \in [\phi_{min}, \phi_t]$, avec ϕ_t une valeur de la porosité de transition (Tableau B.4). On constate que ϕ_t prend des valeurs relativement stables pour un matériau donné : entre 0.2010 et 0.2436 pour le clinker, 0.1498 et 0.1834 pour le calcaire, 0.2242 et 0.3053 pour le quartz.

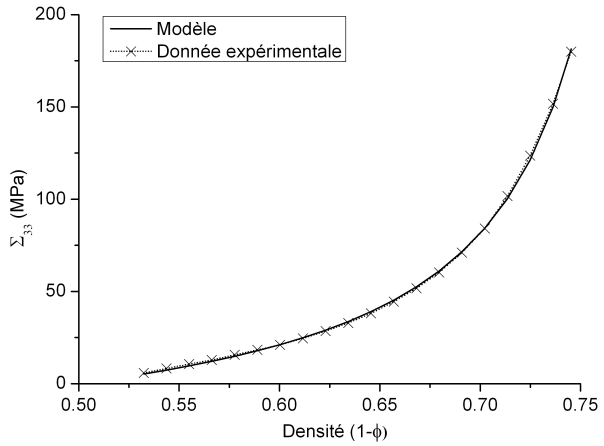

FIGURE 6.21 – Comparaison des données expérimentales et de la prédiction du modèle, variante 3 ("rupture dans les interfaces"), quartz 315-400 μm

L'adéquation aux données expérimentales est excellente, même dans le cas du clinker et du calcaire (Figure 6.22). La principale divergence se trouve au niveau de la transition entre les deux critères, ou la courbe prédite par le modèle présente une irrégularité sans doute liée à une transition trop abrupte d'un mécanisme de rupture à l'autre. Bien sûr, comme pour la variante 2 (rupture dans les grains, κ variable), il convient de rappeller que l'optimisation se fait sur 4 paramètres, ce qui peut en soi expliquer une meilleure adaptation aux données. Mis à part cette irrégularité, c'est cette variante qui propose la meilleure adéquation aux données.
Il est intéressant que cette transition ait toujours lieu pour des valeurs comparables de la porosité pour un matériau fixé. Cela plaide en faveur d'un réel sens physique de cette transition, puisque cette valeur ne "s'adapte" pas pour coller au mieux aux données proposées.

Les solutions présentées ici correspondent au cas où la rupture à d'abord lieu dans les interfaces aux faibles densités, puis au cœur des grains aux fortes densité. Cela nous semble correspondre à une logique physique : aux faibles densité, les contraintes déviatoriques sont encore importantes et peuvent permettre la rupture par cisaillement au niveau des contacts. Lorsque la compaction progresse, le chargement de plus en plus isotrope favorise un mécanisme d'éclatement des grains.
En pratique, on trouve toujours une solution suivant cet enchainement (rupture dans les interfaces, puis dans les grains), qui corresponde bien aux données. Ce choix comporte cependant une part d'arbitraire : dans la plupart des cas, des solutions ne correspondant pas à cette logique (rupture dans les grains puis dans les interfaces, par exemple), présentaient une adéquation aux données comparable. Même s'il nous semble correspondre à la réalité physique, cet enchainement "rupture dans les interfaces aux faibles densités, rupture dans

les grains aux hautes densité" n'est donc pas démontré par notre modèle.

Cette question de savoir si les grains rompent "dans les interfaces", ou dans les grains à différents moments du broyage n'est pas neutre en ce qui concerne la création de particules fines et donc l'efficacité du broyage, en particulier aux porosités les plus faibles. On peut en effet considérer que le mécanisme de rupture dans les grains correspondrait à de "vraies ruptures" aboutissant à la destruction complète des grains. Le mécanisme de rupture dans les interfaces ne modifiant la granulométrie du système qu'à la marge. L'observation de l'évolution de la granulométrie n'apporte pas de réponse claire ce point de vue. La granulométrie évolue beaucoup aux fortes porosités, ce qui semble peu conforme avec un mécanisme de rupture dans les interfaces. Cependant, aux faibles porosités, la création de fines et la destruction des plus grosses particules, même considérablement ralentie, ne s'arrête jamais tout à fait, ce qui est compatible avec le maintien d'un mécanisme de rupture dans les grains aux faibles porosités.
Notre modèle n'est malhereusement pas capable d'arbitrer cette question, l'adéquation aux données étant équivalente pour une rupture dans les interfaces puis dans les grains (la solution retenue), ou dans les grains puis dans les interfaces. Seule une meilleure connaissance des mécanismes de rupture aux différentes densités permettrait de définitivement valider telle ou telle option.

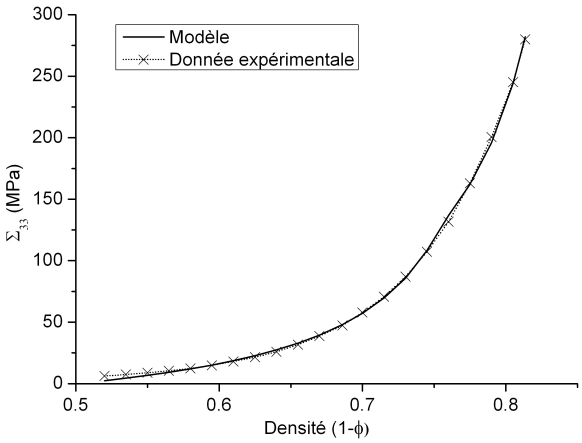

FIGURE 6.22 – Comparaison des données expérimentales et de la prédiction du modèle, variante 4 ("rupture dans les interfaces puis dans les grains"), clinker 1-1.25 mm.

Pour conclure cette comparaison entre les différentes variantes de modèles proposés :

- Un modèle simple, où la rupture a lieu dans les grains et où les interfaces sont rigides (variante 1), se révèle clairement insuffisant pour reproduire les données expérimentales. Le comportement est toutefois fidèlement reproduit pour les densités faibles. L'introduction d'une rupture au niveau des contacts ou d'une certaine élasticité des

interfaces apparait nécessaire.

- Un modèle où la rupture a lieu dans les grains et où la raideur des interfaces est fonction de la porosité (variante 2) permet de reproduire de manière satisfaisante les données expérimentales. En l'absence d'une réelle compréhension du comportement du matériau au niveau des interfaces, il apparait toutefois difficile d'attribuer ce résultat uniquement au sens physique de ce mécanisme de rigidification, par rapport à un simple assouplissement numérique du modèle permettant une meilleure adaptation à tout type de courbe expérimentale.
- Un modèle où la rupture a lieu dans les interfaces et où celles-ci sont rigides est aussi proposé (variante 3). Dans ce contexte, ces interfaces rigides peuvent être considérées comme une astuce de calcul visant à estimer la contrainte au niveau des contacts inter-grains. Ce modèle permet une reproduction assez satisfaisante des données expérimentales, en particulier aux densités élevées.
- Le dernier modèle consiste à considérer une rupture dans les interfaces aux densités faibles, et dans les grains aux densités élevées (avec des interfaces rigides). La succession de ces deux mécanismes serait l'illustration de l'évolution du chargement sur les grains, le mécanisme de rupture par cisaillement des contacts devenant de moins en moins favorable avec l'augmentation de la densité. La transition entre les deux mécanismes s'effectuerait pour une valeur de la porosité de transition ϕ_t dépendant du matériau considéré. Même s'il s'agit d'une hypothèse séduisante, il est là-encore difficile d'établir si la bonne correspondance aux données expérimentales résulte réellement de la justesse physique du modèle.

Enfin, on notera une tendance globale : dans tous les cas, la correspondance aux résultats expérimentaux est bien meilleure dans le cas du quartz, assez nettement inférieure dans le cas du calcaire. Cette distinction semble correspondre à la dureté et donc au caractère fragile présumé des matériaux considérés : le quartz a une dureté Mohs de 7, contre de l'ordre de 5 pour le clinker et 3 pour les roches calcaires.
Il est tentant d'attribuer cette meilleure correspondance aux résultats expérimentaux à un caractère plus ou moins fragile : les résultats seraient mieux reproduits lorsque le matériau présenterait effectivement le comportement parfaitement fragile que nous postulons. Une telle affirmation mériterait cependant d'être confirmée sur une gamme plus large de matériaux.

6.4 Conclusion de l'approche micromécanique

Un modèle micromécanique du broyage par compression d'un matériau granulaire est proposé. Il est basé sur l'application d'un schéma d'homogénéisation auto-cohérent, à un matériau que l'on considère formé de deux phases : les grains, et l'espace poreux. Les grains sont entourés d'une interface imparfaite élastique, c'est à dire que des sauts de déplacement proportionnels aux contraintes sont considérés au niveau des interfaces. Ces interfaces visent à rendre compte des déformations et des contraintes au niveau de

la périphérie des grains, par opposition à celles affectant le grain dans son ensemble. Ces interfaces peuvent éventuellement être considérées rigides, ce qui n'autorise plus de sauts de déplacement. L'introduction des interfaces imparfaites peut alors être considérée comme une astuce de calcul permettant d'estimer les contraintes au niveau des contacts inter-granulaires.

Ce modèle nous permet d'évaluer les propriétés élastiques globales du matériau granulaire, tout en fournissant des estimations de certaines valeurs moyennes de la contrainte et de la déformation dans les grains et dans les interfaces. A partir de ces estimations, nous déterminons des critères de rupture fragile au niveau microscopique, correspondant à l'apparition d'une fracturation, soit au cœur des grains, soit au niveau de leur périphérie.
On peut ensuite déterminer les valeurs des contraintes et des déformations macroscopiques telles que ces critères microscopiques soient atteints. On obtient alors, pour un jeu de paramètres donné, une surface de charge correspondant à l'initiation des mécanismes fragiles dans les grains. Cette surface de charge est traitée comme un seuil d'écoulement plastique. Nous modélisons ainsi un comportement élastoplastique macroscopique, piloté par un mécanisme fragile à l'échelle macroscopique. En pratique, nous finissons par négliger la déformation élastique et ne considérer qu'un comportement rigide plastique.
Ces surfaces dépendent de la porosité ϕ, ce qui permet de tenir compte de l'écrouissage du matériau avec la compaction. Moyennant une loi d'écoulement associé, on peut enfin prédire l'évolution de la contrainte macroscopique en fonction de l'évolution de la déformation plastique et de la porosité. En particulier, nous nous intéressons ici à l'évolution de la contrainte principale en fonction de la densité $1 - \phi$ dans le cas de la compression œdométrique.

Ce modèle de base nous permet de définir plusieurs variantes :

- La rupture a lieu au cœur des grains, les interfaces sont raides (variante 1)
- La rupture a lieu au cœur des grains, les interfaces sont initialement très souples et se raidissent avec la densification du système (variante 2).
- La rupture a lieu dans la périphérie des grains, les interfaces sont raides (variante 3).
- La rupture peut avoir lieu à la fois au cœur des grains, et à leur périphérie. En pratique, la rupture a lieu aux interfaces des grains aux faibles densités, puis au cœur aux fortes densités. Les interfaces sont raides.

Dans chaque cas, de 2 à 4 paramètres sont laissés variables. Nous définissons une base de 14 essais sur différentes classes de tailles de 3 matériaux distincts. Pour chaque essai, les paramètres sont ajustés afin d'optimiser la correspondance entre les données expérimentales et la prédiction du modèle.
D'une manière générale, le modèle permet de reproduire très correctement les données expérimentales. En particulier, les variantes 2 et 4, où la rupture peut avoir lieu dans les interfaces rigides, apportent une réelle plus-value par rapport à la variante 1 qui correspondrait à un modèle d'homogénéisation de base, sans interfaces. Cette prédiction satisfaisante du modèle invite à aborder différemment la question du lieu de l'initiation de la rupture des grains : au cœur ou dans les interfaces. Dans notre cas, considérer

une rupture au niveau des contacts permet certainement de mieux rendre compte du comportement. Nous proposons enfin l'idée que ces mécanismes puissent intervenir de manière successive : d'abord dans les interfaces, puis au cœur.
Notre modèle ne nous permet cependant pas de définitivement valider ce schéma de fragmentation. Si l'adéquation aux données est excellente, c'est aussi le cas du schéma inverse, pour une rupture dans les grains puis dans les interfaces. Cette question est d'autant plus importante qu'elle pourrait avoir une influence capitale sur l'aspect des fragments formés et donc sur l'évolution de la granulométrie.

Cette approche présente toutefois des limitations à plusieurs niveaux. Fondamentalement, le recours à des grandeurs moyennes, imposé par le schéma d'homogénéisation, est forcément limitant, et ce d'autant plus que l'on sait que ce sont plutôt les grains subissant des chargements extrêmes qui se brisent dans un empilement. Nous cherchons aussi à limiter le nombre de paramètres, afin de ne pas multiplier les paramètres libres à optimiser, et nous négligeons le plus souvent leur dépendance en la densité. Mais cela revient à ignorer l'évolution de la matière avec la compaction. Ce problème est exacerbé par le fait que nous ne réussissons finalement pas à incorporer explicitement l'effet de la taille des particules et de son évolution dans le modèle.
Au niveau de l'adaptation du modèle aux données expérimentales, il s'est révélé impossible de définir des valeurs de paramètres propres à un matériau donné, indépendamment de la classe de taille. Nous avons déjà vu que ce n'était pas forcément absurde, les propriétés fragiles étant fortement influencées par des effets d'échelle. Cela nous impose toutefois d'optimiser le modèle essai par essai, nuisant au caractère prédictif du modèle.
D'une manière générale, nous manquons d'information au niveau micromécanique, permettant d'évaluer la pertinence de telle ou telle variante au-delà de la simple adéquation du modèle aux données expérimentales, comme l'illustre notamment notre incapacité à arbitrer définitivement la question du lieu de l'initiation de la rupture des grains.

Chapitre 7

Simulation des effets de l'air lors du broyage par compression

Ce chapitre présente les travaux concernant la simulation numérique des flux de gaz lors du broyage par compression dans une presse à rouleaux. Les mouvements d'air dans l'alimentation sont en effet l'explication la plus souvent invoquée pour expliquer les problèmes de stabilité lors du broyage par compression de produits fins.
Nous procédons à une rapide revue de la littérature concernant la simulation de la compaction ou du broyage à rouleaux. Nous nous intéressons aussi à la simulation des flux de fluide pour ce type de procédé mais aussi pour des situations similaires.
Nous présentons un premier modèle, basé sur une évolution d'un modèle classique, dit de Johanson. La simulation est 1D, c'est dire que les grandeurs sont considérées homogènes sur un tranche de matériau orthogonale à la direction de l'écoulement. On calcule dans un premier temps une solution pour le solide compacté, puis l'on vient superposer une solution pour le fluide, basée sur la loi de Darcy. Nous discutons de l'influence relative sur les simulations de différents paramètres (vitesse de rotation, perméabilité de la poudre), et définissons trois grandes zones de fonctionnement-type pour la mise sous pression du gaz. La stabilité du système est discutée en fonction de la valeur du gradient de pression dans l'alimentation.
Nous présentons aussi un modèle éléments finis 2D, basé sur le même principe. L'allure du champ de pression gaz dans le système est discutée et comparée aux résultats du modèle 1D. Nous appliquons ce modèle à la modélisation d'une fente d'aération dans la colonne d'alimentation, afin de montrer l'intérêt de ce type de modèle dans des géométries plus complexes.

Sommaire

7.1 Simulation numérique de la compaction à rouleaux et des flux de gaz . 206
7.1.1 Modélisation de la compaction ou du broyage à rouleaux 206
7.1.2 Modélisation des flux de gaz en procédés des poudres 208
7.2 Modèle de Johanson (1D) avec couplage gaz-solide 211
7.2.1 Présentation du modèle 211
7.2.2 Simulations 1D : résultats généraux 217
7.2.3 Effets de la fragmentation des particules, effets d'échelle 224
7.3 Modèle éléments finis 2D avec couplage gaz-solide 230
7.3.1 Implémentation du modèle éléments finis 230
7.3.2 Résultats de la modélisation 2D 236

7.4 Conclusion sur la simulation des effets de l'air 245

7.1 Simulation numérique de la compaction à rouleaux et des flux de gaz

7.1.1 Modélisation de la compaction ou du broyage à rouleaux

La question de la stabilité du procédé de broyage à rouleaux est déjà discutée en 2.2.3. En particulier, le rôle de l'air dans l'alimentation et l'existence d'une possible fluidisation de l'alimentation sont présentés en 2.2.3.2. Nous reprenons dans ce chapitre la presse à rouleaux comme exemple type de broyage par compression. Il ne s'agit d'une préférence sur le plan de l'application industrielle, mais sa géométrie simple en fait un cas d'étude aisé pour la mise en place d'une démarche de modélisation.

Un autre avantage réside dans la proximité du broyage à rouleaux avec un autre procédé industriel : le compactage à rouleaux. Ce procédé est largement utilisé dans l'industrie pharmaceutique. Il vise à augmenter la granulométrie apparente de poudres fines pour en améliorer les propriétés d'écoulement. La poudre est compactée entre deux rouleaux pour former une bande de matière agglomérée. Cette bande est ensuite brisée en petits granules, qui restent bien plus grossiers que les grains initiaux. Cette poudre plus grossière est plus fluide et se prête donc mieux aux traitements ultérieurs, par exemple son injection dans une cellule de compaction pour obtenir un comprimé. La géométrie de ces systèmes est essentiellement la même que celle des broyeurs à rouleaux, même si les échelles n'ont rien à voir : les rouleaux mesurent typiquement de l'ordre d'une dizaine de cm de diamètre (contre de l'ordre de 1 m pour un broyeur cimentier). Les contraintes appliquées à la matière sont elles aussi du même ordre : de quelques dizaines, voire centaines de MPa.
On note aussi que le maniement de poudres très fines (taille moyenne de grains de quelques μm seulement) est particulièrement courant dans l'industrie pharmaceutique. Ce procédé est même appliqué à des poudres justement jugées trop fines pour des étapes ultérieures du procédé... Les problèmes liés aux flux d'air dans l'alimentation sont du reste bien connus et des solutions spécifiques sont adoptées : alimentation forcée à vis, aspiration de l'air en amont des rouleaux. L'application de ces solutions à l'échelle des broyeurs industriels pose des difficultés, malheureusement.

Le broyage à rouleaux n'a fait l'objet que de très peu d'études scientifiques, et à notre connaissance d'aucune tentative de simulation numérique (voir 2.2.3. Les études et les modèles inspirés par le procédé de compaction de poudres et notamment pour l'industrie pharmaceutique sont elles beaucoup plus nombreuses. Or ces modèles sont tout à fait applicables au cas du broyeur à rouleaux.

Les modèles les plus simples sont des modèles "1D", au sens ou ils ne font intervenir qu'une seule variable spatiale. On considère le cas de figure représenté Figure 7.1 : les

grandeurs sont homogènes sur une tranche de matériau orthogonale à l'écoulement, et les grandeurs sont fonction indifféremment de la distance de la tranche à l'entrefer (x), ou de l'angle de rotation (θ). Dans leur immense majorité, ces modèles ne s'intéressent qu'au solide (champ de contrainte, évolution de la densité...)
Le plus couramment utilisé est certainement le modèle historique dit de Johanson ([Johanson 1965]). C'est ce modèle que nous reprenons dans nos modélisation 1D en 7.2, et nous renvoyons à ce chapitre pour une description détaillée. De très nombreux autres modèles ont été proposés, et [Cunningham 2005] propose une revue relativement récente de ces différentes variantes. Bien que basés sur des modèles matériaux différents et des hypothèses plus ou moins simplificatrices, tous ces modèles se basent sur le calcul de l'équilibre et de la déformation de ces "tranches" de matière lors de la compaction.
Pour un modèle plus à même d'incorporer n'importe quelle loi de comportement que le modèle de Johanson, on pourra s'intéresser à un modèle dit "de tranche" (slab model en anglais), initialement proposé par [Katashinskii 1986] pour la compaction de poudre métallique, et dont on trouvera une formulation plus accessible et plus générale chez [Cunningham 2005] ou [Dec 2003]. A l'inverse, un modèle très simplifié, dit "de couches fines" (thin layer model en anglais) est proposé par [Peter 2010].

Plus récemment, plusieurs équipes ont appliqué les techniques de simulation par les éléments finis au problème de la compaction de poudres, d'abord en 2D, puis en 3D. Le cas se révèle particulièrement exigeant à modéliser, du fait des grandes déformations en jeu, de la complexité des lois de comportement et des lois de contact...
Les premiers travaux ont porté sur la modélisation (2D) de la compaction en cellule oedométrique, moins critique en terme de gestion des lois de contacts : [Aydin 1996] pour des poudres céramiques, [Michrafy 2002] pour des poudres pharmaceutiques. Les premières simulations 2D de compactage à rouleaux ont été effectuées par [Cunningham 2005], puis [Michrafy 2011b], et tout récemment [Muliadi 2012].
Les premières simulations 3D ont été proposées tout récemment, par [Cunningham 2010] et [Michrafy 2011a]. Elles ne présentent pas vraiment de difficultés techniques supplémentaires, à part bien sûr une complexification du maillage et de la géométrie et donc un alourdissement des calculs.
Ces différentes études ont beaucoup de points communs : loi de comportement de type Drucker-Prager/Cap (voir 3.1.3) pour le matériau, utilisation d'un maillage adaptatif "ALE" pour gérer les grandes déformations (voir 7.3.1.1). En collaboration avec Abder Michrafy et son équipe de l'Ecole des mines d'Albi-Carmaux, nous nous basons sur une évolution du modèle présenté par [Michrafy 2011b] pour notre modèle 2D présenté en 7.3.

Enfin, tous ces modèles, 1D, 2D, ou 3D ne simulent que le régime permanent. C'est évidemment problématique vu que l'on s'intéresse ici à l'instauration d'instabilités dans le système. [Hsu 2010] propose une simulation dynamique, en adaptant un modèle initialement adapté au laminage des métaux ([Hu 2000]). Il s'agit d'un modèle 1D "de tranche", où l'espacement des rouleaux est considéré variable.
Le modèle est appliqué à la mise en route de la compaction et non à la simulation d'instabilités, et repose sur des simplifications importantes qui peuvent paraitre abusives. Il

n'en reste pas moins que ce modèle traite un aspect important mais peu étudié du procédé de compactage. Cette approche n'a par exemple aucun équivalent en 2D ou en 3D, au moins à notre connaissance.
Nous choisissons dans cette étude de nous cantonner à la simulation de régimes permanents pour le solide comme pour le gaz. Notre modèle 1D comme notre modèle 2D cherchent à définir des seuils en régime permanents à partir desquels une instabilité s'instaurerait et où donc l'hypothèse d'un régime permanent n'aurait plus court. Mais au-delà de cet aspect de l'initiation des instabilités, nous restons conscient que la modélisation de la dynamique du système pourrait présenter un intérêt certain, notamment si l'on cherchait à limiter l'impact des vibrations plutôt qu'à éviter leur initiation à tout prix.

7.1.2 Modélisation des flux de gaz en procédés des poudres

Notre objectif dans ce chapitre 7 est de modéliser la compaction du solide, mais aussi les flux de gaz entrainés par la compaction. Pour cela, nous nous intéressons à la diffusion du gaz à travers le milieu poreux constitué par le solide. Une approche poromécanique complète impliquerait de tenir compte de l'action du solide sur le fluide (via la modification dynamique de la porosité au cours de la compaction et le mouvement du solide), mais aussi de la rétroaction du gaz sur le solide. En pratique, dès que la matière est contrainte par les rouleaux, la rétroaction du gaz sur le solide peut être négligée. En effet, les contraintes dans le solide et la pression de gaz diffèrent de plusieurs ordres de grandeurs (dizaine, voire centaine de MPa pour les contraintes solides, centaines de kPa pour la pression de gaz) : le solide n'est affecté que de manière négligeable par la présence du gaz. Ce n'est évidemment plus le cas dans la colonne d'alimentation où le gaz est susceptible d'engendrer des instabilités.

Dans l'immense majorité des cas, le mouvement d'un gaz à travers un solide est modélisé par la loi de Darcy. Celle-ci s'écrit (7.1) :

$$\phi(\vec{v_g} - \vec{v_s}) = -\frac{\kappa}{\mu_g}\vec{\nabla}P \tag{7.1}$$

Où κ est la perméabilité de la poudre, μ_g la viscosité dynamique de l'air. On définit les vitesses de gaz $\vec{v}_g$ et de solide $\vec{v}_s$ telle que le flux massique de l'élément i à travers une surface élémentaire dS de vecteur normal unitaire $\vec{n}$ s'exprime $\rho_g\phi\vec{v}_i.\vec{n}dS$, avec ρ_i la masse volumique du gaz ou du solide. Il convient donc de noter que ces vitesses $\vec{v}_g$ et $\vec{v}_s$ sont des vitesses "microscopiques", ou interstitielles, qu'il ne faut pas confondre avec les vitesses "macroscopiques", qui s'exprimeraient ici $\phi\vec{v}_g$ ou $\phi\vec{v}_g$. On note que c'est la vitesse relative microscopique du gaz par rapport au solide qui intervient dans l'expression (7.1).

La loi de Darcy est si couramment utilisée qu'elle semble s'imposer comme une évidence. Cependant, il convient de noter qu'elle n'est adaptée qu'aux écoulements relativement lents, et pour une dimension caractéristique de la porosité réduite, dans laquelle l'écoule-

ment du fluide peut être considéré sans ambiguïté comme laminaire. Pour un écoulement rapide, ou une porosité de grande dimension, il convient d'utiliser la loi de Forchheimer, qui tient compte de la turbulence de l'écoulement en introduisant un terme quadratique en la vitesse du fluide.
On pourra trouver une discussion sur le choix entre ces deux lois dans [Dullien 1992]. Se basant sur une importante revue de la littérature, il établit que les écarts au régime linéaire décrit par la loi de Darcy peuvent être négligés tant que $Re < 2-4$, où Re est un nombre de Reynolds calculé à partir de D_p, une dimension caractéristique de la porosité (7.2).

$$Re = \frac{\rho_g v_g D_p}{\mu_g} \tag{7.2}$$

Cette condition a été vérifiée à posteriori dans nos simulations, avec succès, justifiant donc de l'utilisation de la loi de Darcy. Toutefois, il convient de garder cette limite à l'esprit, particulièrement si l'approche devait être étendue à des poudres grossières, avec des vitesses de fluide importantes (par exemple dans un système de grandes dimensions traitant des poudres grossières).

La perméabilité κ est un fonction de la finesse de la poudre considérée (une poudre plus grossière est plus perméable), et de sa compacité (une poudre moins dense est plus perméable). Elle peut bien sûr être déterminée de manière empirique, pour une poudre donnée, à différentes compacités. Dans cette étude, nous préférons utilisé la relation de Kozeny-Carman ([Kozeny 1927],[Carman 1937]), (7.3) :

$$\kappa = \frac{\phi^3 D_p^2}{180(1-\phi)^2} \quad \text{avec} \quad D_p = \frac{6V_p}{S_p} \tag{7.3}$$

D_p est une taille caractéristique des particules estimée à partir du volume spécifique V_p et de la surface spécifique S_p. Comme l'illustre la discussion critique dans [Dullien 1992], la relation de Kozeny-Carman est certainement la relation la plus utilisée et la plus générale pour modéliser la dépendance en la densité et la taille des particules de la perméabilité d'un matériau granulaire. Elle permet a priori de modéliser les propriétés de la matrice granulaire pour toutes les gammes de densités considérées, même si elle présente des limites pour les fortes densités. Y faire appel nous permet à la fois de nous dispenser d'une étude expérimentale de la perméabilité des poudres compactées, et de faire intervenir explicitement dans les équations l'effet de la taille des particules.

Se pose enfin la question de la définition du seuil d'instabilité lié à la présence de l'air. Ce point est déjà évoquée en 2.2.3.2. Dans le cas d'une alimentation verticale gravitaire (la poudre tombe sous l'effet de son propre poids entre les rouleaux), l'instauration d'une instabilité peut être assimilée à la fluidisation de l'alimentation par l'air évacué de la matière compactée. La fluidisation devient possible à partir du moment où l'effort exercé par le gaz sur les particules par l'intermédiaire du gradient de pression devient suffisant pour équilibrer leur poids.

L'effort (volumique) exercé par le gaz sur les particules du fait de la force de trainée est en moyenne égal au gradient de pression. C'est l'application pour le gaz du célèbre principe de la poussée d'Archimède. La condition de stabilité s'exprime alors (7.4) :

$$\mathrm{DPG} = \frac{\vec{\nabla} P}{\rho_s g} \leq 1 \tag{7.4}$$

ρ_s, déjà introduit, est la masse volumique des particules, et g l'accélération de la pesanteur. Le DPG (pour "Dimensionless Pressure Gradient", en anglais) représente le rapport entre les efforts volumiques liés à la gravité, et ceux liés au gradient de pression. Une valeur supérieure à 1 représente donc bien le basculement vers une situation où les effets du fluide contrebalancent ceux de la gravité. Ce critère n'est bien sûr valable qu'en l'absence d'autres efforts exercés sur les particules. Ainsi, dans cette étude, nous ne considérons que la valeur prise par le DPG à l'entrée des rouleaux. Au delà, nous considérons que la contrainte exercée par les rouleaux suffit à stabiliser la poudre, même si le DPG devait prendre des valeurs supérieures à 1.

S'il existe de nombreux modèles de compaction à rouleaux pour le solide seul, comme nous l'avons présenté en 7.1.1, c'est loin d'être le cas en ce qui concerne le couplage avec le gaz. Au sens strict, il n'en existe à notre connaissance qu'un seul, celui proposé par Johanson [Johanson 1989] comme une évolution de son propre modèle de compaction 1D [Johanson 1965].
Le modèle y est décrit de manière très succincte, ce qui rend la reproduction des résultats difficiles. Johanson utilise la loi de Darcy pour le flux de gaz entre les tranches de solides, et la conservation du gaz pour poser un système d'équations qu'il résout numériquement. La perméabilité est déterminée empiriquement pour la poudre considérée dans l'étude. LA simulation 1D pour le gaz que nous présentons en 7.2.1.2 est largement inspiré de ce modèle, que nous nous contentons de préciser. Nous l'utilisons aussi pour l'évaluation de l'impact de paramètres laissé de coté par Johanson, comme celui de la fragmentation des particules et d'une modification de l'échelle du système.
En ce qui concerne l'initiation des instabilités, Johanson adopte lui aussi le seuil DPG > 1 pour l'initiation des instabilités lorsque l'alimentation est gravitaire. Il tient aussi compte du fait que ce critère n'est plus valable dans le cas d'une alimentation à vis, ou de tout autre système d'alimentation forcée mettant les particules sous pression. On rappelle que ce type de système n'existe pas pour les broyeurs utilisés dans l'industrie cimentière, mais qu'il est d'usage courant dans les systèmes de dimensions plus réduites utilisés dans l'industrie pharmaceutique. Les efforts exercés par la vis s'additionnent alors à ceux de la gravité pour contrebalancer le gradient de pression. [Johanson 1989] propose dans ce cas un autre seuil, DPG > 10, au delà duquel l'alimentation à vis devient elle-même problématique, et où il convient d'adopter un système d'élimination de l'air. Ce seuil semble cependant ne reposer que sur des considérations empiriques, et aucune référence n'est donnée à l'appui de la valeur adoptée.

La philosophie de ce modèle 1D, ou un gaz s'échappe en diffusant de tranche poreuse en

tranche poreuse selon la loi de Darcy, a toutefois été appliqué à d'autres domaines dans l'industrie des poudres. Johanson a lui-même largement utilisé ce principe, avec notamment une application au calcul de pression dans un silo ([Johanson 1971a],[Johanson 1971b]. On notera aussi le travail de [Murfitt 1980] sur la conception de trémie, ou de [Coffey 2003] sur l'impact de l'air sur la consolidation de poudres.

En ce qui concerne les modélisations 2D ou 3D, aucune référence n'a pu être trouvée et il faut là-encore considérer les travaux appliqués à des problèmes voisins.
On trouve ainsi quelques études concernant la migration d'une phase liquide à travers un milieu comprimé au cours d'un procédé industriel. Ainsi [Owen 1998] considère le broyage de la canne à sucre entre deux rouleaux, dont la configuration rappelle un compacteur à rouleaux. Il effectue une simulation poromécanique complète, à trois phases : le solide (la pulpe), le liquide (le jus de canne), et le gaz (l'air), dont on néglige les propriétés mécaniques. [Patel 2007], parle lui de "LPM" (pour Liquid Phase Migration, en anglais) pour décrire le phénomène général ou l'on voit s'instaurer une vitesse différentielle entre le liquide et le solide dans un milieu biphasique. Il modélise par les éléments finis ce phénomène pour l'extrusion de pâtes.
Dans les deux exemples cités précédemment, c'est un liquide qui joue le rôle du fluide soumis à la loi de Darcy. Le cas qui nous intéresse, où nous souhaitons modéliser la migration d'un gaz, est très différent. Le fait que l'on puisse sans difficulté négliger la pression exercée par un gaz sur le solide est certainement une simplification. On peut par contre pour un liquide faire une hypothèse d'incompressibilité, très pratique numériquement, ce qui est évidemment hors de question lorsque l'on considère un gaz.

7.2 Modèle de Johanson (1D) avec couplage gaz-solide

7.2.1 Présentation du modèle

Ce premier modèle est basé sur une évolution du modèle de compaction dit de Johanson ([Johanson 1965]), déjà évoqué en 7.1.1. Il s'agit donc d'un modèle 1D, au sens où l'on ne considère qu'une seule variable spatiale, indifféremment la position verticale x ou l'angle de rotation θ (Figure 7.1). Cela revient à considérer que la matière entrainée entre les rouleaux peut être considérée en tranches successives, sur lesquelles ont peut définir des valeurs moyennes pertinentes pour les différentes grandeurs calculées, et que la matière se déplace principalement selon la direction x.
Plus précisément, conformément à ce que nous évoquions en 7.1.2, nous superposons au modèle de Johanson un modèle de mouvement de fluide gouverné par la loi de Darcy. Il ne s'agit pas d'une approche poromécanique complète, au sens ou nous ignorons toute rétroaction du fluide sur le matériau solide : la solution pour le matériau granulaire est considérée comme une donnée à partir de laquelle nous calculons une solution pour le fluide en mouvement. Cette approche a été esquissée par [Johanson 1989], même si nous proposons ici un formalisme et une étude plus complets.

7.2.1.1 Modèle de Johanson pour le solide

On se place dans une vision 2D du processus de compaction représenté par la Figure **??**. Nous adoptons indifféremment l'angle de rotation θ ou la position $x = R\sin\theta$ comme variable spatiale. On considère pour l'instant exclusivement le comportement du solide.

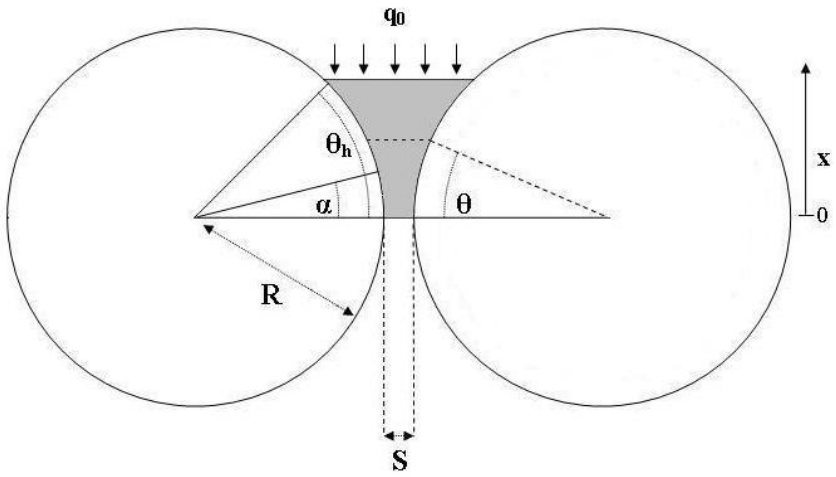

FIGURE 7.1 – Schéma du modèle 1D de presse à rouleaux. Les grandeurs pour le solide et le gaz sont considérées homogènes sur toute ligne horizontale. On adopte indifféremment x ou θ comme variable spatiale. θ_h est l'angle d'alimentation, α l'angle de grippage. q_0 est la contrainte d'alimentation, R est le rayon des rouleaux, S l'entrefer.

Le modèle de Johanson considère une poudre au comportement isotrope, frictionnel, cohésif et compressible. En cisaillement, le comportement est gouverné par le critère d'écoulement de Jenike et Shield ([Jenike 1959]). En 2D, celui-ci s'exprime (7.5) :

$$\sin\delta_i = \frac{\sigma_1 - \sigma_2}{\sigma_1 + \sigma_2} \tag{7.5}$$

où σ_1 et σ_2 sont les contraintes principales dans la poudre. On définit aussi $\sigma_n = (\sigma_1 + \sigma_2)/2$ la contrainte normale moyenne. δ_i est une grandeur caractéristique de la poudre, dénommée angle de friction interne. On considère aussi le coefficient de compressibilité noté β, selon la relation (7.6) :

$$\begin{aligned} &\text{if} \quad \sigma_n(\theta) \leq \sigma_0 \,, \qquad \rho(\theta) = \rho_0 \\ &\text{if} \quad \sigma_n(\theta) > \sigma_0 \,, \quad \rho(\theta) = \rho_0 \left(\frac{\sigma_n(\theta)}{\sigma_0}\right)^{\frac{1}{\beta}} \end{aligned} \tag{7.6}$$

où $\rho(\theta)$ est la densité réelle de la poudre, ρ_0 sa densité initiale à l'entrée des rouleaux, et σ_0 une valeur caractéristique de la contrainte normale. On considère enfin un angle de friction

à la paroi δ_w. On rappelle que l'angle de friction est relié au coefficient de frottement coulombien μ_w par la relation $\tan(\delta_w) = \mu_w$.
Dans ce cadre simplifié, le comportement de la poudre est entièrement caractérisé par la donnée de ρ_0, σ_0, β, δ_i et δ_w. La densité initiale ρ_0 (ou indifféremment, la porosité initiale ϕ_0), est dans cette étude assimilée à une mesure standardisée de la densité des poudres, la "tapped density". La contrainte caractéristique σ_0 et la compressibilité β se déduisent aisément d'un essai de compaction oedométrique (à condition de disposer d'une mesure de la contrainte normale). Enfin, les angles de friction interne δ_i et à la paroi δ_w se déduisent tous deux d'un essai en cellule de cisaillement selon un protocole décrit par [Jenike 1960].

L'approche de [Johanson 1965] consiste à diviser la matière entrainée par les rouleaux en deux zones, séparées par une valeur caractéristique α de l'angle de rotation, l'angle de grippage :

- La zone de grippage, pour $\theta < \alpha$. Il s'agit de la zone ou la matière est capturée par les rouleaux, et donc où le glissement aux parois de la matière est nul.
- La zone de glissement, pour $\theta > \alpha$ .Dans cette zone, on considère que la matière glisse le long des parois des rouleaux.

Cette distinction est standard et correspond aux observations expérimentales, comme évoqué en 2.2.3.

Selon qu'il y ait glissement ou non, la solution du problème mécanique se calcule différemment. Dans la zone de grippage, l'adhésion de la matière aux rouleaux permet d'assimiler la vitesse de la tranche à la vitesse superficielle du rouleau projetée sur la direction verticale. On considère aussi que $\sigma_n > \sigma_0$ et donc que la seconde partie de la loi de comportement (7.6) doit être considérée. On note aussi que le volume V_t d'une tranche de matière positionnée en θ, délimitée sur le rouleau par une longueur d'arc infinitésimale dL est donnée par (7.7) :

$$V_t = (S + 2R(1 - \cos\theta)\cos\theta)\, W dL \tag{7.7}$$

où S est l'entrefer, c'est à dire l'espacement entre les rouleaux, R le rayon des rouleaux, W leur longueur. La conservation de la masse de solide ainsi que la condition d'adhésion aux rouleaux impose que $V_t\rho(\theta) =$ constante. A partir de là, en considérant la variation de volume de cette tranche et la relation contrainte/densité 7.6 alors qu'elle est entrainée entre les rouleaux, on obtient (7.8) :

$$\sigma_n(\theta) = \sigma_n(\alpha)\left(\frac{(1 + 2S/R - \cos\alpha)\cos\alpha}{(1 + 2S/R - \cos\theta)\cos\theta}\right)^{\beta} \tag{7.8}$$

qui donne la valeur de σ_n dans la zone de grippage ($\theta < \alpha$), à condition de disposer de sa valeur en $\theta = \alpha$.
Dans la zone de glissement, on ne peut pas écrire la conservation du solide, la vitesse de la tranche étant inconnue. En revanche, l'écriture de la condition de glissement au niveau des rouleaux permet de faire un bilan des efforts. En négligeant les accélérations, l'équilibre

de la tranche permet d'obtenir (7.9) :

$$\frac{\partial \sigma_n}{\partial x} = \frac{4\sigma_n(\pi/2 - \theta - \nu)\tan\delta_i}{R\,(1 + 2S/R - cos\theta)\,(\cot(A - U) - \cot(A + U))} \tag{7.9}$$

avec 7.10, 7.11 et 7.12 :

$$U = \frac{\pi}{4} - \frac{\delta_i}{2} \tag{7.10}$$

$$\nu = \frac{\pi - \arcsin\left(\frac{\sin\delta_w}{\sin\delta_i}\right) - \delta_w}{2} \tag{7.11}$$

$$A = \frac{\theta + \nu + \pi/2}{2} \tag{7.12}$$

La relation 7.8 est valide pour $\theta < \alpha$, la relation 7.9 pour $\theta > \alpha$, mais la valeur de α reste inconnue. [Johanson 1965] montre que le gradient de contrainte $\frac{\partial \sigma_n}{\partial \theta}$ doit être continu en $\theta = \alpha$, ce qui permet de déterminer α à partir de 7.8 et 7.9.
La détermination du champ de contrainte dans la zone de glissement à partir de 7.9 requiert une condition aux limites. [Johanson 1965] choisit de poser $\sigma_n = q_0/(1 - \sin\delta_i)$ en $\theta_h = \pi/2 - \nu$. En effet, on peut montrer qu'en $\theta = \theta_h$, la contrainte principale est exercée perpendiculairement à la direction de l'écoulement et vaut donc q_0, et que $\sigma_n = q_0/(1 - \sin\delta_i)$. C'est la seule situation où l'on peut déterminer la valeur de σ_n à partir de la donnée de la contrainte exercée dans la direction de l'écoulement, à priori plus facilement mesurable. Nous adoptons aussi dans ce chapitre cette condition aux limites, tout en restant conscient qu'il conviendrait de la modifier dans un cas réel afin de l'adapter à la géométrie du système.
Une fois la contrainte déterminée dans la zone de glissement et donc en $\theta = \alpha$, on peut établir par continuité sa valeur dans la zone de grippage à partir de 7.8.
La densité ρ peut être déterminée à partir de la contrainte à partir de 7.6. Le solide est considéré incompressible, et donc la porosité ϕ peut s'exprimer facilement (7.13).

$$\phi = 1 - \frac{\rho_s}{\rho(\theta)} \tag{7.13}$$

où ρ_s est la masse volumique des grains.
Pour déterminer la vitesse solide v_s, on remarque qu'en régime permanent, la conservation du solide impose que le flux soit constant à travers toute section perpendiculaire à l'écoulement (7.14) :

$$(S + 2R(1 - \cos\theta))(1 - \phi)v_s = \text{constante} \tag{7.14}$$

En $\theta = 0$, on a de par la condition d'adhésion aux rouleaux $v_s = \omega R$, avec ω la vitesse de rotation des rouleaux. (7.14) permet donc finalement d'obtenir une expression de v_s (7.15) :

$$\begin{aligned} v_s(\theta) &= \omega f(\theta) \\ \text{avec } f(\theta) &= \frac{SR(1-\phi(0))}{(S+2R(1-\cos\theta))(1-\phi(\theta))} \end{aligned} \tag{7.15}$$

En pratique, on constate que cette solution solide présente une grande sensibilité à la donnée de q_0, la contrainte appliquée à la poudre dans la direction de l'écoulement en $\theta = \theta_h$. Il se révèle difficile de prédire la pression maximale au niveau de l'entrefer à partir d'une mesure de la contrainte dans l'alimentation, par exemple. Cette condition initiale est donc choisie a posteriori, de manière à reproduire la pression maximale attendue dans la poudre. Le principal apport du modèle est alors de fournir une estimation réaliste de l'angle de grippage α, et de l'évolution des grandeurs en fonction de θ.

7.2.1.2 Modèle 1D de diffusion du gaz

Notre démarche consiste maintenant à superposer une solution pour le gaz à celle calculée pour le solide. Nous ignorons toute rétroaction du gaz sur le solide, et considérons simplement les porosités et les vitesses solides calculées comme des données nous permettant d'établir l'évolution de la pression du gaz et sa diffusion à travers le solide. Comme nous l'évoquions en 7.1.2, une telle approximation est amplement justifiée au vu de l'écart entre la pression du gaz (de l'ordre de la centaine de kPa), et les contraintes exercées sur le solide (pouvant s'élever à plusieurs dizaines, voire centaines de MPa).
D'une manière similaire à la conservation du solide (7.14), la conservation du gaz impose que le flux de gaz soit constant à travers toute section perpendiculaire à l'écoulement (7.16).

$$(S + 2R(1-\cos\theta))\phi\rho_g v_g = \text{constante} \tag{7.16}$$

On considère un gaz parfait, à température constante. A notre connaissance, la variation de température du gaz lors de la compaction dans une presse à rouleaux n'a jamais été étudiée. Dans tous les cas, les variations attendues de température (au plus quelques dizaines de Kelvin), paraissent à priori nettement insuffisantes pour modifier sensiblement la densité du gaz. Dans ces conditions, ρ_g est proportionnel à la pression du gaz P, et (7.16) devient (7.17).

$$P(\theta)(S + 2R(1-\cos\theta))\phi v_g = B \tag{7.17}$$

où B est une constante à priori inconnue.
Par ailleurs, on considère que la diffusion du gaz à travers la poudre est gouvernée par la loi de Darcy (7.1), qui dans ce cas particulier s'exprime (7.18).

$$\phi(v_g - v_s) = -\frac{\kappa}{\mu_g}\frac{\partial P}{\partial x} \tag{7.18}$$

On rappelle que κ est la perméabilité de la poudre, μ_g la viscosité dynamique de l'air. On peut ensuite éliminer la vitesse du gaz entre (7.17) et (7.18) pour obtenir une équation en la pression de gaz P uniquement (7.19).

$$P(S + 2R(1 - \cos\theta))(\phi v_s + \frac{\kappa}{\mu_g}\frac{\partial P}{\partial x}) = B \tag{7.19}$$

On dérive (7.19) en fonction de x afin d'éliminer la constante B, on élimine v_s au moyen de (7.15), et l'on divise par ω pour obtenir (7.20) :

$$\frac{\partial}{\partial x}\left[P(S + 2R(1 - \cos\theta))(\phi f(\theta) + \frac{\kappa}{\omega\mu_g}\frac{\partial P}{\partial x})\right] = 0 \tag{7.20}$$

Cette expression a l'avantage de permettre d'expliciter le rôle relatif de la perméabilité κ et de ω. On constate en effet que seul le rapport κ/ω intervient dans l'équation. Une variation indépendante de l'un ou l'autre paramètre aura des effets similaires, et l'on se contentera donc d'évaluer l'impact de ce rapport. Rappelons aussi que κ dépend de la porosité et de la taille des particules à travers la loi de Kozeny-Carman (7.3), présentée en 7.1.2.
Enfin, deux conditions aux limites sont nécessaires pour résoudre (7.19) (ou (7.20)) . On adopte (7.21) et (7.22) :

$$\left.\frac{\partial P}{\partial x}\right|_{\theta=0} = 0 \tag{7.21}$$

$$P(\theta_h) = P_{atm} \tag{7.22}$$

La condition (7.21) revient à considérer que la pression de l'air dans la porosité de l'alimentation est la pression atmosphérique P_{atm}. La condition (7.22) stipule elle que la pression de gaz est maximum au niveau de l'entrefer. On peut montrer facilement que c'est le cas si l'on néglige la diffusion du gaz de l'entrefer vers la zone d'éjection (pour $\theta < 0$). La matière n'est libérée par le rouleaux que pour un angle d'éjection θ_e (estimé à environ -3° par [Cunningham 2005]), et dans la mesure où les perméabilité sont très faible dans la matière compacté, on peut considérer que cette matière non encore éjectée agit comme un bouchon prévenant toute diffusion de l'air. C'est aussi une manière de contourner la difficulté de la représentation du comportement de la matière dans la zone d'éjection, mal maitrisé.
La validité de la condition aux limites 7.22 peut être vérifiée à posteriori. Il faut s'assurer que l'on a bien en $\theta = 0$ la relation 7.23 :

$$-\frac{\kappa}{\mu_g}\frac{P - P_{atm}}{R\sin\theta_e} << \phi\omega R \tag{7.23}$$

Dans 7.23, le terme de gauche est une estimation grossière de la vitesse de diffusion du gaz de l'entrefer vers l'extérieur à travers la zone d'éjection, et le terme de droite de la vitesse d'écoulement du gaz par entrainement avec le solide. Si 7.23 est vérifiée, on peut donc effectivement négliger l'impact de la diffusion darcéenne du gaz au niveau de l'entrefer. En pratique, nous vérifions que c'est bien le cas, sauf dans le cas de poudres très

grossières, et donc très perméables, et de rayon R de presse très petit.

Une solution explicite à l'équation (7.19) (ou (7.20)) semble a priori difficile à obtenir : il faut donc recourir à une intégration numérique. Pour cela, nous avons choisi de discrétiser l'équation du gaz sous sa forme (7.19). Nous effectuons alors une hypothèse sur la constante inconnue B, et calculons une solution gaz qui respecte la condition aux limites (7.21), mais pas (7.22). On optimise alors la valeur de B jusqu'à obtention d'une solution respectant à la fois (7.21) et (7.22). Cette procédure numérique est stable et converge rapidement (quelques secondes sur un ordinateur de bureau).

7.2.2 Simulations 1D : résultats généraux

Nous présentons maintenant dans le cas général les solutions calculées pour le champ de pression de gaz. Pour la plupart, les conclusions reproduisent en les complétant celles énoncées par [Johanson 1989]. En 7.2.3 nous évoquerons des résultats originaux sur l'effet de l'échelle de l'installation et celui de la fragmentation des particules.

7.2.2.1 Caractéristiques matériaux adoptées, solution dans le solide

Les matériaux modèles adoptés sont une bentonite et un calcaire. Tous les résultats présentés en l'absence de fragmentation des particules le sont pour la poudre de bentonite. La poudre de calcaire est utilisée pour les résultats concernant une poudre fragmentable. Les valeurs numériques adoptées sont présentées en Annexe C, Table C.1. Elles ont été obtenues par Abder Michrafy et son équipe au sein du laboratoire RAPSODEE de l'école des Mines d'Albi-Carmaux, pour des études antérieures à celle-ci. La seule exception concerne l'évolution de la taille des particules avec la pression et la compressibilité du calcaire, qui est tirée d'un des essais de compression oedométrique présentés au chapitre 5 (voir 7.2.3.1 et la Figure 7.10).
La poudre de bentonite est extrêmement fine (8000 $cm^2.g^{-1}$ de surface spécifique Blaine), bien au delà des finesses considérées pour une alimentation de broyeur industriel. Le calcaire est au contraire assez grossier. L'adoption de ces deux matériaux doit donc plus à la facilité qu'il y avait à se procurer rapidement les données matériaux, plutôt qu'à un réel intérêt vis-à-vis des problèmes liés à l'interaction de l'air avec l'alimentation. Cela dit, en l'absence de fragmentation, la finesse de la poudre n'est qu'un multiplicateur constant influant sur la perméabilité. L'équivalence entre vitesse de rotation des rouleaux et perméabilité évoquée en 7.2.1.2 suppose alors que le comportement pour une poudre de finesse différente puisse s'extrapoler par simple modification des vitesses de rotation considérées.
La nature de la poudre modèle intervient par contre aussi par l'intermédiaire de la valeur de la compressibilité, et des angles de frottement interne et à la paroi. Même si on peut invoquer des arguments de bon sens de ce point de vue, cet impact est plus difficile à prédire et n'a pas été évalué systématiquement.

En ce qui concerne les dimensions de la presse, nous considérons un rayon de rouleaux R de 50 mm et un entrefer S de 2 mm dans le cas de la bentonite, $R = 250$ mm et $S = 10$ mm pour le calcaire. Là-encore, il s'agit d'un cas de figure assez éloigné de la situation de l'industrie cimentière, pour laquelle il faudrait considérer $R > 500$ mm. Les dimensions dans le cas de la bentonite sont par contre représentatives de ce que l'on peut rencontrer dans l'industrie pharmaceutique. L'effet des dimensions de l'installation sur la prédiction du modèle a été étudié et est présenté en 7.2.3.2.

Les Figures 7.2 et 7.3 représentent, dans le cas de la bentonite, la solution solide calculée au moyen du modèle de Johanson. la Figure 7.2 représente la contrainte normale dans le solide en fonction de l'angle de rotation θ, la Figure 7.3, l'évolution de la porosité du solide.
On a $q_0 = 500$ Pa en $\theta_h = 44°$. La valeur de q_0 est déterminée de manière à obtenir une valeur maximale de σ_n de 110 MPa en $\theta = 0$. On a aussi pour l'angle de grippage $\alpha = 12.8°$.
L'allure de l'évolution de la contrainte normale est conforme à ce que nous avons présenté par ailleurs (voir 2.2.3). On constate en particulier que l'essentiel de l'augmentation de contraintes et de la compaction se déclenche au niveau de l'angle de grippage. Sur les figures, nous éliminons souvent la portion entre $\theta = 25°$ et $\theta = 44°$, où l'augmentation des contraintes solides et des pressions gaz est négligeable.

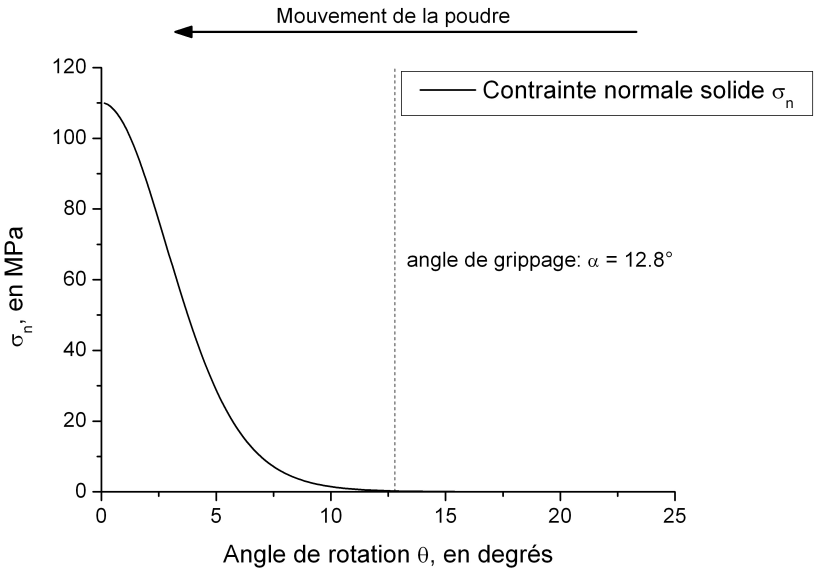

FIGURE 7.2 – Evolution de la contrainte normale dans le solide σ_n en fonction de θ, dans le cas de la bentonite

Nous ignorons dans un premier temps tout effet d'une éventuelle fragmentation des

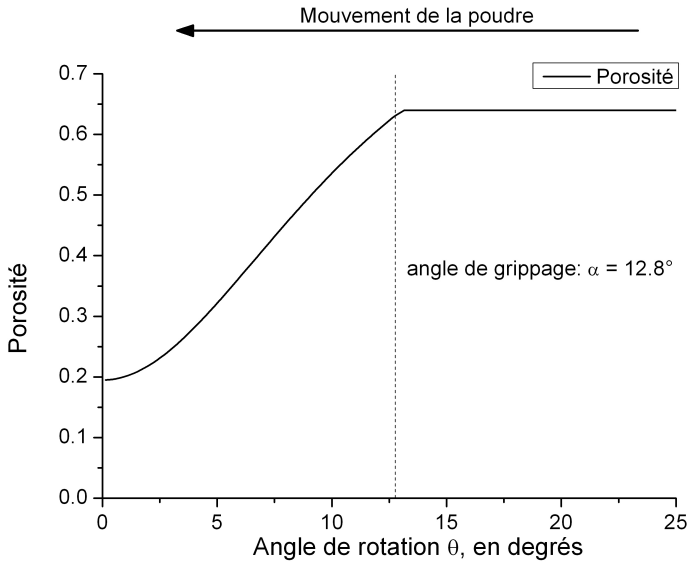

FIGURE 7.3 – Evolution de la porosité ϕ en fonction de θ, dans le cas de la bentonite

particules, la variation de la porosité est donc la seule variable agissant sur la perméabilité de la poudre. Sans surprise, celle-ci suit la variation de la porosité et diminue avec la compaction (Figure 7.4). On notera l'amplitude de la diminution de perméabilité (plus de deux ordres de grandeur), même en l'absence de fragmentation des particules.

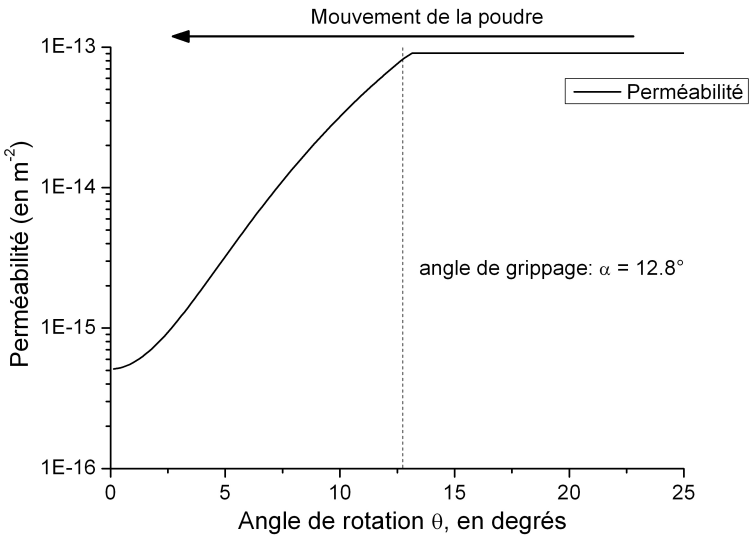

FIGURE 7.4 – Evolution de la perméabilité κ en fonction de θ, dans le cas de la bentonite

7.2.2.2 Distribution de pression gaz, domaines de stabilité

Pour la suite, nous adoptons les valeurs suivantes pour les propriétés du gaz : $P_{atm} = 10^5$ Pa, $\mu_g = 1.85 \times 10^{-5}$ Pa.s (viscosité de l'air sec à 20°C et pression atmosphérique).
Pour une poudre donnée (et donc une solution solide calculée selon le modèle de Johanson), la distribution de pression du gaz dans la poudre ne dépend que de la vitesse de rotation des rouleaux, ω. Nous rappelons que les équations ne font intervenir que le rapport ω/κ, et donc que varier la vitesse de rotation des rouleaux, à perméabilité constante, est strictement équivalent à faire varier la perméabilité de la poudre indépendamment de ses autres propriétés. Une vitesse de rotation des rouleaux importante, par exemple, piège l'air, d'une manière équivalente à ce qui se produirait à des vitesses inférieures pour une poudre plus imperméable.
La Figure 7.5 représente le profil de pression calculé pour 3 vitesses de rotation différentes. Les 2 cas extrêmes ne sont pas représentatifs des vitesses de rotation rencontrées dans l'industrie, mais visent à rendre compte de la diversité des situations que l'on peut rencontrer. A titre indicatif, les vitesses de rotation pratiques, dans l'industrie cimentière comme dans l'industrie pharmaceutique, se trouvent autour de la dizaine de tour.min^{-1}.
La Figure 7.6 représente la pression de gaz aux abords de l'angle d'alimentation, pour les même cas de figure. Une forte augmentation de pression dans cette zone indique un fort gradient de pression et donc un risque d'instabilité.

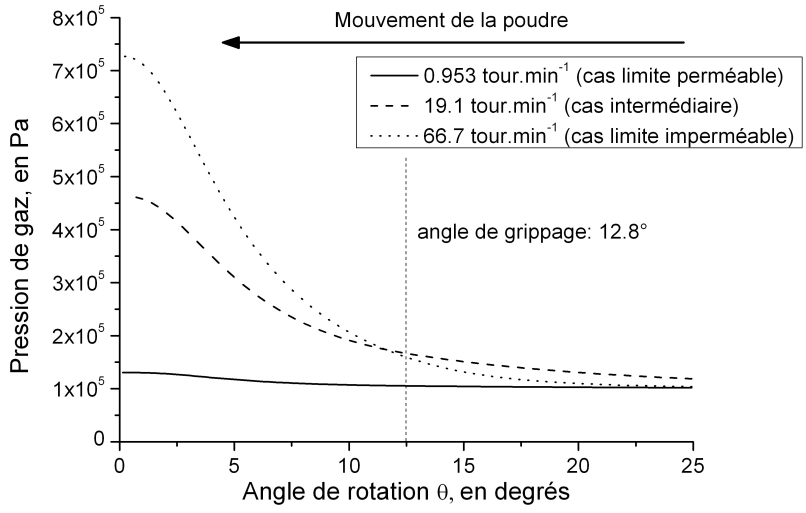

FIGURE 7.5 – Pression de gaz, dans le cas de la bentonite, pour différentes vitesses de rotation. Illustration du cas limite perméable, du cas limite imperméable et d'une situation intermédiaire maximisant le DPG à l'entrée des rouleaux.

La vitesse de 0.953 tour.min^{-1} correspond à la situation où la vitesse de rotation des

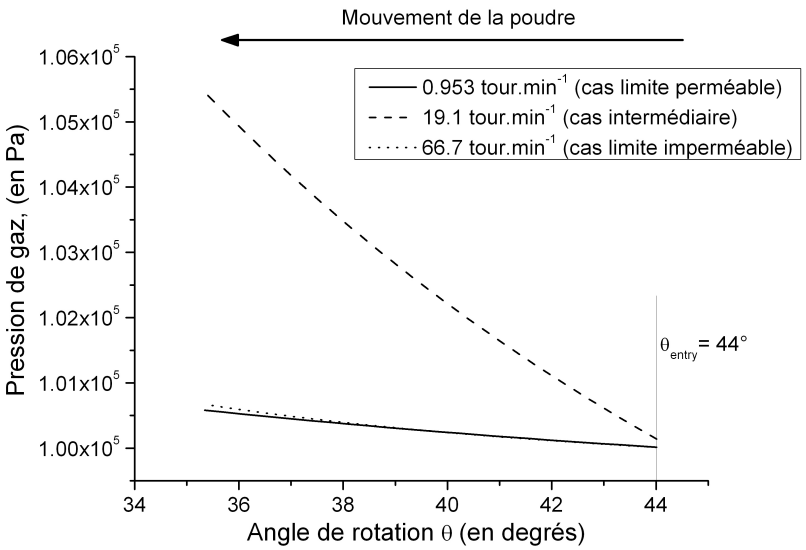

FIGURE 7.6 – Pression de gaz, dans le cas de la bentonite, pour différentes vitesses de rotation. Zoom sur les pressions autour de l'angle d'alimentation.

rouleaux est peu élevée (ou la poudre très perméable). L'air n'est presque pas entrainé par le solide et diffuse librement. L'augmentation de pression de gaz reste faible, même au niveau de l'entrefer. Evidemment, le gradient de pression à l'entrée est aussi faible. Nous avons baptisé cette situation "cas limite perméable".
A l'inverse, la vitesse de 66.7 tour.min^{-1} correspond au cas où la vitesse de rotation est très élevée (ou la poudre très peu perméable). L'air est totalement entrainé et reste piégé dans le solide sans possibilité de s'éliminer. La pression de gaz au niveau de l'entrefer est maximale (plus de 7 atmosphères dans cette simulation). Plus généralement, on constate que la pression à l'entrefer augmente régulièrement avec la vitesse de rotation, tout en tendant vers une limite correspondant à un piégeage total de l'air (Figure 7.7).
En ce qui concerne le gradient de pression à l'entrée des rouleaux, on constate paradoxalement qu'il est aussi très faible à 66.7 tour.min^{-1} : l'air ne s'échappe pas de l'espace entre les rouleaux et ne peut pas contribuer à la création d'un gradient de pression à l'entrée. Nous avons baptisé cette situation "cas limite imperméable".
On n'observe un fort gradient de pression que pour des situations intermédiaires. La vitesse de 19.1 tour.min^{-1} est précisément celle qui conduit à la création d'un gradient de pression maximal à l'entrée. L'air est suffisamment entrainé pour qu'il y ait une mise sous pression importante, mais diffuse dans des quantités suffisament importantes pour créer un gradient de pression à l'entrée des rouleaux.

Ce constat est confirmé au vu de la Figure 7.8, qui représente le DPG à l'entrée des rouleaux en fonction de la vitesse de rotation. Le gradient de pression de gaz est évidemment nul pour une vitesse de rotation nulle, avant de passer par un maximum, pour

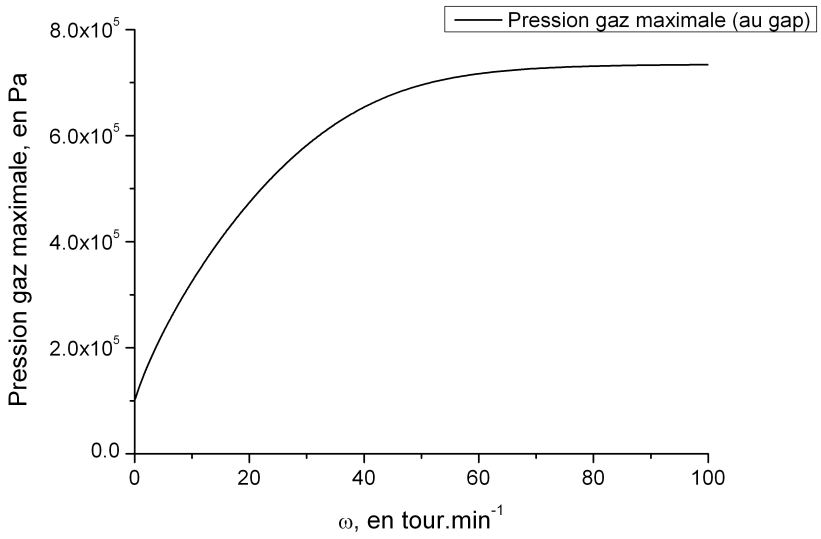

FIGURE 7.7 – Pression de gaz maximale (au niveau de l'entrefer), en fonction de la vitesse de rotation (ω), dans le cas de la bentonite

décroitre lentement et tendre vers 0 à l'infini pour les vitesses de rotation importante. Les zones de stabilité sont définies par les droites horizontales DPG = 1 ou DPG = 10 selon le critère de stabilité retenu. On peut alors définir trois zones de fonctionnement. Une zone de fonctionnement instable, entourée de deux zones de fonctionnement stable, une "perméable" aux basses vitesses, une "imperméable" aux vitesses élevées.
La Figure 7.9 représente elle les isovaleurs du DPG à l'entrée des rouleaux en fonction de ω et de D_p^2. Il s'agit d'une simple extrapolation, où l'on considère une poudre fictive dotée des propriétés de la bentonite étudiée mais d'une finesse variable. En l'absence de fragmentation, la perméabilité est simplement proportionnelle à D_p^2. Compte tenu du rôle du rapport κ/ω, il est donc logique que les isovaleurs soient des droites. Cette figure peut être considérée comme une carte de la stabilité du système à rouleaux dans un espace finesse-vitesse de rotation. On retrouve les trois zones définies Figure 7.8 : la zone stable perméable pour les faibles vitesses et les grosses particules, la zone stable imperméable pour les hautes vitesses et fines particules, et la zone instable centrale.

D'une manière générale, on remarque que les valeurs de DPG obtenues sont très importantes. En particulier, on a DPG $<$ 1 que pour de très faibles vitesses de rotation. Une alimentation gravitaire, comme dans l'industrie cimentière, serait totalement inenvisageable dans le cas étudié. De nombreuses explications peuvent être invoquées : très grande finesse de la poudre considérée, porosité de départ très importante... On notera aussi que nous simulons un système où l'air n'a aucune possibilité de s'échapper autrement que par l'alimentation, ce qui constitue une hypothèse d'un réalisme discutable. Enfin, nous verrons en 7.2.3.2 que la taille du système (rayon des rouleaux et entrefer) a aussi un

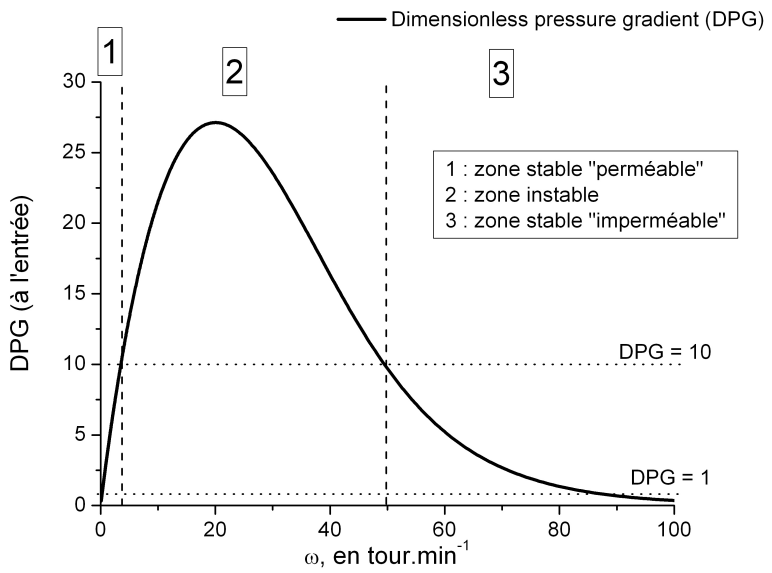

FIGURE 7.8 – Gradient de pression adimensionnel (DPG) à l'entrée des rouleaux, en fonction de la vitesse de rotation, dans le cas de la bentonite. Les isovaleurs du DPG définissent les zones de stabilité.

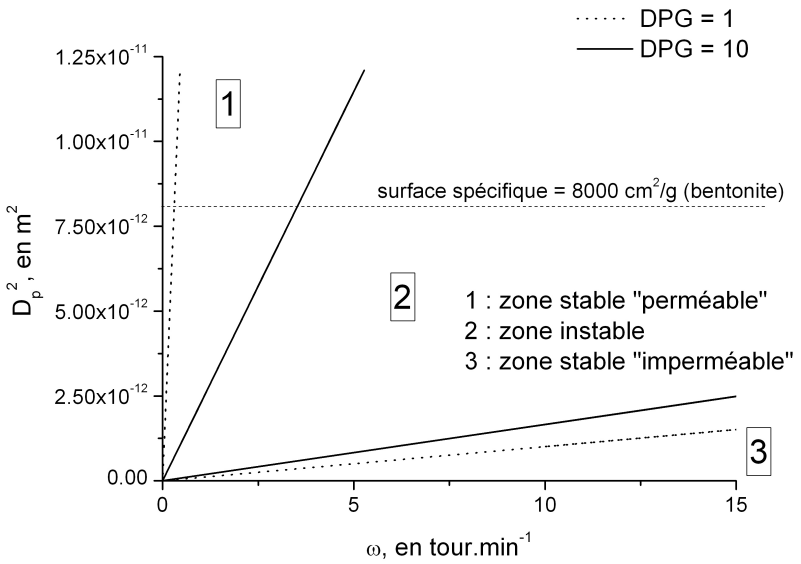

FIGURE 7.9 – Isovaleurs du DPG à l'entrée des rouleaux en fonction de la vitesse de rotation et du carré de la taille spécifique des particules.

impact sur la valeur du DPG générée à l'entrée des rouleaux.

L'existence de deux zones de fonctionnement stable ("perméable" et "imperméable") est un résultat à priori surprenant, qui vient nuancer l'équivalence simpliste que l'on pourrait faire entre poudres fines et instabilité. Toutefois, il convient de relativiser la portée pratique de l'existence de la zone stable imperméable. Comme on peut l'observer sur la Figure 7.9, cette zone n'existe que pour des finesses ou des vitesses de rotation extrêmement importantes. Dans l'industrie cimentière et en alimentation gravitaire, les poudres considérées sont relativement grossières et la condition DPG $<$ 1 très contraignante. Il parait donc compliqué de faire fonctionner le système dans cette zone stable imperméable. La zone présentant le plus d'intérêt dans le contexte du broyage industriel est donc certainement la zone de fonctionnement stable perméable.
Dans l'industrie pharmaceutique, l'hypothèse d'un fonctionnement en conditions stables imperméables parait déjà plus réaliste, et l'existence de cette zone de stabilité imperméable est du reste évoquée par [Johanson 1989]. Opérer dans ces conditions est cependant difficile pour une autre raison. La compaction à rouleaux est utilisée dans cette industrie pour agglomérer de fines particules afin d'augmenter la granulométrie apparente, et les utilisateurs sont donc attachés à la cohésion des compacts formés. Or, comme on peut le voir Figure 7.5, le cas limite imperméable est associé à des pressions de gaz très élevées dans la matière compactée au niveau de l'entrefer. Après libération de la matière, cette forte pression de gaz est susceptible de détruire les compacts, et donc annule le bénéfice de la compaction. Paradoxalement, cette autodestruction des compacts serait plutôt une bonne nouvelle lorsque la presse est utilisée comme broyeur, puisqu'elle limiterait la nécessité de désagglomérer les produits formés...

7.2.3 Effets de la fragmentation des particules, effets d'échelle

Le comportement de base étant caractérisé, nous nous intéressons plus précisément aux effets de deux paramètres jusque là laissé de coté. En 7.2.3.1, nous considérons l'impact de la fragmentation des particules sur les pressions de gaz générées dans la matière. En 7.2.3.2, nous dégageons de l'équation du gaz ((7.19) ou (7.20)) des relations sur l'impact de la taille du système sur les gradients de pression générés.

7.2.3.1 Effet de la fragmentation des particules

Nous considérons maintenant la poudre de calcaire, dont les caractéristiques sont référencées Table C.1 (en Annexe C). Le comportement en compaction et en fragmentation est issu d'essais présentés au Chapitre 5, sur une fraction monodisperse de calcaire "de Baxais" ($125-160\mu m$). Pour cet échantillon, la granulométrie de la poudre a été caractérisé après un essai de compaction œdométrique pour quatre pressions (ou densités) différentes. Nous assimilons cette évolution de taille à ce qui se produirait lors de la compaction à rouleaux, et adoptons une relation empirique pour représenter l'évolution de la taille caractéristique D_p en fonction de la porosité conformément à ces 4 points expérimentaux.

Cette évolution est présentée Figure 7.10. On retrouve un comportement classique, avec une forte augmentation de la finesse dans les premiers instants de la compaction, qui finit par saturer lorsque la poudre se densifie. Il convient de noter qu'il s'agit d'une modification de granulométrie très importante, liée au fait que l'on parte d'une distribution de taille initiale monodisperse. L'effet de la fragmentation mis en valeur ici est donc susceptible d'être exagéré par rapport à un cas de figure industriel.
Par la suite, nous comparons des résultats "avec" et "sans" fragmentation des particules. Les poudres avec et sans fragmentation sont totalement identiques, à l'exception de D_p qui est maintenu constant à sa valeur initiale de 135 μm dans le cas sans fragmentation, ou qui évolue avec la porosité dans le cas avec fragmentation. On notera que ces finesses sont en pratique trop grossières pour poser de réels problèmes d'évacuation de l'air. Pour des vitesses de rotation usuelles, les simulations prédisent une situation proche du cas limite perméable, avec une faible mise sous pression du gaz. Les résultats sont donc présentés ici pour des vitesses de rotation très importantes, afin de pouvoir malgré tout visualiser l'impact de la fragmentation.

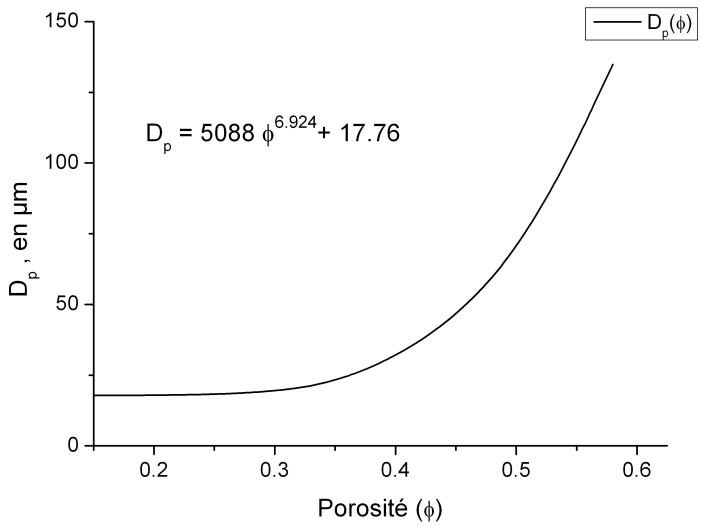

FIGURE 7.10 – Evolution de la taille caractéristique D_p des particules de calcaire avec la porosité

Cette évolution de D_p est injectée dans le calcul de la perméabilité. La Figure 7.11 illustre l'impact de cette évolution : on y compare en fonction de θ l'évolution de la perméabilité du matériau modélisé, avec et sans fragmentation. La diminution de la perméabilité avec la compaction est bien plus marquée dans le cas avec fragmentation, l'effet de l'augmentation de finesse s'additionnant à celui de la diminution de porosité. La différence est même de plus d'un ordre de grandeur au niveau de l'entrefer.

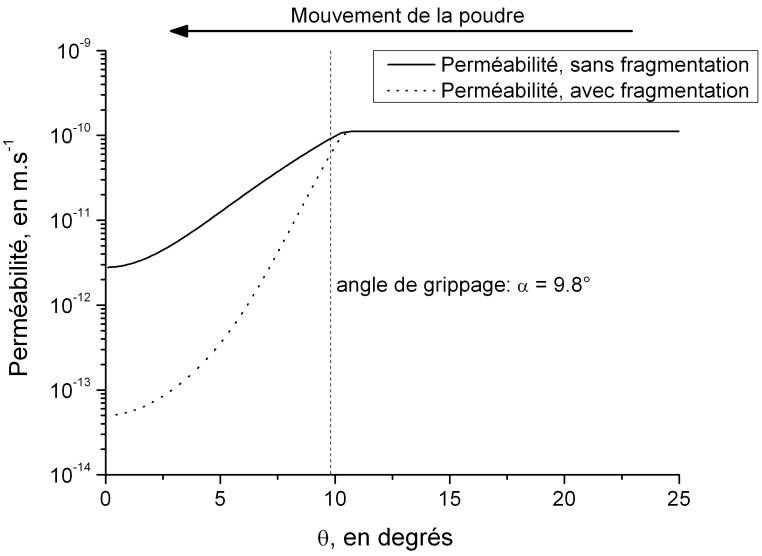

FIGURE 7.11 – Perméabilité de la poudre en fonction de θ, dans le cas du calcaire, avec et sans fragmentation

Cette différence peut avoir un impact important sur le champ de pression de gaz, comme l'illustre la Figure 7.12, pour ω = 38 tour.min^{-1}. Cette vitesse correspond à un fonctionnement stable perméable. Dans le cas où la fragmentation est prise en compte, la baisse de perméabilité entraine un piégeage plus important du gaz dans les derniers instants de la compaction. La pression maximale au niveau de l'entrefer est donc bien plus importante lorsque l'on tient compte de l'augmentation de finesse.
La Figure 7.13, où l'on compare la pression de gaz à l'entrefer en fonction de la vitesse de rotation permet de préciser ce constat. La limite atteinte aux hautes pressions ne varie pas : elle correspond à un piégeage total de l'air dans la porosité et donc ne dépend que de la quantité d'air initialement présente et de la géométrie. Par contre, cette limite est atteinte beaucoup plus rapidement dans le cas ou l'on tient compte de la fragmentation.

On constate aussi des différences concernant les valeurs prises par le DPG à l'entrée des rouleaux (Figure 7.14). On notera déjà que les valeurs sensiblement inférieures à celle rencontrées pour la bentonite (Figure 7.8) s'expliquent par la plus grande dimension de la presse considérée (voir 7.2.3.2). Les valeurs du DPG sont dans l'ensemble plus faibles lorsque l'on tient compte de la fragmentation, la quantité d'air s'échappant de la zone de compaction étant moins importante. Du fait du meilleur piégeage de l'air pour des vitesses de rotation plus faibles, le DPG maximum est aussi atteint pour des vitesses de rotation plus faibles. Ces différences restent toutefois limités, en particulier dans la zone stable perméable, qui présente le plus d'intérêt pratique dans le contexte du broyage. Pour ces vitesses de rotation, la fragmentation des particules a surtout un effet au voisinage de l'entrefer, l'évacuation de l'air au niveau de l'entrée étant surtout affectée par les propriétés

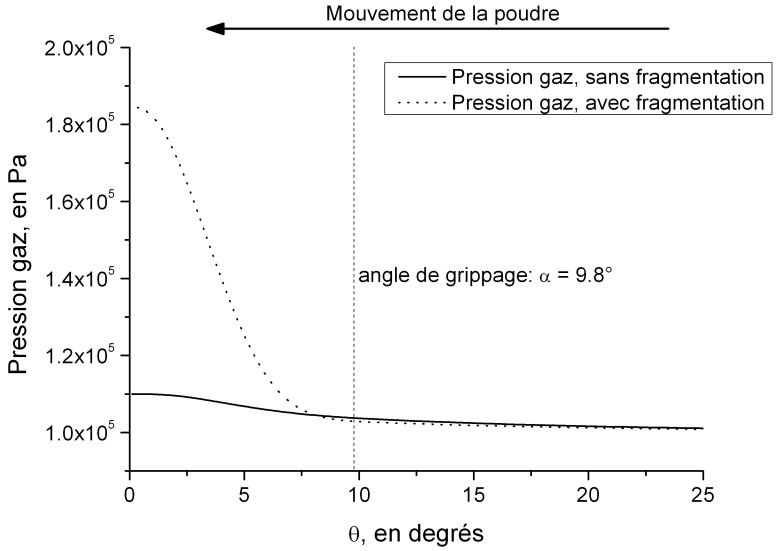

FIGURE 7.12 – Pression de gaz en fonction de θ, dans le cas du calcaire, avec et sans fragmentation, pour ω = 38 tour.min^{-1}

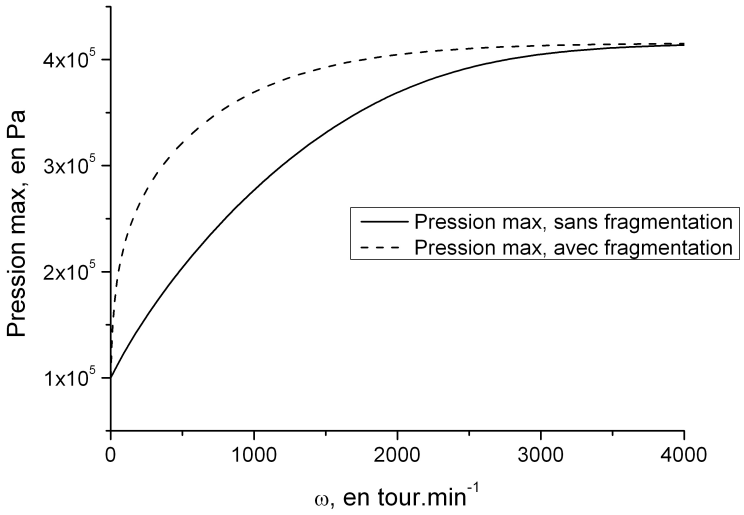

FIGURE 7.13 – Pression de gaz à l'entrefer en fonction de ω, dans le cas du calcaire, avec et sans fragmentation

initiales de la poudre.

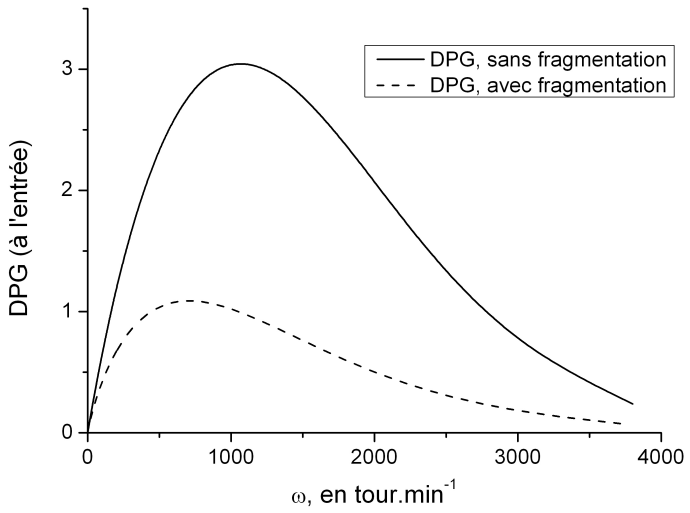

FIGURE 7.14 – DPG à l'entrée en fonction de ω, dans le cas du calcaire, avec et sans fragmentation

Pour conclure, les effets de la fragmentation des particules se font donc avant tout sentir au niveau de l'entrefer, où l'accroissement de finesse entraine un piégeage de l'air qui augmente la pression maximale de gaz. Ce piégeage accru diminue aussi le DPG à l'entrée (et contribuerait donc à une plus grande stabilité des systèmes ou les grains se fragmentent), mais cet effet reste modeste au voisinage de la zone stable perméable, celle qui présente le plus d'intérêt dans le contexte du broyage industriel.

7.2.3.2 Effet de la taille de l'installation

Dans notre modèle, la taille de l'installation intervient à travers les paramètres R (rayon des rouleaux) et S (entrefer). Dans le modèle de Johanson pour le solide, ces paramètres n'interviennent qu'à travers le rapport adimensionnel (S/R), ou encore des données angulaires telles que l'angle d'entrée θ_h. Une modification proportionnelle de R et S ne modifie pas le résultat, et l'on peut donc parler d'une certaine forme d'invariance d'échelle.

Ce n'est plus le cas lorsque l'on considère la solution pour le gaz, et en particulier la donnée du gradient de pression. Néanmoins, les équations permettent d'établir des transformations simples reliant les solutions à différentes échelles.
Nous considérons un système où toutes les dimensions spatiales ont été multipliées par un facteur λ. La coordonnées verticale est $\bar{x} = \lambda x$, le rayon des rouleaux $\bar{R} = \lambda R$, l'entrefer

$\bar{S} = \lambda S$, et la vitesse du solide $\bar{v}_s = \bar{\omega}\bar{f}(\theta) = \omega\lambda f(\theta)$. On cherche maintenant sous quelles conditions, on pourrait avoir, pour $\forall\theta$, la condition $\bar{P}(\theta) = P(\theta)$. Autrement dit, si une transformation simple permet de déduire la solution $\bar{P}(\theta)$, où l'on a modifié l'échelle, de la solution initiale $P(\theta)$. A partir de (7.20), on établit facilement que $\bar{P}(\theta)$ respecte la nouvelle relation (7.24), où l'on choisit de faire systématiquement figurer les dimensions du système initial (x, S, R).

$$\frac{1}{\lambda}\frac{\partial}{\partial x}\left[\bar{P}\lambda(S + 2R(1-\cos\theta))(\phi f(\theta) + \frac{\kappa}{\lambda\omega\mu_g}\frac{\partial\bar{P}}{\partial\theta}\frac{\partial\theta}{\partial x})\right] = 0 \tag{7.24}$$

En comparant (7.20) et (7.24), on constate que $P(\theta)$ et $\bar{P}(\theta)$ obéissent exactement à la même équation si l'on a (7.25).

$$\bar{\omega} = \frac{1}{\lambda^2}\omega \tag{7.25}$$

Si $P(\theta) = \bar{P}(\theta)$ on a aussi (7.26).

$$\frac{\partial\bar{P}}{\partial\bar{x}} = \frac{1}{\lambda}\frac{\partial P}{\partial x} \tag{7.26}$$

Les transformations (7.25) et (7.26) permettent d'étendre les résultats obtenus pour une échelle donnée à des systèmes de toute taille, à condition de conserver les propriétés du matériau et les rapports adimensionnels, comme S/R. La Figure 7.15 représente le résultat obtenu. Elle compare les valeurs de DPG obtenues dans le cas de la bentonite, avec les dimensions initiales ($R = 50\ mm$, $S = 2\ mm$) et des dimensions multipliées par 2 ($R = 100\ mm$, $S = 4\ mm$).

On remarque effectivement que les deux courbes peuvent se déduire l'une de l'autre par simple homothétie selon les axes x et y, et on retrouve les rapports définis par (7.25) et (7.26).

Utiliser une presse de plus grande dimension a un effet ambivalent sur les valeurs du DPG à l'entrée. Les valeurs absolues atteintes sont inférieures, proportionnellement au facteur λ. Mais ces valeurs sont atteintes pour des vitesses de rotation plus faibles, proportionellement à λ^2. Dans la zone de fonctionnement stable perméable (ω faibles), on obtient finalement pour un ω donné des valeurs de DPG supérieures lorsque la taille du système augmente. Par contre, la zone de fonctionnement stable imperméable (ω élevés) totalement inaccessible pour une presse de petite dimension, est atteignable pour des valeurs de ω radicalement moins élevées dans un système de grande taille.

Enfin, tous ces raisonnements ne sont valables qu'à ω fixé. Mais il convient de se rappeler qu'une installation de plus grande dimension fournit un débit supérieur (le débit est proportionnel à $\omega\lambda^3$). Si l'on se pose la question d'une installation devant fournir un débit donné, une presse de grande dimension, fonctionnant en régime stable perméable avec des vitesses de rotation angulaire très faibles, pourrait constituer une réponse intéressante. Même si ces presses de grande taille pourraient poser des problèmes spécifiques en termes

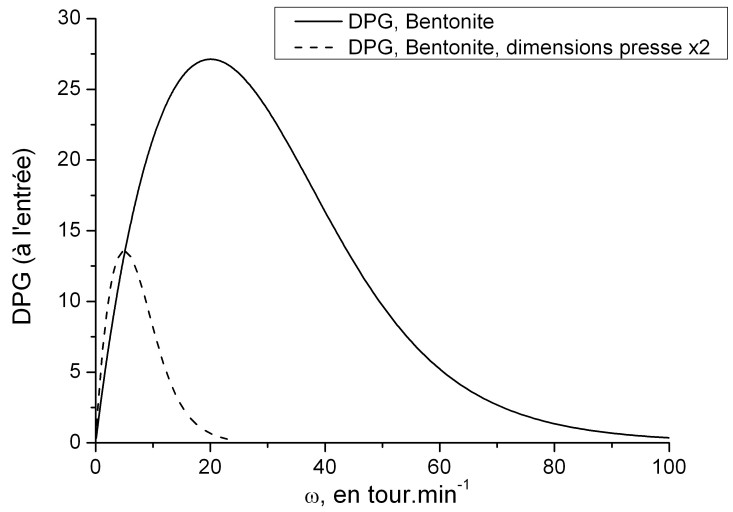

FIGURE 7.15 – DPG à l'entrée en fonction de ω, dans le cas de la bentonite, effet d'une modification des dimensions du système

techniques et d'investissement industriel.

7.3 Modèle éléments finis 2D avec couplage gaz-solide

La modélisation 1D permet de mettre en valeur des phénomènes intéressants, ainsi que d'accéder à une première caractérisation des effets de l'air sur la compaction à rouleaux, dans une large gamme de conditions d'opération. Cette approche est par contre intrinséquement limitée dès qu'il s'agit de modéliser plus finement les mouvements d'air, notamment d'évaluer l'impact de la géométrie exacte du système.
Dans ce chapitre, nous proposons une modélisation 2D par les éléments finis des mouvements de de gaz au cours du broyage par compaction. Plus qu'une étude complète, il s'agit essentiellement ici de démontrer la faisabilité et l'intérêt de ce type de modélisation. En guise d'illustration, nous proposons une évaluation de l'impact d'une aération dans la colonne d'alimentation sur l'entrainement de l'air et la mise en place d'une instabilité.

7.3.1 Implémentation du modèle éléments finis

La philosophie du modèle 2D est essentiellement la même que pour le 1D. On calcule une solution pour le solide, ici par les éléments finis, ce qui permet d'établir des champs tels que la porosité et la vitesse du solide. On calcule ensuite à partir de ces données une solution pour le gaz, basée sur la loi de Darcy. Il convient de noter que si nous nous concentrons par commodité sur un modèle 2D, la généralisation à la 3D ne présente pas de

difficulté technique majeure, mis à part un allourdissement inévitable des calculs.

7.3.1.1 Calcul de la solution pour le solide

Le calcul pour le solide reprend essentiellement la démarche présentée dans [Michrafy 2011b]. Le calcul élément fini est mené au moyen d'un logiciel du commerce (Abaqus® explicit version 6.10). Le maillage utilisé est représenté Figure 7.16, et couvre l'espace entre les rouleaux et une portion d'alimentation rectiligne. On fait jouer la condition de symétrie selon l'axe horizontal et seule une moitié du problème est représentée. La géométrie du système permet de considérer le problème en déformations planes (en première approximation, on peut considérer que le système est infini dans la direction normale au plan représenté).
Nous nous intéressons à la solution en régime continu, au niveau d'une surface de controle couverte par le maillage de la Figure 7.16. Il s'agit donc d'une formulation eulérienne du problème : la matière circule librement à travers cette surface, mais seules les valeurs prises par les grandeurs dans cette zone nous intéresse.

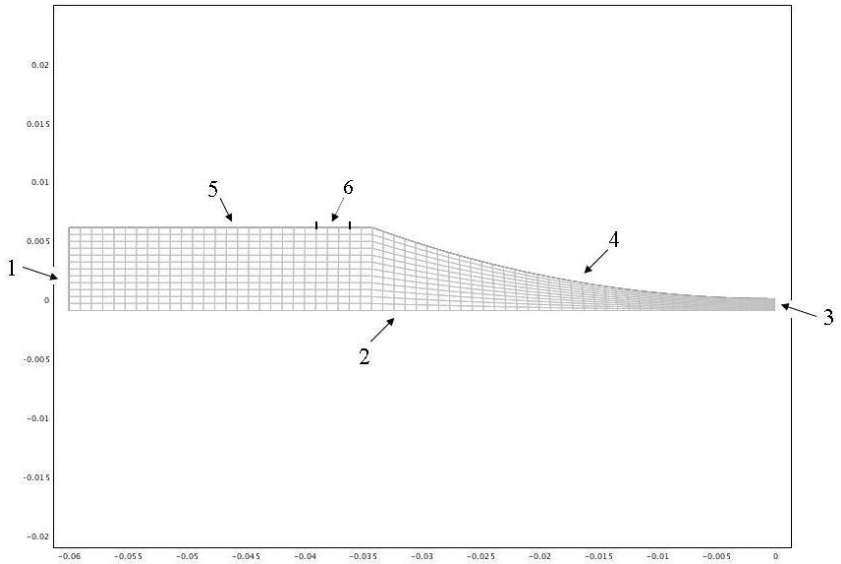

FIGURE 7.16 – Maillage adopté pour les calculs éléments finis sur le solide et sur le gaz. Les surfaces sont numérotées de 1 à 5 afin de préciser les conditions aux limites.

Nous utilisons un maillage "adaptatif" reposant sur une méthode arbitraire eulérienne lagrangienne (ALE, pour "Arbitrary Lagrangian Eulerian method en anglais"). Suivant cette méthode, le maillage n'est pas fixe comme en modélisation eulérienne, mais ne suit pas non plus la matière comme en lagrangien. Il se déforme indépendemment de la matière, selon une cinématique "arbitraire". En pratique, cela revient à conserver une bonne qualité de maillage en "lissant" régulièrement celui-ci : la topologie (la connectivité

des éléments) est maintenue, mais les distorsions sont corrigées automatiquement par déplacement des noeuds. On précise aux limites si les surfaces doivent être considérées comme eulériennes (la matière traverse le maillage qui reste fixe), ou lagrangiennes (le maillage suit la déformation de la matière).
Ce type de méthode permet de représenter de très grandes déformations sans distorsions des éléments, comme en eulérien. Les limites du solide sont par contre clairement définies, et une grande variété de conditions aux limites est disponible, comme en lagrangien. Ces simulations se révèlent utiles dans des problèmes où l'on considère des solides soumis à des déformations importantes, la mise en forme des métaux ou des matières plastiques, par exemple, ou des problèmes de modélisation de liquides avec des surfaces libres.
Les éléments sont de type CPE4R : déformation plane, 4 noeuds, bilinéaires, intégration réduite avec controle des modes sablier.
Pour plus de précisions sur l'implémentation de ce type de conditions et leur traitement numérique dans le logiciel Abaqus®, nous renvoyons à la documentation en ligne [SIMULIA 2010].

En pratique, les conditions au limites sont définies de la manière suivante (en adoptant la numérotation des surfaces de la Figure 7.16) :

- 1 : Surface eulérienne, type entrée. On impose une contrainte normale q_0.
- 2 : Surface lagrangienne. Conditions aux limites de type "plan de symétrie".
- 3 : Surface eulérienne, type sortie. Contraintes nulles.
- 4 : Surface lagrangienne. Contact frottant avec le rouleau représenté comme un solide indéformable. On considère toujours ω, la vitesse de rotation du rouleau, et δ_w le coefficient de frottement à la paroi.
- 5 : Surface lagrangienne. Contact sans frottement avec la paroi de la colonne d'alimentation représentée comme un solide indéformable.
- 6 : idem 5

Les surfaces "5" et "6" (délimité par les 2 traits noirs) sont considérées dans ce chapitre comme une seule surface homogène. La surface "6" ne sera considérée de manière indépendante qu'au point 7.3.2.2.
Le comportement de la poudre est élastoplastique, de type Drucker-Prager/Cap. Ce modèle est décrit en détail en 3.1.3. On considère une version assez simplifiée : ni la droite de Drucker-Prager (paramètres β et d Figure 3.2), ni l'excentricité du cap (paramètre R) ne sont modifiées au cours de la compaction. En ce qui concerne les propriétés élastiques, on considère aussi un module de Young E et un coefficient de Poisson ν fixé.
Deux poudres ont été utilisées dans les simulations, des calcaires de tailles de grains caractérisés par un d_{50} de respectivement 5 et 15 μm. Le d_{50} est par définition la maille de tamis pour laquelle on obtiendrait un rejet de 50% pour la poudre considérée. Faute d'une caractérisation complète de la granulométrie, nous assimillerons cette valeur à la taille caractéristique D_p dans la loi de Kozeny-Carman (7.3), bien que cette généralisation soit en toute rigueur abusive.
Les caractéristiques de la poudre ont été établies par Abder Michrafy et son équipe au sein

du laboratoire RAPSODEE de l'école des Mines d'Albi-Carmaux. Les valeurs adoptées sont récapitulées en Annexe C. La procédure de caractérisation, évoquée en 3.1.3, est détaillée plus avant dans [Michrafy 2002].

Concernant les dimensions du système, nous adoptons les valeurs suivantes : $R = 0.1$ m, $S = 2$ mm. La longeur de colonne d'alimentation représentée est de 25.8 mm, la largeur de 14.1 mm, ce qui correspond à un angle d'alimentation de 20°. L'angle de frottement aux rouleaux vaut $\delta_w = 21.8°$ ($\mu_w = 0.4$). La contrainte normale à l'entrée est de $c_0 = 360$ Pa, et la vitesse des rouleaux $\omega = 5.6$ tour.min^{-1}. La valeur de ces paramètres est conservée identique pour les simulations sur les 2 poudres considérées.

La Figure 7.17 représente la contrainte normale dans le solide obtenue pour la poudre de calcaire 15 μm. Comme pour le modèle de Johanson, on observe une forte augmentation de la contrainte au niveau de l'angle de grippage, estimé ici à 6.1° (l'angle de grippage n'est pas calculé précisément dans cette simulation éléments finis, mais est estimé en comparant la vitesse du solide et celle du rouleau). La pression maximale à l'entrefer est de 69 MPa (contre 71 MPa pour le calcaire 5 μm), une valeur raisonnable dans le domaine de la compaction pharmaceutique, mais un peu faible si l'on considère une application broyage.

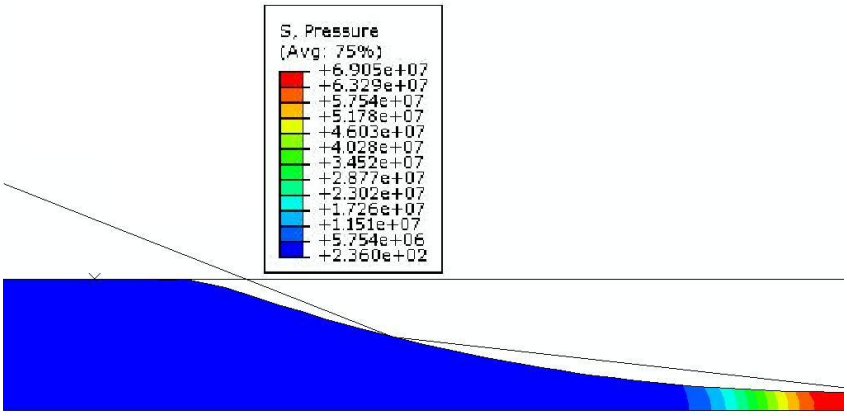

FIGURE 7.17 – Contrainte normale dans le solide, dans le cas du calcaire 15 μm. L'échelle est donnée en Pa, de 236 Pa à 69 MPa

7.3.1.2 Modèle pour le gaz

Nous pensions à l'origine résoudre le problème du gaz aussi sous Abaqus®, plus précisément en utilisant le module de poromécanique. Mais le logiciel s'est révélé ne pas pouvoir modéliser un gaz comme fluide de travail ou prendre en compte de manière satisfaisante l'effet du mouvement de solide sur le gaz. Nous nous sommes alors tourné vers COMSOL

Multiphysics®, un autre logiciel élément fini, qui sur ce point nous donnait plus de souplesse dans la définition des équations. Le maillage, ainsi que les valeurs au noeuds des principales grandeurs nous intéressant (densité, vitesse du solide) ont été exporté d'Abaqus vers COMSOL, et nous avons procédé à la résolution du problème fluide dans ce nouvel environnement.

Le principe du modèle 2D est très similaire à celui du modèle 1D (7.2.1.2). On considère la solution du problème solide comme une donnée, et notamment les champs de porosité ϕ et de vitesse du solide $\vec{v}_s$. Les Figures 7.18 et 7.19 donnent à voir ces champs une fois importés dans l'environnement COMSOL®, où ils sont traités comme des champs de données externes.
La solution fluide est ensuite calculée à partir des même équations que dans le cas 1D : conservation du gaz et loi de Darcy, écrite dans le référentiel du solide mobile.

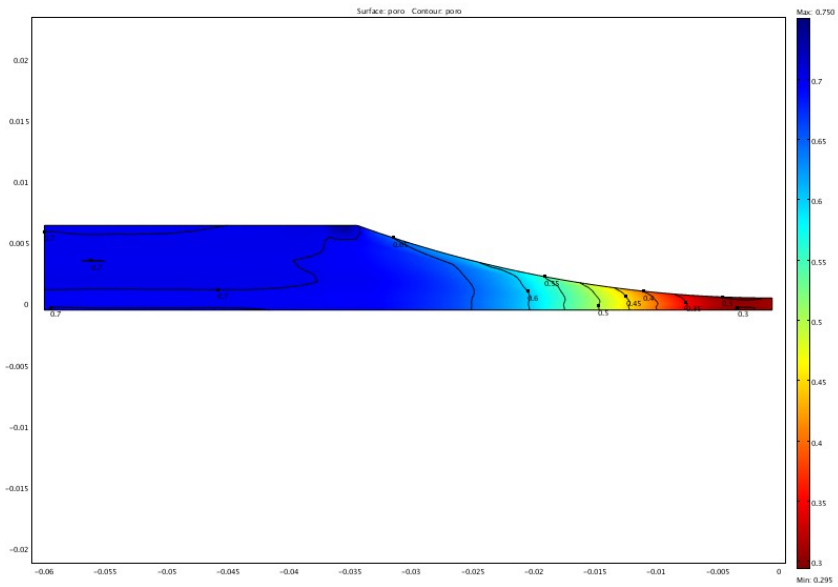

FIGURE 7.18 – Champs de porosité dans le solide, dans le cas du calcaire 15 μm. L'échelle s'étend de 0.3 à 0.75. Les courbes d'isovaleurs sont distantes de 0.05.

La conservation du gaz s'écrit (7.27) :

$$\mathrm{div}(\rho_g \phi \vec{v_g}) = 0 \tag{7.27}$$

En considérant le gaz parfait et la température constante, (7.27) devient (7.28) :

$$\mathrm{div}(P \phi \vec{v_g}) = 0 \tag{7.28}$$

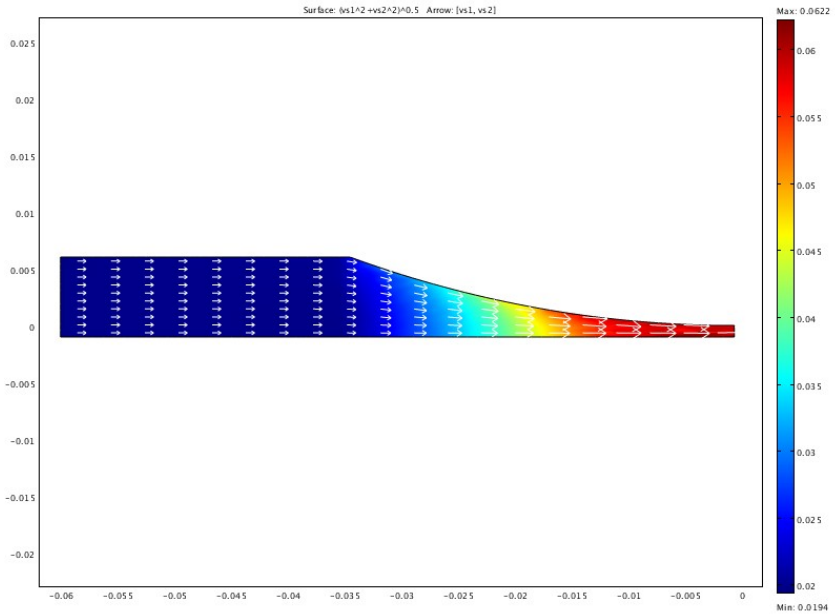

FIGURE 7.19 – Champs de vitesse du solide, dans le cas du calcaire 15 μm. L'échelle couleur représente la norme de la vitesse (0.019 à 0.062 $m.s^{-1}$), les flèches blanches l'orientation de celle-ci.

On utilise toujours la loi de Darcy (7.1). La perméabilité est fonction de ϕ à travers la loi de Kozeny-Carman (7.3). On ne tient par contre pas compte de l'évolution de la taille des particules, et D_p est considéré constant et égal au d_{50} de la poudre considérée (5 ou 15 μm).

Les conditions aux limites suivantes sont adoptées. On considère toujours la numérotation des surfaces définie Figure 7.16 :

- 1 : $P = P_{atm} = 100$ kPa
- 2 : Imperméabilité ($\vec{v}_g.\vec{n} = 0$, où $\vec{n}$ est la normale à la surface).
- 3 : $\vec{v}_g.\vec{n} = \omega R$. Cette condition illustre que le gaz est entrainé à la même vitesse que le solide. En considérant la loi de Darcy (7.1) cette condition est équivalente à $\vec{\nabla}P.\vec{n} = 0$.
- 4 : Imperméabilité.
- 5 : Imperméabilité.
- 6 : Imperméabilité.

Ces conditions sont cohérentes avec celles adoptées pour la modélisation 1D ((7.21) et (7.22).

Enfin, on considère toujours le DPG comme indicateur de l'instabilité potentielle du système, en particulier la condition DPG < 1.

7.3.2 Résultats de la modélisation 2D

7.3.2.1 Champs de pression et DPG

Les champs de porosité et de vitesse solide importés sont présentés Figure 7.18 et 7.19.
Le champs de vitesse solide est relativement uniforme dans la direction transversale, et globalement orienté dans la direction de l'écoulement, ce qui montre que le matériau progresse "en tranches". On note bien sûr une accélération de la matière au fur et à mesure qu'elle progresse entre les rouleaux, et une légère déviation des lignes de courant au voisinage des rouleaux.
En ce qui concerne la porosité, on note que la compaction est sensiblement plus rapide au voisinage des rouleaux qu'au coeur du flux de matière. On note aussi la présence d'une zone particulièrement peu dense au bord de la colonne d'alimentation, juste à l'entrée des rouleaux. A cet endroit, la matière est happée par les rouleaux ce qui entraine une baisse locale de la densité. Il convient tout de même de considérer les évaluations numériques dans cette région avec précaution, le modèle matériau n'étant pas calibré autrement qu'en compression.
Le champs de perméabilité (Figure 7.20, pour le calcaire 15 μm) suit la même tendance que la porosité. La zone blanche, correspondant à la zone de faible densité à l'entrée des rouleaux, signifie simplement que les valeurs prises par la perméabilité sont hors de l'échelle adoptée pour le graphique.

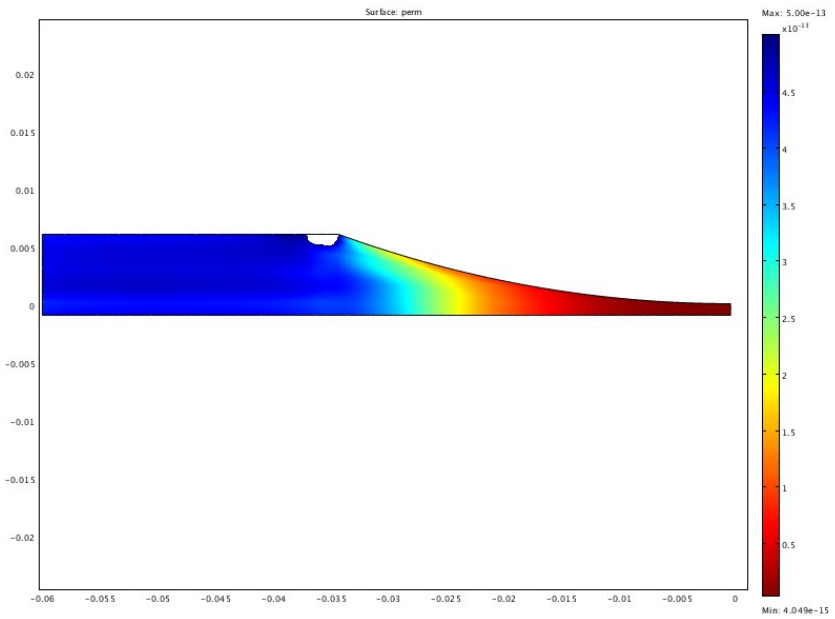

FIGURE 7.20 – Champ de perméabilité dans le solide, dans le cas du calcaire 15 μ m. L'échelle s'étend de 4.05×10^{-15} à $5 \times 10^{-13} m^{-2}$.

Les Figures 7.21 et 7.22 représentent le champ de pression de gaz calculé avec le calcaire

15 μm.
La Figure 7.21 est une vue d'ensemble, de l'alimentation à l'entrefer. On constate une progression régulière de la pression au fur et à mesure que l'on se rapproche de l'entrefer. Les surfaces d'isovaleurs sont ainsi quasiment perpendiculaires à la direction de l'écoulement. Dans ce cas, la mise sous pression du gaz est modérée (112 kPa de pression maximale), et l'on se trouve clairement au voisinage du cas limite perméable défini dans le cas 1D (voir 7.2.2.2).
La Figure 7.22 est un zoom sur les pressions régnant dans la colonne d'alimentation, qui restent faibles devant celles rencontrées dans l'entrefer. On constate que la pression dans la colonne d'alimentation n'est pas uniforme. Elle augmente régulièrement à l'approche des rouleaux, ce qui correspond à un gradient quant à lui à peu près uniforme.

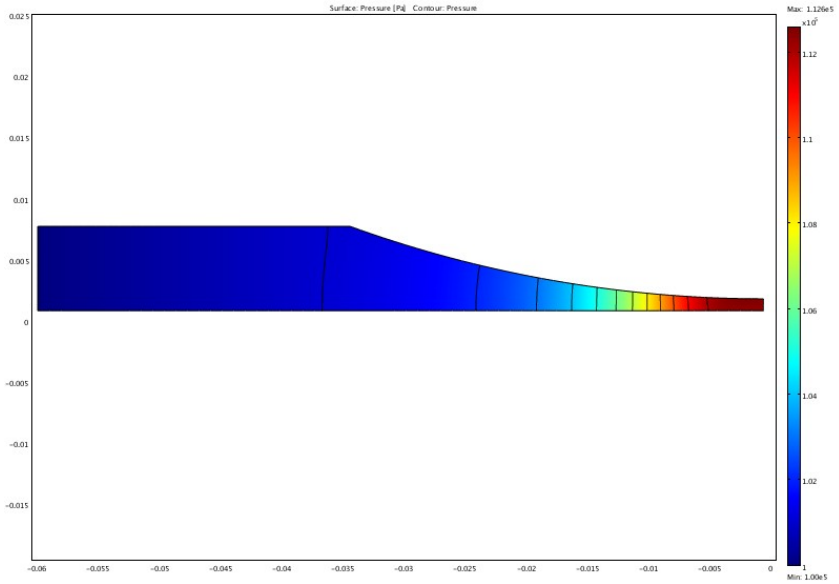

FIGURE 7.21 – Champ de pression de gaz, dans le cas du calcaire 15 μm (vue globale). L'échelle s'étend de 100 à 112.6 kPa. Les courbes d'isovaleurs sons séparées de 1kPa.

Les Figures 7.23 et 7.24 représentent le DPG calculé dans cette même configuration.
La vue d'ensemble (Figure 7.23) ne fait qu'illustrer la brusque augmentation de pression du gaz dans la zone de forte compaction après l'angle de grippage. On rappelle que les valeurs du DPG très importantes atteintes par le DPG dans cette zone ne compromettent pas à priori la stablité du système, la matière étant stabilisé par le contact avec les rouleaux. Le DPG décroit de nouveau au voisinage de l'entrefer pour s'annuler au niveau de l'entrefer, conformément à la prescription de la condition aux limites.
Les flèches sur la Figure 7.23 représentent la vitesse du fluide $\vec{v}_g$. Contrairement à ce que l'on pourrait supposer naivement, il n'y a pas à proprement parler un mouvement du gaz vers le haut de la colonne : l'air est toujours entrainé vers les rouleaux, dans le référentiel

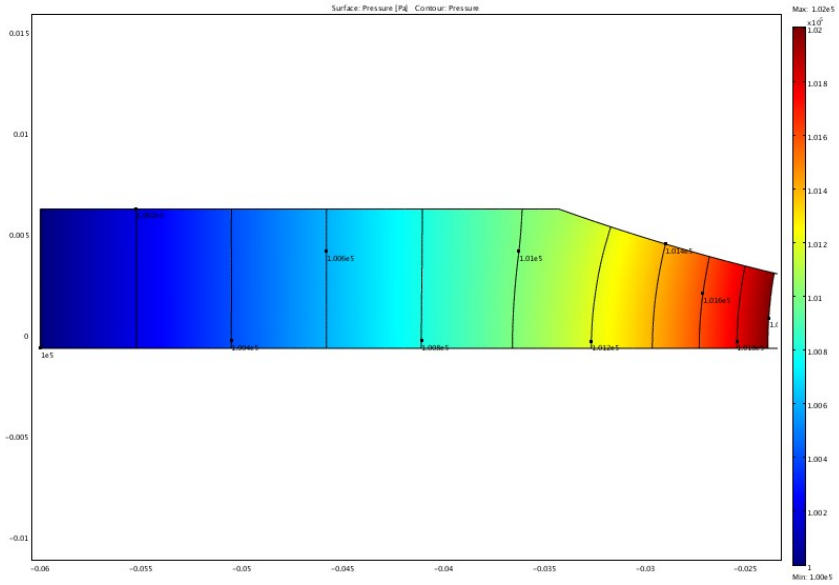

FIGURE 7.22 – Champ de pression de gaz, dans le cas du calcaire 15 μm (zoom sur l'alimentation). L'échelle s'étend de 100 à 102 kPa.

absolu. Simplement, sa vitesse est en général plus faible que celle du solide, ce qui suffit à engendrer un gradient de pression. On remarque aussi une vitesse du gaz plus importante au voisinage des rouleaux, là ou l'on observait Figure 7.20 une plus faible perméabilité de la poudre : l'air est mieux entrainé par le mouvement du solide.

Le zoom au niveau de la colonne d'alimentation (Figure 7.24) confirme la présence d'un gradient de pression non nul au niveau de celle-ci. Celui ci est remarquablement homogène, un résultat correspondant à ce que l'on attendrait dans le cas 1D. En effet, le flux de gaz généré en aval reste constant (pas de modification de la porosité) et la poudre qu'il traverse est homogène.
Dans l'exemple proposé, le DPG dans la colonne d'alimentation s'établit donc entre 1.5 et 2. Il s'agit d'une valeur à priori suffisante pour engendrer des instabilités dans le système, ce qui est conforme à la pratique pour la vitesse de rotation et la finesse de poudre considérées.

Les Figures 7.25 et 7.26 représentent la pression et le DPG (au niveau de l'alimentation) calculé avec le calcaire 5 μm. L'allure générale des résultats est très similaire à ceux obtenus avec le calcaire 15 μm. Seul les ordres de grandeurs changent, radicalement, la poudre étant beaucoup plus imperméable. La pression maximale à l'entrefer atteint cette fois 221.4 kPa, et le DPG dans la colonne d'alimentation est lui aussi beaucoup plus important (entre 12 et 14).

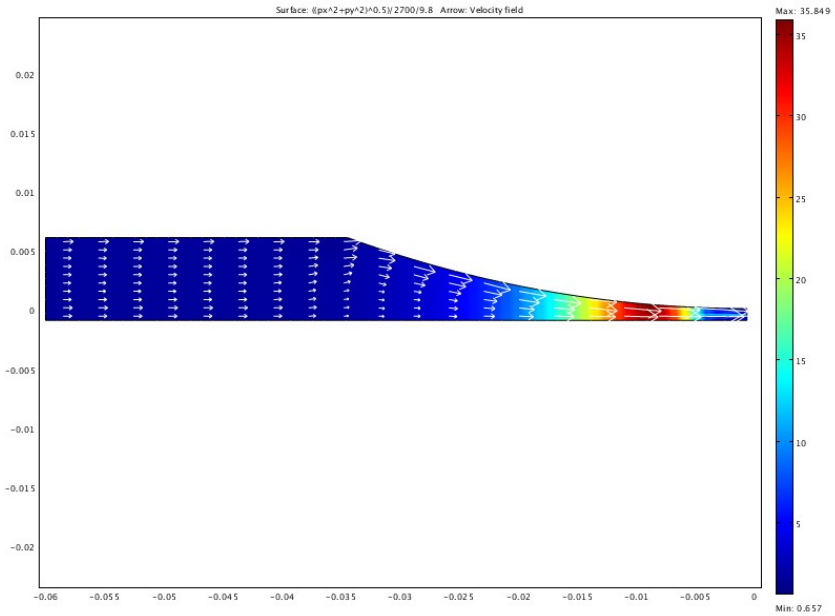

FIGURE 7.23 – Champ de DPG, dans le cas du calcaire 15 μm (vue globale). L'échelle s'étend de 0.657 à 35.85. Les flèches représentent le champ de vitesse gaz.

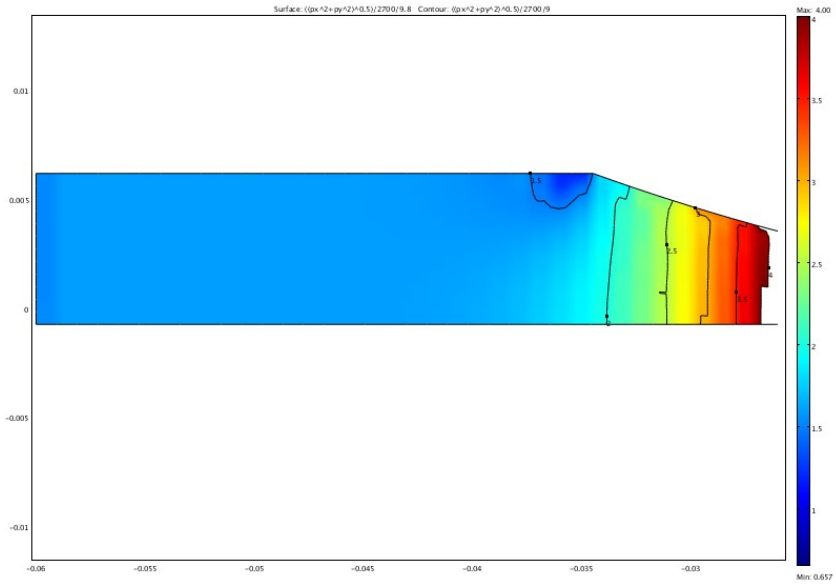

FIGURE 7.24 – Champ de DPG dans le cas du calcaire 15 μm (zoom sur l'alimentation). L'échelle s'étend de 0.657 à 4.

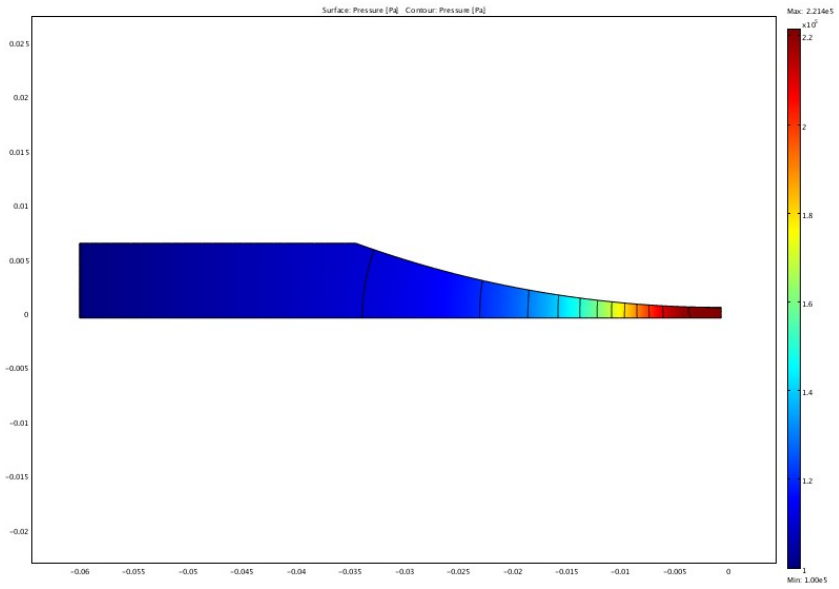

FIGURE 7.25 – Champ de pression de gaz, dans le cas du calcaire 5 μm (vue globale). L'échelle s'étend de 100 à 221.4 kPa.

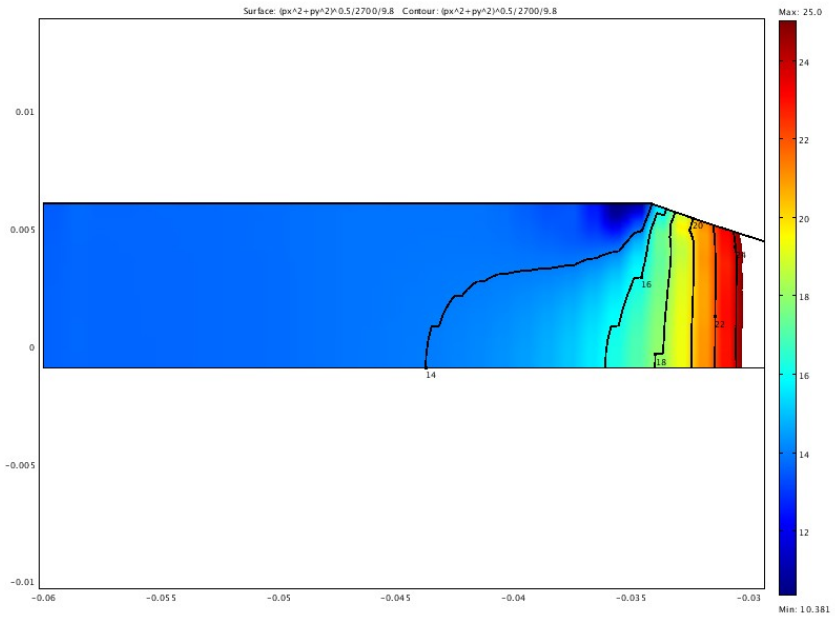

FIGURE 7.26 – Champ de DPG dans le cas du calcaire 5 μm (zoom sur l'alimentation). L'échelle s'étend de 10.381 à 25.

Ces résultats permettent aussi de confirmer la pertinence de la modélisation 1D (voir 7.2). En effet, au vu notamment de l'allure du champ de pression gaz (Figure 7.21), on constate que l'approximation d'une pression de gaz homogène sur une tranche selon l'axe x semble plutôt légitime (Figure 7.1). Les hypothèses à l'origine de la modélisation 1D s'en trouvent validées.
Nous avons voulu vérifier cette adéquation entre modèle 1D et 2D en les appliquant à des cas similaires. La difficulté est que cette transposition ne peut être effectuée directement, les deux modèles ne faisant pas appel à la même loi de comportement solide.Nous avons donc vouludans le cas 15 μm adapter la loi de comportement simple du modèle 1D (Equation 7.6) aux données ayant servi à ajuster les données du modèle de Drucker-Prager dans le cas 2D (Annexe C).
Nous obtenons alors $\phi_0 = 0.7134$, $\sigma_0 = 25$ kPa et $\beta = 9.262$, données que nous utilisons pour une nouvelle simulation 1D. L'angle de frottement à la paroi vaut $\delta_w = 21.8^\circ$ comme dans la simulation 2D. Pour l'angle de frottement interne, nous prenons $\delta_i = 40^\circ$. Il s'agit de la valeur obtenue pour le calcaire plus grossier utilisé pour l'étude 1D (voir Table C.1), que nous adoptons faute de mesure appropriée sur le calcaire 15 μm.
L'angle d'entrée en 1D est $\theta_h = 28.3^\circ$, alors qu'en 2D il est de 20°. Cela ne pose pas de problème particulier, on constate sur la solution 1D que $P(\theta = 20^\circ) \approx P(\theta_h)$, et que, $\phi(\theta = 20^\circ) \approx \phi_0$. Pour le gaz l'endroit ou sont définies les conditions aux limites importe donc peu. La pression solide à l'entrée q_0 est adaptée de sorte que la pression maximale dans le solide corresponde aux simulations 2D ($P(0) = 70$ MPa, $q_0 = 150$ Pa).

On constate alors que les modèles 1D et 2D donnent des estimations comparables des principales grandeurs d'intérêt. On obtient ainsi en 1D un pression de gaz maximale de 107.9 kPa (contre 112.6 kPa en 2D, voire Figure 7.21). Le DPG à $\theta = 20^\circ$ (angle d'alimentation en 2D) est estimé à 1.78 en 1D (contre environ 2 en 2D, voir Figure 7.24). Les écarts entre les 2 modèles peuvent alors être attribué aux imperfections des hyptohèses de la simulation 1D, mais aussi aux différences des lois de comportement solide, bien que celles-ci soient théoriquement censées représenter la même poudre. La loi 7.6 est en effet assez sommaire et son adaptation aux données très imparfaite.
La validité de la simplification 1D parait donc justifiée, même si la loi de comporteemnt utilisée pour le solide est assez grossière dans le modèle que nous proposons. Pour cette géométrie simple, l'intérêt d'une simulation plus complexe en 2D semble même limité en l'absence de phénomènes ou variations observables dans la directions transversale à l'écoulement. Comme nous le verrons au point suivant (7.3.2.2), ce modèle trouve par contre son intérêt lorsque l'on complexifie la géométrie du problème.

7.3.2.2 Effet d'une aération de la colonne d'alimentation

Nous reprenons la configuration des modélisations 2D précédentes (7.3.2.1), que nous modifions afin de modéliser une aération de la colonne d'alimentation. Le dispositif vise à confiner les forts gradients de pression au voisinage des rouleaux afin d'éviter qu'ils ne perturbent la colonne d'alimentation. Nous entendons ainsi présenter un exemple

d'application de ce modèle 2D à une géométrie un peu plus complexe que la simple compaction d'un lit de poudre entre deux rouleaux.
La géométrie et les paramètres matériaux sont totalement inchangés, on modifie simplement l'une des conditions aux limites pour la modélisation du gaz. On considère toujours les surfaces définies Figure 7.16. On cherche à modéliser une aération de la colonne d'alimentation au niveau de la surface "6". Les conditions aux limites pour les surfaces "1" à "5" restent inchangées (voir 7.3.1.2). Pour la surface "6", on remplace simplement la condition d'imperméabilité ($\vec{v}_g.\vec{n} = 0$), par une condition aux limites en pression ($P = P_{atm}$).
La mise à la pression atmosphérique du gaz sur cette zone réduite correspond à la présence d'une d'aération, permettant le libre passage du gaz vers l'atmosphère ambiante. Compte tenu de la géométrie du problème, elle correspond à une longue fente dans une gaine d'alimentation rectangulaire. On peut imaginer que dans une situation réelle, la fuite de la matière par cette fente serait soit empêchée par un tamis, soit laissée libre dans la mesure où elle pourrait être canalisée sans perturber l'alimentation. On peut voir cette solution comme une variante moins exigeante techniquement des systèmes de canne d'aspiration mis en œuvre dans l'industrie pharmaceutique.
La largeur de la fente est de 2.9 mm. Elle est volontairement située très près des rouleaux (à une distance de 1.9 mm), afin de préserver au maximum la colonne d'alimentation des effets du gaz. Toujours dans l'industrie pharmaceutique, certains fournisseurs revendiquent d'ailleurs de laisser volontairement un jeu entre les rouleaux et la gaine d'alimentation, afin de permettre une aération similaire à celle que nous modélisons ici. Nous attirons l'attention sur la très faible largeur de cette fente, devant les dimensions des rouleaux ($R = 0.1$ m).
La Figure 7.27 représente le champ de pression gaz calculé avec cette aération, à comparer avec la Figure 7.21, sans aération. On constate d'emblée que la pression de gaz maximale, au niveau de l'entrefer, n'est que peu modifiée (elle est tout de même légèrement inférieure avec aération). En revanche, on observe dans le cas avec aération que cette augmentation de pression est repoussée vers l'entrefer. On notera par exemple la position de la première isovaleur de pression qui correspond dans les deux cas à $P = 101$ kPa : sans aération, cette pression est atteinte avant même les rouleaux, beaucoup plus loin dans le cas avec aération.

La neutralisation des effets de l'air au niveau de la colonne semble donc efficace. Cette impression est confirmée au vu de la Figure 7.28 qui représente le DPG au niveau de la colonne avec aération (à comparer avec la Figure 7.24).
Les valeurs prises pas le DPG sont spectaculairement plus faibles dans le cas avec aération. La valeur prise dans la colonne, toujours relativement homogène, est trop faible pour être identifiée sur cette Figure, mais est de l'ordre de 0.15, à comparer à une valeur entre 1.5 - 2 dans le cas sans aspiration. On note que la présence de l'aération engendre localement d'importants gradients de pression, notamment près des bords. Il convient cependant de noter que les détails de la géométrie des mouvements de gaz au voisinage de l'ouverture mérite d'être considérés avec précautions. Le maillage n'est pas assez raffiné pour une étude à une telle résolution.

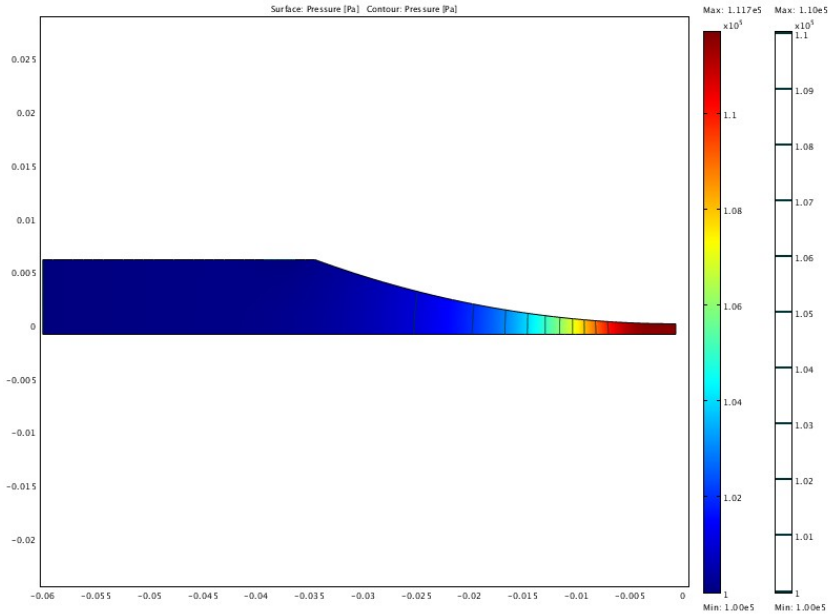

FIGURE 7.27 – Champ de pression de gaz, dans le cas du calcaire 15 μm, avec aspiration (vue globale). L'échelle s'étend de 100 à 111.7 kPa. Les courbes d'isovaleurs sons séparées de 1kPa.

Toujours Figure 7.28, le tracé des lignes de courant pour le gaz permet de mieux comprendre le comment de cette neutralisation de la colonne. Figure 7.24, on voyait que sans aération, le gaz ne progressait que lentement dans la colonne, du fait des fortes pressions au niveau de l'entrefer, et l'écart de vitesse avec le solide générait un gradient de pression. Dans le cas avec aération, le gaz peut avancer à la même vitesse que le solide ou presque, puisqu'une proportion importante de celui-ci peut s'échapper par l'ouverture (noter la déviation des lignes de courant au voisinage de l'ouverture). Après celle-ci, le gaz ne peut plus s'échapper et le gradient de pression augmente de nouveau.

Ces tendances sont confirmées sur les simulations sur le calcaire 5 μm (Figure 7.29 et 7.30). On observe là-encore peu de différences dans l'allure générale des résultats entre le cas à 15 et à 5 μm. Comme dans le cas sans aération, la pression maximale n'est que peu affectée par la présence d'une aération. Le DPG se trouve là encore spectaculairement diminué, dans des proprortions similaires au cas 15 μm (d'un facteur 10 environ : 1.5 avec aération, 14 - 16 avec).

La présence d'une aération diminue donc dans des proportions spectaculaires le DPG dans la colonne d'alimentation, d'un facteur 10 pour les deux cas considérés. Il s'agit d'un résultat particulièrement important dans l'optique d'une alimentation gravitaire des broyeurs à rouleaux. Si les forts gradients de pression sont confinés à l'entrée des rouleaux, la colonne de matière peut jouer un rôle stabilisateur du fait de son poids (elle exerce ainsi

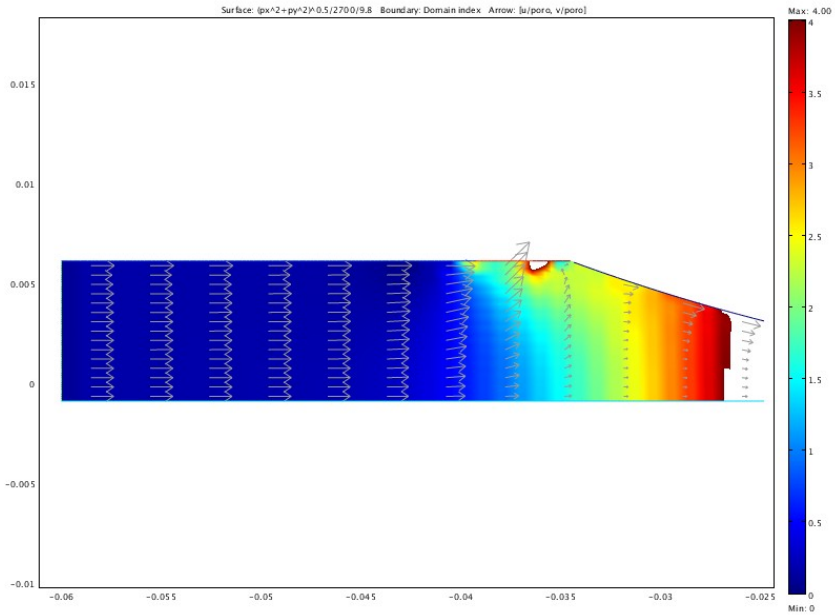

FIGURE 7.28 – Champ de DPG dans le cas du calcaire 15 μm, avec aspiration (zoom sur l'alimentation). L'échelle s'étend de 0 à 4.

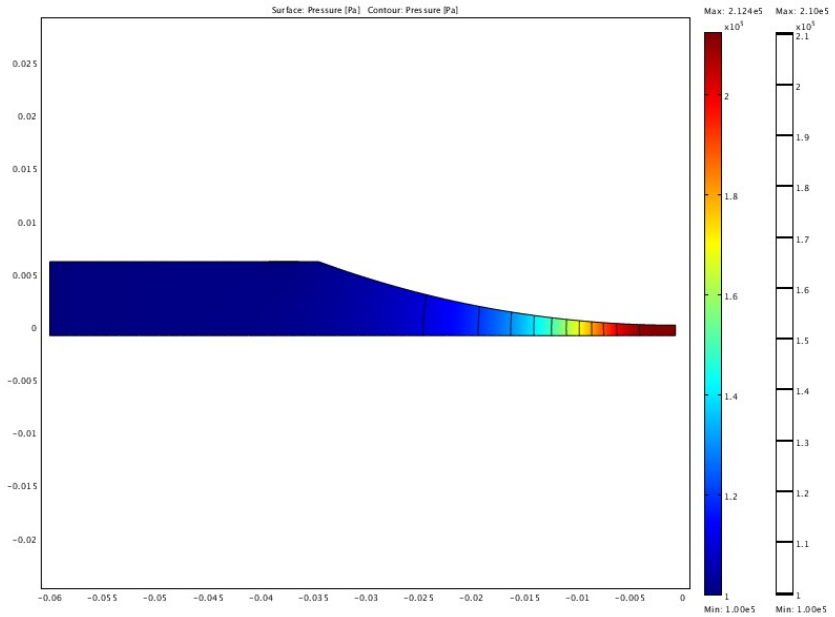

FIGURE 7.29 – Champ de pression de gaz, dans le cas du calcaire 5 μm, avec aération (vue globale). L'échelle s'étend de 100 à 212.4 kPa. Les courbes d'isovaleurs sons séparées de 1kPa.

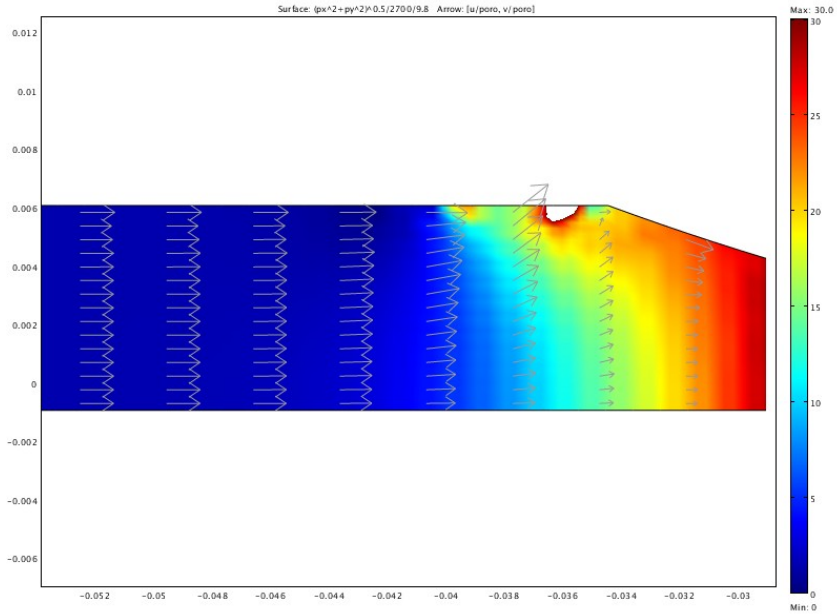

FIGURE 7.30 – Champ de DPG dans le cas du calcaire 5 μm, avec aération (zoom sur l'alimentation). L'échelle s'étend de 0 à 30.

un effort qui s'oppose à la fluidisation). En l'absence d'aération, le gradient de pression se propage à toute la colonne et la déstabilise dans son ensemble.
La question de la stabilité du système au voisinage immédiat de la fente d'aération se pose néanmoins. Les gradients de pressions y restent très importants, du même ordre de grandeur que ceux attendus dans la colonne sans aération. Ils pourraient donc être à même de fluidiser la matière à travers la fente. La question des fuites de matière se pose donc avec d'autant plus d'acuité : il faudra soit poser un filtre au niveau de la fente (avec des risques de bouchage), soit vérifier que les fuites ne compromettent pas une alimentation régulière des rouleaux.

Une autre conclusion est que le système est extrêmement sensible à l'existence d'une possibilité pour l'air de s'échapper. Cela pose la limite de nos modélisations idéalisées, ou le système est parfaitement imperméable en plusieurs endroits susceptibles de permettre une fuite partielle de l'air (contact colonne/rouleaux, bords des rouleaux en 3D, évacuation au niveau de l'entrefer...). La prise en compte de ces fuites sera sans doute indispensable si l'on souhaite donner une orientation vraiment prédictive à ce type de modélisation.

7.4 Conclusion sur la simulation des effets de l'air

Les problèmes liés à l'évacuation de l'air sont l'explication la plus couramment retenue des instabilités rencontrées lors du broyage par compression de poudres fines. Il est donc

capital de mieux les comprendre, voire d'en proposer une modélisation dotée d'une réelle capacité prédictive.
Nous nous sommes concentrés ici sur le type de broyage par compression le plus simple en termes de géométrie : la presse à rouleaux. Nous proposons une approche fondée sur deux niveaux de modélisation. Un modèle 1D permet de dégager dans le cas général des régimes de fonctionnement généraux en ce qui concerne le comportement du gaz, et de dégager de grandes tendances en fonction des variations des paramètres. Une modélisation 2D permet de modéliser plus finement l'impact de telle ou telle variation de la géométrie du système, comme nous le montrons sur l'exemple d'une fente d'aération de la colonne d'alimentation.

Le modèle 1D, en posant des équations simples, nous a ainsi permis de définir une équivalence entre vitesse de rotation des rouleaux et variation de la perméabilité. Nous dégageons aussi trois grands régimes de fonctionnement : un régime de fonctionnement stable perméable (où l'air diffuse sans générer de problèmes), un régime stable imperméable (où l'air reste piégé dans la matière sans perturber l'alimentation), et un régime instable. Ces régimes semblent bien sûr plus ou moins accessibles à une application pratique selon les dimensions du système, la finesse de la poudre considérée...
Parmi les apports originaux de la présente étude, on notera l'évaluation de l'impact de la fragmentation des particules, un sujet évidemment important pour une application au broyage industriel. Ces effets se font principalement ressentir au niveau de l'entrefer, là où la pression et la fragmentation sont les plus importantes, mais ont tout de même un effet sensible jusqu'au niveau de l'alimentation. Une étude des équations permet aussi de dégager des règles simples permettant d'évaluer l'impact de la dimension du système sur la dynamique de l'air. Ces conclusions pourraient se révéler utile dans la perspective du dimensionnement d'installations industrielles.

Le modèle 2D, lorsqu'il est appliqué à cette géométrie simple, confirme la pertinence des hypothèses des modèles 1D. L'hypothèse d'une homogénéité des principales grandeurs selon la direction transversale à l'écoulement, ainsi que celle d'un déplacement du gaz et du solide "en tranches", apparaissent comme tout à fait raisonnable. Du reste, modèles 1D et 2D proposent des prédictions comparables en ce qui concerne la pression du gaz, bien que les lois caractérisant le comportement de la poudre ne coïncident pas tout à fait.
Mais l'intérêt des simulations 2D est bien sûr de pouvoir représenter des géométries plus complexes. Nous nous sommes intéressés à la modélisation d'une fente d'aération dans la colonne d'alimentation des rouleaux. Cet exemple d'application, assez modeste, permet déjà de dégager des conclusions intéressantes. On voit que le système est très sensible à la présence d'un chemin permettant l'évacuation de l'air. Même une fente relativement réduite (2.9 mm, 1.5% du diamètre des rouleaux) permettrait à priori de diviser par 10 le gradient de pression de gaz adimensionnel dans la colonne, le facteur caractérisant l'initiation de l'instabilité. Cette solution pourrait donc présenter un intérêt technique par elle-même, en plus d'illustrer l'intérêt pratique de ce type de simulation.

Cette étude permet aussi d'attirer l'attention sur les limitations de ce type de modèle. D'une manière générale, les simulations se révèlent très sensibles aux hypothèses de

travail et aux conditions initiales. La solution pour le solide dépend de manière critique de la pression d'alimentation, au point qu'il est souvent plus pratique d'ajuster celle-ci pour obtenir la contrainte maximale désirée plutôt que de compter sur une évaluation de la pression d'alimentation pour prédire la contrainte entre les rouleaux. La caractérisation du comportement des poudres, complexe, reste un défi, avec un arbitrage à faire entre un souci de simplicité et la mise en place de procédures complexes de caractérisation des matériaux testés. Enfin, nous avons démontré la grande sensibilité du système à la présence de fuites. La caractérisation précise des conditions d'opération des systèmes réels, complexes et fonctionnant parfois en conditions dégradées, représente une dificulté supplémentaire. A cet égard, l'acquisition de données expérimentales fiables et précises apparait comme un enjeu capital.

Les perspectives de développement de ces modèles sont nombreuses : nous ne faisons ici que les esquisser et en démontrer l'intérêt pratique. Du même que le passage à la 2D s'est révélé indispensable pour tenir compte de la géométrie du système, une simulation en 3D est indispensable à la prise en compte de la géométrie de certains problèmes. C'est vrai dans le cas des presses à rouleaux (simulation des effets de bords), c'est évident dans le cas des autres techniques de broyage par compression, où le comportement dans la troisième direction de l'espace est plus complexe (Horomill®), voire l'hypothèse d'une simulation 2D en déformation planes carrément inapplicable (broyeur vertical à galets).
Représenter la dynamique de ces systèmes est un autre défi ambitieux. Nous ne proposons en effet que des solutions de régimes continus, à partir desquels nous essayons de dégager des seuils de stabilité pour lesquels ce fonctionnement stable se révèlerait être problématique. Aller au delà de la simple définition de ces seuils, vers une représentation réaliste de ces instabilités, pourrait représenter un progrès majeur. Elle permettrait notamment d'envisager des solutions pratiques basées sur la mitigation des effets des instabilités, plutôt que de combattre à tout prix leur instauration.

Chapitre 8

Conclusion

Ce travail visait d'une manière générale à améliorer la connaissance scientifique du broyage par compression. Il s'intéresse donc aussi bien aux mécanismes microscopiques fondamentaux, qu'à la détermination d'une loi de comportement macroscopique. Un premier pas vers une modélisation du procédé industriel est aussi esquissé. Ces points de vue variés forment, nous l'espérons, plus qu'une série d'études disparates mais permettent de donner une vision cohérente des phénomènes en jeu lors du broyage par compression.

L'étude des micromécanismes fondamentaux est avant tout portée par la modélisation DEM du chapitre 4. Nous proposons un modèle simple, dans le contexte d'un domaine largement inexploré, du moins au travers de la simulation numérique. Nous rappelons que l'étude présentée ici comporte deux volets : une étude paramétrique, et une étude de la dynamique et de l'énergétique de ces systèmes.
De l'étude paramétrique, on pourra noter, entre autres résultats : la disparition de l'effet de l'empilement de départ après quelques évènements de rupture, le rôle respectif des désordres lié à la nature des grains et à leurs propriétés mécaniques variables, ainsi que l'importance clé du rapport entre la résistance du grain et sa raideur. Du point de vue dynamique et énergétique, notre étude met en relief l'importance des phénomènes de rupture en cascade, et montre l'importance clé dans le bilan énergétique global de l'énergie dissipée au cours de la réorganisation des grains après chaque évènement de rupture. L'innefficacité des broyeurs, à boulets ou par compression, comporte donc une part fondamentale, liée à l'application d'une contrainte aux grains individuels par l'intermédiaire d'un chargement sur l'assemblée de grains toute entière.

La définition d'une loi de comportement pour la matière broyée recouvre elle deux réalités distinctes : au sens mécanique le plus classique, il s'agit d'établir un lien entre contraintes et déformations au cours du chargement. Dans le cas du broyage, on cherche aussi à représenter l'évolution de la granulométrie. Les deux sujets sont évidemment liés : l'évolution de la granulométrie affecte la microstructure et donc le lien entre contraintes et déformations ; contraintes et déformations sont les moteurs de la fragmentation des particules et donc de l'évolution de taille.
En émettant l'hypothèse que l'évolution de la granulométrie puisse être représentée comme une fonction de la densité, nous levons ce couplage : les deux questions peuvent être traitées a priori indépendamment. Nous proposons un modèle de fragmentation basé sur cette hypothèse au chapitre 5. Il est à notre connaissance, le premier modèle à proposer une réelle prédiction de l'évolution de la taille des grains pour un matériau donné, pour toute granulométrie de départ. Le modèle est basé sur une démarche semi-empirique et

il serait hasardeux d'y voir la transcription macroscopique d'une description précise des mécanismes de rupture à l'échelle des grains. Il requiert aussi une importante base d'essais sur des fractions monodisperses avant de pouvoir être adapté à un nouveau matériau. Son bon comportement présente cependant déjà un intérêt pratique évident, et constitue un encouragement vis-à-vis des hypothèses physiques proposées.
L'approche micromécanique présentée au chapitre 6 vise, elle, à établir un lien entre déformations et contraintes. Des modèles empiriques existent en la matière, mais par l'intermédiaire de la micromécanique, nous visions à faire reposer ce lien sur les micromécanismes à l'œuvre dans le matériau broyé. En particulier, nous souhaitions que le modèle fasse le lien entre un mécanisme de déformation plastique à l'échelle macroscopique, et des micro-mécanismes fragiles à l'échelle des grains. Nous avons de ce point de vue rencontré un succès partiel : le modèle proposé semble cohérent et est à même de rendre compte des résultats expérimentaux, même si nous ne disposons à cet égard que de données limitées. En revanche, nous n'avons pas pu faire intervenir la taille des particules ou son évolution explicitement dans le modèle. Notre représentation de la microstructure rend donc sans doute mal compte des spécificités du broyage par compression, et nous ne pouvons proposer un modèle réellement prédictif. Nous ne parvenons pas non plus, au delà d'une bonne adéquation du modèle aux données, à arbitrer définitivement en faveur de tel ou tel mode de fragmentation.

Enfin, une dernière partie (chapitre 7) visait à modéliser les interactions gaz-solide dans les systèmes industriels réels. Il s'agissait essentiellement de démontrer la faisabilité d'une telle approche, et sa pertinence vis-à-vis de la prédiction des instabilités rencontrées dans l'industrie. Nous nous intéressons au cas simple de la presse à rouleaux, à deux niveaux de modélisation différent : un modèle 1D, très simple, permet de dégager des tendances générales, comme l'existence de différentes zones de fonctionnement stables, ou encore sur l'impact de la fragmentation des particules et de la taille de l'installation. Un modèle éléments finis permet une représentation plus fine des mouvements d'air et de solide dans le cas d'une géométrie plus complexe. Même si nous ne disposons pas d'une comparaison avec des données expérimentales, les résultats sont qualitativement cohérents. Surtout, nous montrons qu'il est possible d'évaluer, au moins à titre comparatif, l'impact d'une modification de la géométrie sur la dynamique de l'air dans le système.

Sur un sujet aussi vaste, cette étude ne saurait évidemment prétendre à l'exhaustivité. Nous renvoyons notamment à la conclusion des différents chapitres où nous présentons les limitations des réponses apportées, ainsi que les perspectives laissées ouvertes dans chaque domaine abordé. D'un point de vue général, nous admettons que ce travail accorde une large part à la modélisation et à la simulation. Une étude expérimentale plus complète aurait certainement un intérêt majeur, en particulier concernant le comportement du matériau pour des chargements non œdométrique, et les interactions gaz-solide. L'étude se focalise aussi largement sur les aspects mécaniques et micromécaniques pour le solide seul, et les effets du gaz ne sont introduits que dans le chapitre final : il y aurait sans doute beaucoup aussi à dire sur ces interactions gaz-solide à un niveau plus fondamental, notamment en ce qui concerne l'initiation de l'instabilité. Nous espérons cependant que

cette approche multidisciplinaire et multiéchelle d'un problème complexe participera à une meilleure compréhension et à une meilleur maitrise de procédés amenés à prendre une importance croissante dans l'industrie cimentière.

Annexe A

Problème d'Eshelby pour une une sphère avec interface imparfaite

L'objet de cet annexe est de présenter la résolution du problème d'Eshelby pour une sphère avec interface imparfaite, requis pour l'application du schéma d'homogénéisation en 6.2.1.2.

On considère donc une sphère de rayon R, noté Ω_1 élastique linéaire isotrope entourée d'une interface autorisant les sauts de déplacement tangentiels (voir 6.2.1.1) de rigidité k_t, immergée dans un milieu infini, noté Ω_0, lui aussi élastique. On note respectivement (k_s, μ_s) et (k_0, μ_0) les modules de compression et de cisaillement du grain et du milieu infini. On se place dans une repère sphérique de coordonnées (r, θ, ϕ) centré sur la sphère. On considère une déformation auxilliaire homogène E_0 à l'infini (A.1) :

$$\boldsymbol{\xi} = \boldsymbol{E}_0 \cdot \mathbf{z} \ , \quad |\mathbf{z}| \to \infty \tag{A.1}$$

Où $\boldsymbol{\xi}$ est le champ de déplacement et $\mathbf{z}$ la coordonnée spatiale.

On cherche à établir la relation linéaire liant les moyennes des contraintes et des déformations dans l'inclusion à $\boldsymbol{E}_0$ (A.2).

$$\overline{\boldsymbol{\varepsilon}}^{\mathscr{S}} = \mathbb{A}_0^{\mathscr{S}} : \boldsymbol{E}_0, \quad \overline{\boldsymbol{\sigma}}^{\mathscr{S}} = \mathbb{B}_0^{\mathscr{S}} : \boldsymbol{E}_0 \tag{A.2}$$

Dans le cas élastique linéaire isotrope, $\mathbb{A}_0^{\mathscr{S}}$ et $\mathbb{B}_0^{\mathscr{S}}$ peuvent se décomposer en une partie sphérique et une partie déviatorique. En pratique, on détermine ces deux composantes séparément, en considérant successivement une déformation auxilliaire $\boldsymbol{E}_0$ purement sphérique ($\boldsymbol{E}_{0,m} = E_0 \boldsymbol{I}$), puis purement déviatorique (par exemple, $\boldsymbol{E}_0 = E_{0,d}(\boldsymbol{e}_1 \otimes \boldsymbol{e}_1 - \boldsymbol{e}_2 \otimes \boldsymbol{e}_2)$ dans une base cartésienne $(\boldsymbol{e}_1, \boldsymbol{e}_2, \boldsymbol{e}_3)$). Chacune des relations obtenues peut alors être utilisée séparément pour déterminer une des composantes du comportement homogénéisé (voir 6.2.1.2).

Dans le cas d'une déformation auxilliaire sphérique ($\boldsymbol{E}_0 = E_{0,m} \boldsymbol{I}$), en suivant la démarche de [Love 1920], la solution est à chercher dans Ω_0 et dans Ω_1 sous la forme (A.3) :

$$\xi_i(\mathbf{z}) = \left(a_i r + \frac{b_i}{r^2} \right) \boldsymbol{e}_r \ , \quad i \in \{0; 1\} \tag{A.3}$$

Ce qui fait 4 paramètres à déterminer pour établir la solution dans Ω_0 et dans Ω_1 : a_0, b_0, a_1 et b_1. On dispose par ailleurs de 4 relations :

- Déplacement nul au centre de la sphère : $b_1 = 0$.
- Condition aux limites à l'infini : $a_0 = E_{0,m}$.
- Continuité du déplacement à travers l'interface (les interfaces sont rigides dans la direction normale).
- Continuité de la contrainte normale à travers l'interface.

On peut alors établir sans difficultés supplémentaires les relations A.4 et A.5 :

$$\overline{\varepsilon_m}^{\mathscr{S}} = \frac{3k_0 + 4\mu_0}{3k_s + 4mu_0} E_{0,m} \tag{A.4}$$

$$\overline{\sigma_m}^{\mathscr{S}} = 3k_s \frac{3k_0 + 4\mu_0}{3k_s + 4mu_0} E_{0,m} \tag{A.5}$$

Toujours selon [Love 1920], la solution dans le cas déviatorique ($bmE_0 = E_{0,d}(\boldsymbol{e}_1 \otimes \boldsymbol{e}_1 - \boldsymbol{e}_2 \otimes \boldsymbol{e}_2)$ est à chercher sous la forme A.6 :

$$\begin{aligned}
\xi_i(\mathbf{z}) &= \xi_i^r(r)\sin(\theta)^2\cos(2\phi)\,\boldsymbol{e}_r + \xi_i^\theta(r)\sin(\theta)\cos(\theta)\cos(2\phi)\,\boldsymbol{e}_\theta + \xi_i^\phi(r)\sin(\theta)\sin(2\phi)\,\boldsymbol{e}_\phi \\
\xi_i^r(r) &= a_i r - \frac{6\nu_i}{1-2\nu_i} b_i r^3 + 3\frac{c_i}{r^4} + \frac{5-4\nu_i}{1-2\nu_i}\frac{d_i}{r^2} \\
\xi_i^\theta(r) &= a_i r - \frac{7-4\nu_i}{1-2\nu_i} b_i r^3 - 2\frac{c_i}{r^4} + 2\frac{d_i}{r^2} \\
\xi_i^\phi(r) &= -\xi_i^\theta(r)
\end{aligned} \tag{A.6}$$

avec ν_i le coefficient de Poisson sur le domaine Ω_i. Ce qui fait 8 constantes à déterminer (a_i,b_i,c_i et d_i, $i \in \{0; 1\}$). On dispose cette fois de 8 relations :

- Déplacement nul au centre de la sphère : $c_1 = d_1 = 0$.
- Condition aux limites à l'infini : $a_0 = E_{0,d}$, $b_0 = 0$.
- Saut de déplacement au niveau de l'interface, exprimé au moyen de la loi de comportement $\mathbf{T} = \mathbf{k}\cdot[\boldsymbol{\xi}]$ (2 relations).
- Continuité du vecteur contrainte à travers l'interface (2 relations).

On obtient alors un système linéaire de 8 équations à 8 inconnues, qui une fois résolu fournit le champ de déplacement attendu. Une étape d'intégration permet ensuite d'aboutir à des relations similaires à A.4 et A.5, malheureusement trop complexe pour être intégralement retranscrite ici.

ANNEXE B

Modèle micromécanique : résultat de l'optimisation par rapport aux données expérimentales

Matière/taille	K_g (MPa)	α_g	Δ_m
Clinker 2-2.5 mm	29.61	0.3575	1.347×10^{-2}
Clinker 1-1.25 mm	28.23	0.3775	1.008×10^{-2}
Clinker 500-600 μm	28.46	0.3217	6.398×10^{-3}
Clinker 250-300 μm	33.18	0.344	5.242×10^{-3}
Clinker 100-125 μm	41.59	0.3744	3.349×10^{-3}
Clinker 1-1.25 mm+fines	31.33	0.3518	8.431×10^{-3}
Calcaire 1.25-1.6 mm	12.74	0.2511	2.025×10^{-2}
Calcaire 600-800 μm	14.22	0.2653	1.710×10^{-2}
Calcaire 315-400 μm	15.37	0.3079	1.350×10^{-2}
Calcaire 125-160 μm	13.03	0.2982	3.224×10^{-2}
Quartz 1.25-1.6 mm	14.32	0.4534	2.872×10^{-3}
Quartz 600-800 μm	18.66	0.4937	2.042×10^{-3}
Quartz 315-400 μm	21.87	0.5066	1.935×10^{-3}
Quartz 125-160 μm	35.57	0.5371	7.901×10^{-4}

TABLE B.1 – Valeurs prises par les paramètres d'optimisation avec la variante 1 :"rupture dans les grains". erreur relative Δ_m du modèle pour l'essai.

Matière/taille	κ_0 ($\kappa = \kappa_0\phi^n$)	n ($\kappa = \kappa_0\phi^n$)	K_g (MPa)	α_g	Δ_m
Clinker 2-2.5 mm	4.345×10^{-7}	11.22	37.96	0.3291	1.759×10^{-3}
Clinker 1-1.25 mm	1.801×10^{-6}	10.19	36.28	0.3506	1.096×10^{-3}
Clinker 500-600 μm	5.498×10^{-5}	7.003	37.18	0.2907	4.873×10^{-4}
Clinker 250-300 μm	2.482×10^{-5}	8.359	41.21	0.3106	5.753×10^{-4}
Clinker 100-125 μm	2.448×10^{-5}	9.166	50.23	0.3419	4.349×10^{-4}
Clinker 1-1.25 mm+fines	1.978×10^{-6}	10.74	39.72	0.3121	1.652×10^{-3}
Calcaire 1.25-1.6 mm	2.533×10^{-6}	7.096	20.44	0.2084	1.511×10^{-3}
Calcaire 600-800 μm	5.019×10^{-6}	7.125	21.96	0.2226	1.379×10^{-3}
Calcaire 315-400 μm	8.660×10^{-6}	7.562	22.16	0.2714	1.468×10^{-3}
Calcaire 125-160 μm	7.031×10^{-8}	9.779	22.42	0.2473	4.655×10^{-4}
Quartz 1.25-1.6 mm	1.100×10^{-4}	7.427	18.01	0.4358	2.798×10^{-4}
Quartz 600-800 μm	8.621×10^{-5}	8.096	23.48	0.4730	2.432×10^{-4}
Quartz 315-400 μm	3.499×10^{-5}	9.749	24.90	0.4922	4.342×10^{-4}
Quartz 125-160 μm	1.938×10^{-5}	11.25	39.99	0.5161	6.818×10^{-5}

Table B.2 – Valeurs prises par les paramètres d'optimisation avec la variante 2 :"rupture dans les grains, κ variable". erreur relative Δ_m du modèle sur l'essai.

Matière/taille	K_i (MPa)	α_i	Δ_m
Clinker 2-2.5 mm	19.92	0.1728	4.618×10^{-3}
Clinker 1-1.25 mm	15.64	0.1855	4.199×10^{-3}
Clinker 500-600 μm	20.45	0.1589	1.642×10^{-3}
Clinker 250-300 μm	25.18	0.1615	1.003×10^{-3}
Clinker 100-125 μm	33.40	0.1667	8.274×10^{-4}
Clinker 1-1.25 mm+fines	25.59	0.1597	2.008×10^{-3}
Calcaire 1.25-1.6 mm	9.038	0.1347	8.339×10^{-3}
Calcaire 600-800 μm	8.224	0.1475	9.991×10^{-3}
Calcaire 315-400 μm	10.50	0.1572	4.495×10^{-3}
Calcaire 125-160 μm	8.502	0.1559	1.807×10^{-2}
Quartz 1.25-1.6 mm	7.021	0.2038	7.162×10^{-4}
Quartz 600-800 μm	8.423	0.2119	6.711×10^{-4}
Quartz 315-400 μm	10.45	0.2124	2.211×10^{-4}
Quartz 125-160 μm	18.46	0.2136	8.213×10^{-4}

Table B.3 – Valeurs prises par les paramètres d'optimisation avec la variante 3 :"rupture dans les interfaces". erreur relative Δ_m du modèle sur l'essai.

Matière/taille	K_g (MPa)	α_g	K_i (MPa)	α_i	Δ_m	ϕ_t
Clinker 2-2.5 mm	42.78	0.3123	12.28	0.1938	7.715×10^{-4}	0.2238
Clinker 1-1.25 mm	36.74	0.3486	10.06	0.2026	4.566×10^{-4}	0.2435
Clinker 500-600 μm	37.66	0.2874	15.49	0.1742	5.960×10^{-4}	0.2010
Clinker 250-300 μm	43.84	0.2994	19.19	0.1780	3.936×10^{-4}	0.2263
Clinker 100-125 μm	60.65	0.3033	30.17	0.1734	6.298×10^{-4}	0.2303
Clinker 1-1.25 mm+fines	45.70	0.2827	16.18	0.1875	4.037×10^{-4}	0.2436
Calcaire 1.25-1.6 mm	20.94	0.2043	41.49	0.1643	1.161×10^{-3}	0.1498
Calcaire 600-800 μm	23.00	0.2155	5.800	0.1686	7.772×10^{-4}	0.1607
Calcaire 315-400 μm	24.14	0.2595	6.651	0.1786	6.606×10^{-4}	0.1824
Calcaire 125-160 μm	20.60	0.2557	3.732	0.1877	3.091×10^{-3}	0.1834
Quartz 1.25-1.6 mm	35.06	0.3488	6.606	0.2055	4.106×10^{-4}	0.2242
Quartz 600-800 μm	32.38	0.4303	8.403	0.2121	4.276×10^{-4}	0.2481
Quartz 315-400 μm	39.86	0.4240	10.06	0.2134	1.124×10^{-4}	0.2584
Quartz 125-160 μm	41.23	0.5094	18.89	0.2132	8.143×10^{-4}	0.3053

TABLE B.4 – Valeurs prises par les paramètres d'optimisation avec la variante 4 :"rupture dans les grains puis dans les interfaces". erreur relative Δ_m du modèle pour l'essai.

Annexe C

Paramètres des lois de Drucker-Prager pour les simulations éléments finis 2D

Nous présentons ici les valeurs des paramètres matériaux adoptées pour les simulations du Chapitre 7. La Table C.1 présente les données matériaux pour le modèle 1D décrit en 7.2. On rappelle que δ_i est un angle de frottement interne, δ_w un angle de frottement à la paroi, β la compressibilité du matériau, D_p est la tailla caractéristique des particules, ρ_s la densité des particules, ϕ_0 la porosité initiale (à l'entrée des rouleaux).

Les Tables suivantes concernent les simulations par les éléments finis 2D du compactage à rouleaux, décrites en 7.3. Le modèle matériau est celui de Drucker-Prager, avec les notations adoptées en 3.1.3. La Table C.3 présente pour les calcaires 15 μm et 5 μm les données concenant la Droite de Drucker-Prager (β, d), la forme du cap (R) et le paramètre déterminant l'extension de la surface de transition (α). On donne ausi comme pour les modèles matériaux 1D les valeurs de D_p, ρ_s et ϕ_0. On remarque qu'un certain nombre de paramètres a pu être gardé identique entre les deux poudres.
Le durcissement du matériau est paramétrée par un dernier paramètre (p_a). Celui-ci est injectée dans le code de calcul sous la forme d'un tableau de données, indiquant la valeur des paramètre pour différentes valeur de la déformation volumique ε_v(on considère la déformation logarythmique, calculée depuis l'état initial). Ces données sont reproduites pour les deux calcaires dans la Table **??**.
Les données concernant la presse et son fonctionnement sont quant à elles identiques pour les deux poudres, et leurs valeurs est déjà donné en 7.3.1.1

Poudre	δ_i	δ_w	β	surface spécifique ($cm^2.g^{-1}$)	D_p (μm)	ρ_s ($kg.m^{-3}$)	ϕ_0
Bentonite	39°	32°	7.84	8000	2.84	2640	0.64
Calcaire	40°	35.75°	13.05	170	135	2590	0.58

Table C.1 – Valeur des paramètres adoptées pour les poudres utilisée dans les simulations 1D

Poudre	β	d (en Pa)	R	α	E (en GPa)	ν	D_p (μm)	ρ_s ($kg.m^{-3}$)	ϕ_0
Calcaire 15 μm	60°	20	0.627	0.03	3.1	0.3	15	2590	0.69
Calcaire 5 μm	60°	20	0.61	0.03	2.9	0.3	5	2590	0.69

Table C.2 – Valeur des paramètres adoptées pour les poudres utilisée dans les simulations éléments finis 2D

ε_v (15 μm)	p_a, en MPa (15 μm)	ε_v (5 μm)	p_a en MPa (5 μm)
0	0.001	0	0.001
0.2	0.012	0.2	0.003
0.4	0.109	0.4	0.0103
0.5	0.82	0.5	0.123
0.55	2.41	0.55	0.61
0.59	5.13	0.59	1.76
0.61	7.04	0.61	2.69
0.65	12.7	0.65	5.55
0.69	21.0	0.69	10.2
0.73	32.9	0.73	17.0
0.77	48.8	0.77	27.0
0.81	70.2	0.81	41.2
0.83	82.1	0.83	50.1
0.85	100	0.85	60.5
0.87	120	0.87	72.9
0.89	142	0.89	86.2
0.91	168	0.91	99.5
0.93	197	0.93	113

Table C.3 – Valeur des paramètres adoptées pour les poudres utilisée dans les simulations éléments finis 2D

Bibliographie

[Åström 1998] J.A. Åström et H.J. Herrmann. *Fragmentation of grains in a two-dimensional packing*. European Physical Journal B, vol. 5, no. 3, pages 551–554, 1998.

[Agnolin 2007a] I. Agnolin et J.-N. Roux. *Internal states of model isotropic granular packings. I. Assembling process, geometry, and contact networks*. Physical Review E, vol. 76, page 061302, 2007.

[Agnolin 2007b] I. Agnolin et J.-N. Roux. *Internal states of model isotropic granular packings. II. Compression and pressure cycles*. Physical Review E, vol. 76, page 061303, 2007.

[Agnolin 2007c] I. Agnolin et J.-N. Roux. *Internal states of model isotropic granular packings. III. Elastic properties*. Physical Review E, vol. 76, page 061304, 2007.

[Aiqin 1999] Wang Aiqin, Zhang Chengzhi et Zhang Ningsheng. *The theoretic analysis of the influence of the particle size distribution of cement system on the property of cement*. Cement and Concrete Research, vol. 29, no. 11, pages 1721 – 1726, 1999.

[Allen 1987] M. Allen et D. Tildesley. *Computer simulations of liquids*. Oxford University Press, Oxford, 1987.

[Arzt 1982] E. Arzt. *The influence of an increasing particle coordination on the densification of spherical powders*. Actua Metallica, vol. 30, pages 1883–1890, 1982.

[Austin 1972a] L.G. Austin et V.K. Bhatia. *Experimental methods for grinding studies in laboratory mills*. Powder Technology, vol. 5, pages 261–266, 1972.

[Austin 1972b] L.G. Austin et P.T. Luckie. *Methods for determination of breakage distribution parameters*. Powder Technology, vol. 5, pages 215–22, 1972.

[Austin 1984] L.G. Austin, R.R. Klimpel et P.T. Luckie. *Process Engineering of Size Reduction : Ball Milling*. Society of Mining Engineers of the American Institute of Mining, Metallurgical, and Petroleum Engineers, 1984.

[Aydin 1996] I. Aydin, B.J. Briscoe et K.Y. Sanliturk. *The internal form of compacted ceramic components : a comparison of finite element modelling with experiment*. Powder Technology, vol. 89, pages 239–254, 1996.

[Aydogan 2006] N. A. Aydogan, L. Ergün et H. Benzer. *High pressure grinding rolls (HPGR) applications in the cement industry*. Minerals Engineering, vol. 19, no. 2, 2006.

[Azéma 2009] E. Azéma, F. Radjaï et G. Saussine. *Quasistatic rheology, force transmission and fabric properties of a packing of irregular polyhedral particles*. Mechanics of Materials, vol. 41, pages 729–741, 2009.

[Aziz 1980] A. Aziz et K. Schönert. *Einzelkomzerkleinerung und Gutbettbeanspruchung von Zementklinkerfraktionen*. Zement-Kalk-Gips, no. 5, pages 213–218, 1980.

[Baxter 2004] J. Baxter, A. Abu-Nahar et Tüzün U. *The breakage matrix approach to inadvertant particle degradation : dealing with intra-mixture interactions*. Powder Technology, vol. 143-144, pages 174–178, 2004.

[Bazant 1976] Z. P. Bazant. *Instability, ductility and size effect in strain softening concrete*. Journal of the Engineering Mechanics Division, vol. 102, no. 2, 1976.

[Ben-Nun 2010] O. Ben-Nun, I. Einav et A. Tordesillas. *Force Attractor in Confined Comminution of Granular Materials*. Physical Review Letters, vol. 104, no. 10, 2010.

[Benzer 2000] H. Benzer. *Mathematical modeling of clinker grinding process*. PhD thesis, University of Hacettepe, 2000.

[Bilgili 2006] E. Bilgili, J. Yepes et B. Scarlett. *Formulation of a non-linear framework for population balance modeling of batch grinding : beyond first order kinetics*. Chemical Engineering Science, vol. 61, pages 33–44, 2006.

[Bilgili 2012] E. Bilgili et M. Capece. *A rigorous breakage matrix methodology for characterization of multi-particle interactions in dense-phase particle breakage*. Chemical Engineering Research and Design, vol. 90, pages 1177–1188, 2012.

[Bishop 1951] J.F.W. Bishop et R. Hil. *A theory of the plastic distortion of a polycrystalline aggregate under combined stresses*. Philosophical Magazine, vol. 42, pages 414–427, 1951.

[Blair 2001] D.L. Blair, N.W. Mueggenburg, A.H. Marshall, H.M. Jaeger et S.R. Nagel. *Force distribution in three-dimensional granular assemblies : Effects of packing order and interparticle friction*. Physical Review E, vol. 63, page 041304, 2001.

[Bond 1961] F.C. Bond. *Crushing and grinding calculations, part I-II*. British Chemical Engineering, vol. 6, pages 378–385,543–548, 1961.

[Bouvard 1993] D. Bouvard. *Modelling the densification of powder composites by power law creep*. Actua Metallurgica et Materialia, vol. 41, pages 1413–1420, 1993.

[Brajer 2003] X. Brajer, P. Forquin, R. Gy et F. Hild. *The role of surface and volume defects in the fracture of glass under quasi-static and dynamic loadings*. Journal of Non-Crystalline Solids, vol. 316, no. 1, pages 42 – 53, 2003.

[Brüchmuller 2011] J. Brüchmuller, B.G.M. van Wachem, S. Gu et K.H. Luo. *Modelling discrete fragmentation of brittle particles*. Powder Technology, vol. 208, no. 3, pages 731 – 739, 2011.

[Broadbent 1956] S.R. Broadbent et T.G. Calcott. *A matrix anlysis of processes involving particle assemblies*. Philosophical Transactions of the Royal Society, vol. 249, pages 99–123, 1956.

[Brzesowsky 1994] R. Brzesowsky. *Micromechanics of sand grain failure and sand compaction*. PhD thesis, Université d'Utrecht, 1994.

[Budiansky 1965] B. Budiansky. *On the elastic moduli of some heterogenous materials*. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, vol. 13, pages 223–227, 1965.

[Carman 1937] P.C. Carman. *Fluid flow through granular beds*. Transactions - Institution of Chemical Engineers, vol. 15, pages 150–166, 1937.

[Celik 2006] I.B. Celik et M. Oner. *The influence of grinding mechanism on the liberation characteristics of clinker minerals*. Cement and Concrete Research, vol. 36, no. 3, pages 422 – 427, 2006.

[Celik 2007] I.B. Celik, M. Oner et N.M. Can. *The influence of grinding technique on the liberation of clinker minerals and cement properties*. Cement and Concrete Research, vol. 37, no. 9, pages 1334 – 1340, 2007.

[Charalampidou 2011] E.M. Charalampidou, S.A. Hall, S. Stanchits, H. Lewis et G. Viggiani. *Characterization of shear and compaction bands in a porous sandstone deformed under triaxial compression*. Tectonophysics, vol. 503, pages 8–17, 2011.

[Christensen 2001] R.M. Christensen. *Yield functions, damage states and intrisic strength*. Mathematics and Physics of Solids, vol. 5, pages 285–300, 2001.

[Cleary 2001] Paul W. Cleary. *Recent advances in dem modelling of tumbling mills*. Minerals Engineering, vol. 14, no. 10, pages 1295 – 1319, 2001.

[Cleary 2011] Paul W. Cleary et Rob D. Morrison. *Understanding fine ore breakage in a laboratory scale ball mill using DEM*. Minerals Engineering, vol. 24, no. 3-4, pages 352 – 366, 2011.

[Coffey 2003] K.A. Coffey et P.A. Gremaud. *Numerical simulation of aerated powder consolidation*. International Journal of Non-Linear Mechanics, vol. 38, pages 1185–1194, 2003.

[Cordonnier 1994] A. Cordonnier. *A new grinding process : Horomill*. In 8th european symposium on comminution, 1994.

[Couroyer 2000] Ning Z. Couroyer C. et Ghadiri M. *Distinct element analysis of bulk crushing : effect of particle properties and loading rate*. Powder Technology, vol. 109, pages 241–254, 2000.

[Cui 2007] L. Cui, C. O'Sullivan et S. O'Neill. *An analysis of the triaxial apparatus using a mixed boundary three-dimensional discrete element model*. Géotechnique, vol. 57, pages 831–844, 2007.

[Cundall 1979] P. A. Cundall et O. D. L. Strack. *A discrete numerical model for granular assemblies*. Géotechnique, vol. 29, no. 1, pages 47–65, 1979.

[Cunningham 2005] J.C. Cunningham. *Experimental studies and modeling of the roller compaction of pharmaceutical powders*. PhD thesis, Drexel University, 2005.

[Cunningham 2010] J.C. Cunningham, D. Windstead et A. Zavaliangos. *Understanding variation in roller compaction through finite element-based process modelling*. Computers and Chemical Engineering, vol. 34, pages 1058–1071, 2010.

[Dafalias 1986] Y. Dafalias. *Bounding Surface Plasticity. I : Mathematical Foundation and Hypoplasticity*. Journal of Engineering Mechanics, vol. 112, no. 9, pages 966–987, 1986.

[Das 2011] A. Das, G.D. Nguyen et I. Einav. *Compaction bands due to grain crushing in porous rocks : a theoretical approach based on breakage mechanics*. Journal of Geophysical Research - Solid Earth, vol. 116, 2011.

[de Souza 2008] V.C.G. de Souza, J.C. Koppe, J.F.C.L. Costa, A.L.M. Vargas, E. Blando et R. Hubler. *The influence of mineralogical, chemical and physical properties on grindability of commercial clinkers with high MgO level*. Cement and Concrete Research, vol. 38, no. 8-9, pages 1119 – 1125, 2008.

[Dec 2003] R.T. Dec, A. Zavaliangos et J.C. Cunningham. *Comparison of various modeling methods for analysis of powder compaction in roller press*. Powder Technology, vol. 130, pages 265–271, 2003.

[Di Maggio 1971] F.L. Di Maggio et I.S. Sandler. *Material model for granular soils*. Journal of the Engineering Mechanics Division, vol. 97, no. 3, pages 935–950, 1971.

[Dormieux 2006] L. Dormieux, D. Kondo et J.F. Ulm. *Microporomechanics*. Wiley, 2006.

[Dormieux 2007] L. Dormieux, J. Sanahuja et Y. Maalej. *Résistance d'un polycristal avec interfaces granulaires imparfaites*. Compte Rendus Mécaniques, vol. 2007, pages 25–31, 2007.

[Dormieux 2010] L. Dormieux, L. Jeannin, E. Bemer, T.H. Le et J. Sanahuja. *Micromechanical models of the strength of a sandstone*. Journal for numerical and analytical methods in geomechanics, vol. 34, no. 3, pages 249–271, 2010.

[Dronsart 1997] F. Dronsart. *Compréhension et évaluation du comportement des matériaux granulaires lors du broyage par compression, application au cas du broyage par multicompression*. PhD thesis, Université des sciences et techniques de Lille, 1997.

[Drucker 1952] D.C. Drucker et W. Prager. *Soil mechanics and plastic analysis for limit design*. Quaterly of applied mathematics, vol. 10, no. 2, pages 157–165, 1952.

[Dullien 1992] F.A.L. Dullien. *Porous media fluid transport and pore structure*. Academic Press, 1992.

[Einav 2007] I. Einav. *Brekage mechanics - Part I : Theory*. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, vol. 55, pages 1274–1297, 2007.

[Epstein 1947] B. Epstein. *The mathematical description of certain breakage mechanisms leading to the logarithmico-normal distribution*. Journal of the Franklin Institute, vol. 244, pages 471–476, 1947.

[Eshelby 1957] J.D. Eshelby. *The determination of the elastic field of an pllipsoidal inclusion, and related problems*. Proceedings of the Royal Society - A, vol. 20, pages 376–396, 1957.

[Evans 1970] P.E. Evans. *Maximum powder rolling speed : theorical and experimental*. In H. Hausner, editeur, Modern developments in powder matallurgy, vol.4. Plenum Press, 1970.

[Fleck 1995] N.A. Fleck. *On the colod compaction of powders*. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, vol. 43, pages 1409–1431, 1995.

[Fok 2001] S.L. Fok, B.C. Mitchell, J. Smart et B.J. Marsden. *A numerical study on the application of the Weibull theory to brittle materials*. Engineering Fracture Mechanics, vol. 68, no. 10, pages 1171 – 1179, 2001.

[Forgeron 1981] T. Forgeron. *Application de la mécanique de la rupture à l'étude de l'énergie de fragmentation des clinkers*. PhD thesis, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, 1981.

[Fuerstenau 1996] D.W. Fuerstenau, O. Gutsche et P.C. Kapur. *Confined particle bed comminution under compressive loads*. International Journal of Mineral Processing, vol. 44-45, no. 0, pages 521 – 537, 1996.

[Fuerstenau 2002] D.W. Fuerstenau et A.-Z.M. Abouzeid. *The energy efficiency of ball milling in comminution*. International Journal of Mineral Processing, vol. 67, no. 1 - 4, pages 161 – 185, 2002.

[Fuerstenau 2007] D.W. Fuerstenau et A.-Z.M. Abouzeid. *The performance of the high pressure roll mill : effect of feed moisture*. International Journal of Mineral Processing, vol. 82, no. 4, 2007.

[Gilabert 2008] F. A. Gilabert, J.-N. Roux et A. Castellanos. *Computer simulation of model cohesive powders : Plastic consolidation, structural changes, and elasticity under isotropic loads*. Physical Review E, vol. 78, no. 1, page 031305, 2008.

[Goddard 2010] J. D. Goddard, J.T. Jenkins et Giovine P. *Volume 1227 of AIP Conference Proceedings*. IUTAM-ISIMM symposium of mathematical and physical instances of granular flow, 2010.

[Guimaraes 2007] M.S. Guimaraes, J.R. Valdes, A.M. Palomino et J.C. Santamarina. *Aggregate production : Fines generation during rock crushing*. International Journal of Mineral Processing, vol. 81, no. 4, pages 237–247, 2007.

[Gutsche 1999] O. Gutsche et D.W. Fuerstenau. *Fracture kinetics of particle bed comminution - ramifications for fine production and mill optimization*. Powder Technology, vol. 105, pages 113–118, 1999.

[Hashim 2004] S.F.S. Hashim. *Mathematical modelling of the two compartment mil and classification*. PhD thesis, Queensland University, 2004.

[Hashin 1991] Z. Hashin. *The spherical inclusion with imperfect interface*. Journal of Applied Mechanics, vol. 58, pages 444–449, 1991.

[He 2009] Z. He, L. Dormieux, E. Lemarchand et Kondo D. *A poroelastic model for the effective behavior of granular materials with interface effect*. European Journal of Mechanics A/Solids, vol. 28, pages 647–653, 2009.

[Heckel 1961] R.W. Heckel. *Density-pressure relationships in powder compaction*. Transactions of the Metallurgical Society of AIME, pages 661–675, 1961.

[Henderson 2001] R.J. Henderson, Chandler H.W., A.R. Akisanya, C.MC Chandler et S.A. Nixon. *Micromechanical modelling of powder compaction*. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, vol. 49, pages 739–759, 2001.

[Hill 1965] R. Hill. *a self-consistent mechanics of composite materials*. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, vol. 13, pages 213–222, 1965.

[Hiramitsu 1966] Y. Hiramitsu et Y. Oka. *Determination of the tensile strength of rock by a compression test of an irregular test piece*. International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences, vol. 3, pages 89–99, 1966.

[Hœk 1980] E. Hœk et E.T. Brown. *Empirical strength criterion for rock masses*. Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering, vol. 106, pages 1013–1025, 1980.

[Hosten 2009] C. Hosten et H. Cimilli. *The effects of feed size distribution on confined-bed comminution of quartz and calcite in piston-die press*. International Journal of Mineral Processing, vol. 91, no. 3-4, 2009.

[Hosten 2012] C. Hosten et B. Fidan. *An industrial comparative study of cement clinker grinding systems regarding the specific energy consumption and cement properties*. Powder Technology, vol. 221, no. 0, pages 183 – 188, 2012.

[Hsu 2010] S.-H. Hsu, G.V. Reklaitis et V. Venkatasubramanian. *Modeling and control of roller compaction for pharmaceutical manufacturing. Part I : process dynamics and control framework*. Journal of Pharmaceutical Innovation, vol. 5, pages 14–23, 2010.

[Hu 2000] P.-H. Hu et K.F. Ehmann. *A dynamic model of the rolling process. Part I : homogeneous model*. International Journal of Machine Tools and Manufacture, vol. 40, pages 1–19, 2000.

[Hukki 1961] R.T. Hukki. *Proposal for a solomonic settlement between the theories of von Rittinger, Kick, and Bond*, 1961.

[Jansen 2000] U. Jansen et D. Stoyan. *On the validity of Weibull failure model for brittle materials*. Granular Matter, vol. 2, pages 165–170, 2000.

[Jenike 1959] A.W. Jenike et R.T. Shield. *On the plastic flow of Coulomb solids beyond original failure*. Journal of Applied Mechanics, vol. 26, pages 599–602, 1959.

[Jenike 1960] A.W. Jenike, P.J. Elsey et R.H. Woolley. *Flow properties of bulk solids*. ASTM proceedings, vol. 60, pages 1168–1181, 1960.

[Johanson 1965] J.R. Johanson. *A rolling theory for granular solids*. ASME Journal of Applied Mechanics, vol. 32, pages 842–849, 1965.

[Johanson 1971a] J.R. Johanson. *Modeling flow of bulk solids*. Powder Technology, vol. 5, pages 93–99, 1971.

[Johanson 1971b] J.R. Johanson et A.W. Jenike. *The effect of gaseous phase on pressures in cylindrical silo*. Powder Technology, vol. 5, pages 133–145, 1971.

[Johanson 1989] J.R. Johanson et B.D. Cox. *Fluid entrainment effects in roller compaction*. Powder Handling and Processing, vol. 1, pages 183–185, 1989.

[J.R. Valdes 2012] J.R. J.R. Valdes, F.L. F.L. Fernandes et I. I. Einav. *Periodic propagation of localized compaction in a brittle granular material*. Granular Matter, vol. 14, pages 71–76, 2012.

[Kapur 1971] P.C. Kapur. *Self-preserving size spectra of comminuted particles*. Chemical Engineering Science, vol. 27, pages 425–431, 1971.

[Katashinskii 1986] V.P. Katashinskii. *Analytical determination of specific pressure during the rolling of metal powders (en russe)*. Soviet Powder Metallurgy and Metal Ceramics, vol. 10, pages 765–772, 1986.

[Kendall 1978] K. Kendall. *The impossibility of comminuting small particles by compression*. Nature, vol. 272, pages 170–171, 1978.

[Khanal 2007] M. Khanal, W. Schubert et J. Tomas. *Discrete element method simulation of bed comminution*. Minerals Engineering, vol. 20, no. 2, pages 179 – 187, 2007.

[Kick 1885] F. Kick. *Das Gesetz der proportionalen Widerstande und seine anwendung felix*. Leipzig, 1885.

[Kowatra 1997] S.K. Kowatra. *Comminution Practices*. Society for Mining Mettalurgy and Exploration, 1997.

[Kowatra 2004] S.K. Kowatra. *Advances in Comminution*. Society for Mining Mettalurgy and Exploration, 2004.

[Kozeny 1927] J. Kozeny. *Ueber kapillare Leitung des Wassers im Boden*. Sitzungberichte der Akademie der Wissenchaften, Wien, vol. 136, pages 271–306, 1927.

[Kreher 1990] W. Kreher. *Residual stresses and stored elastic energy of composites and polycrystals*. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, vol. 38, pages 115 – 128, 1990.

[Kröner 1978] E. Kröner. *Self-consistent scheme and graded disorder in polycrystal elasticity*. Journal of Physics F - Metal Physics, vol. 22, pages 2261–2267, 1978.

[Kschinka 1986] B.A Kschinka, S. Perrella, H. Nguyen et R.C. Bradt. *Strengths of Glass Spheres in Compression*. Journal of the American Ceramic Society, vol. 69, no. 6, pages 467–472, 1986.

[Kuhn 2006] M. R. Kuhn et C. S. Chang. *Stability, Bifurcation and Softening in Discrete Systems : A Conceptual Approach for Granular Materials*. International Journal of Solids and Structures, vol. 43, pages 6026–6051, 2006.

[Liu 1996] J. Liu et K. Schönert. *Modelling of interparticle breakage*. International Journal of Mineral Processing, vol. 44-45, no. 0, pages 101 – 115, 1996.

[Liu 2005] H.Y. Liu, S.Q. Kou et P.-A. Lindqvist. *Numerical studies on the inter-particle breakage of a confined particle assembly in rock crushing*. Mechanics of Materials, vol. 37, no. 9, pages 935 – 954, 2005.

[Love 1920] A.E.H. Love. *A treatise of the mathematical theory of elasticity*. University Press, 1920.

[Maalej 2009] Y. Maalej, L. Dormieux et J. Sanahuja. *Micromechanical approach to the failure criterion of granular media*. European Journal of Mechanics A/Solids, vol. 28, pages 647–653, 2009.

[Makse 2000] H.A. Makse, D.L. Johnson et L.M. Schwartz. *Packing of compressible granular materials*. Physical Review Letters, vol. 84, no. 18, pages 4160–4163, 2000.

[Margolin 1984] L.G. Margolin. *A generalized Griffith criterion for crack propagation*. Engineering Fracture Mechanics, vol. 19, pages 539 – 543, 1984.

[Marketos 2009] G. Marketos et M.D. Bolton. *Compaction bands simulated in Discrete Element Models*. Journal of Structural Geology, vol. 31, pages 479–490, 2009.

[McDowell 1996] G.R. McDowell, M.D. Bolton et D. Robertson. *The fractal crushing of granular materials*. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, vol. 44, pages 2079–2102, 1996.

[McDowell 1998] G.R. McDowell et M.D. Bolton. *On the micromechanics of crushable aggregates*. Géotechnique, vol. 48, pages 667–679, 1998.

[Meier 2008] M. Meier, E. John, D. Wieckhusen, W. Wirth et W. Peukert. *Characterization of the grinding behaviour in a single particle impact device : Studies on pharmaceutical powders*. European Journal of Pharmaceutical Sciences, vol. 34, no. 1, pages 45 – 55, 2008.

[Merkus 2009] H.G. Merkus. *Particle size measurments. Fundamentals, practice, quality*. Springer, 2009.

[Michrafy 2002] A. Michrafy, D. Rigenbacher et P. Tchoreloff. *Modelling the compaction behaviour of powders : application to pharmaceutical powders*. Powder Technology, vol. 127, pages 257 – 266, 2002.

[Michrafy 2011a] A. Michrafy, H. Diarra, J.A. Dodds et M. Michrafy. *Experimental and numerical analyses of homogeneity over strip width in compaction*. Powder Technology, vol. 206, pages 154–160, 2011.

[Michrafy 2011b] A. Michrafy, H. Diarra, J.A. Dodds, M. Michrafy et L. Penazzi. *Analysis of stress strain rate in roller compaction process*. Powder Technology, vol. 208, pages 417 – 422, 2011.

[Muliadi 2012] A.R. Muliadi, J.D. Lister et C.R. Wassgren. *Modeling the powder roll compaction process : Comparison of 2-D finite element method and the rolling theory for granular solids (Johanson's model)*. Powder Technology, vol. 221, pages 90–100, 2012.

[Murfitt 1980] P.G. Murfitt et P.L. Bransby. *Desaeration of powders in hoppers*. Powder Technology, vol. 27, pages 149–162, 1980.

[Musa 2009] F. Musa et R. Morrison. *A more sustainable approach to assessing comminution efficiency*. Minerals Engineering, vol. 22, no. 7-8, pages 593 – 601, 2009.

[Nakagawa 2009] M. Nakagawa et S. Luding. *Volume 1145 of AIP Conference Proceedings*. Powder and Grains 2009, 2009.

[Nguyen 2009] G. Nguyen et I. Einav. *The Energetics of Cataclasis Based on Breakage Mechanics*. Pure and Applied Geophysics, vol. 166, pages 1693–1724, 2009.

[Oda 1993] M. Oda. *Inherent and induced anisotropy in plasticity theory of granular soils*. Mechanics of Materials, vol. 16, no. 1 - 2, pages 35 – 45, 1993.

[Oettel 2001] W. Oettel, A.-Q. Nguyen, K. Husemann et C. Bernhardt. *Comminution in confined particle beds by single compressive load*. International Journal of Mineral Processing, vol. 63, no. 1, 2001.

[Opoczky 2004] L. Opoczky et V. Gavel. *Effect of certain trace elements on the grindability of cement clinkers in the connection with the use of wastes*. International Journal of Mineral Processing, vol. 74, Supplement, no. 0, pages S129 – S136, 2004.

[O'Sullivan 2011] C. O'Sullivan. *Particulate Discrete Element modeling, a Geomechanics perspective, Vol. of Applied Geotechnics*. Spon Press, 2011.

[Owen 1998] D.R.J. Owen, E.A. de Souza Neto, S.Y. Zhao, D. Peric et J.G. Loughran. *Finite element simulation of the rolling and extrusion of multiphase materials. Application to the rolling of prepared sugar cane*. Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering, vol. 151, pages 479–495, 1998.

[Parrinello 1981] M. Parrinello et A. Rahman. *Polymorphic transitions in single cystals : A new molecular dynamics method*. Journal of Applied Physics, vol. 52, pages 7182–7190, 1981.

[Patel 2007] M.J. Patel, S. Blackburn et D.I. Wilson. *Modelling of paste flows subject to liquid phase migration*. International Journal of Numerical Methods in Engineering, vol. 72, pages 1157–1180, 2007.

[Peter 2010] S. Peter, R.F. Lammens et K.-J. Steffens. *Roller compaction/Dry granulation : Use of the thin layer model for predicting densities and forces during roller compaction*. Powder Technology, vol. 199, pages 165–175, 2010.

[Potapov 2000] A. V. Potapov et C. S. Campbell. *The breakage induced by a single grinding ball dropped onto a randomly packed particle bed*. Powder Technology, vol. 107, no. 1-2, pages 108 – 117, 2000.

[Potapov 2001] A. V. Potapov et C. S. Campbell. *Parametric dependence of particle breakage mechanisms*. Powder Technology, vol. 120, no. 3, pages 164 – 174, 2001.

[Pourghahramani 2007] P. Pourghahramani et E. Forssberg. *The characterization of structural changes in hematite ground in a confined particle bed using Rietveld analysis*. International Journal of Mineral Processing, vol. 83, no. 1-2, pages 47–59, 2007.

[Quist 2010] J. Quist et C.M. Evertsson. *Simulating Capacity and Breakage in Cone Crushers Using DEM*. proceedings of 7th International Comminution Symposium (Comminution 2010), vol. Cape Town, South Africa, pages 13–16 april 2010, 2010.

[Radjai 1996] F. Radjai, M. Jean, J.-J.Moreau et S. Roux. *Force Distributions in Dense Two-Dimensional Granular Systems*. Physical Review Letters, vol. 77, pages 274–277, 1996.

[Radjai 1998] F. Radjai, D.E. Wolf, M. Jean et J.-J.Moreau. *Bimodal character of stress transmission in granular packings*. Physical Review Letters, vol. 80, pages 61–64, 1998.

[Radjai 2002] F. Radjai et S. Roux. *Turbulent like Fluctuations in quasistatic flow of granular media*. Physical Review Letters, vol. 89, no. 6, page 064302, 2002.

[Radjai 2011] F. Radjai et F. Dubois, editeurs. *Discrete-element Modeling of Granular Materials*. ISTE-Wiley, 2011.

[Rhee 2001] Y.-W. Rhee, H.-W. Kim, Y. Deng et B.R. Lawn. *Brittle Fracture versus Quasi Plasticity in Ceramics : A Simple Predictive Index*. Journal of the American Ceramic Society, vol. 84, no. 3, pages 561–565, 2001.

[Rittinger 1867] R.P. Rittinger. *Lehrbuch der Aufbereintungskunde*. Ernst and Korn,Berlin, 1867.

[Roux 2002] J.-N. Roux et G. Combe. *Quasistatic rheology and the origins of strain*. Comptes Rendus de l'Académie des Sciences (Physique), vol. 3, pages 131–140, 2002.

[Roux 2007] J.-N. Roux, F. Chevoir et Toussaint F. *Etats de compacité maximale pour les mélanges binaires de grains sphériques : étude par simulation numérique*. Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées), vol. 268–269, pages 141–152, 2007.

[Russell 2009] A.R. Russell, D. Muir Wood et M. Kikumoto. *Crushing particles in idealised granular assemblies*. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, vol. 57, pages 1293–1313, 2009.

[Salencon 2002] J. Salencon. *De l'elastoplasticité au calcul à la rupture*. Editions Ecole Polytechnique, 2002.

[Sammis 1984] C.G. Sammis, R.H. Osborne, J.L. Anderson, M. Banerdt et P. White. *Self similar cataclasis in the formation of fault gouge*. Pure and Applied Geophysics, vol. 124, 1984.

[Sanahuja 2005] J. Sanahuja et L. Dormieux. *Résistance d'un milieux poreux à phase solide hétérogène*. Compte rendus Mécanique, vol. 333, pages 818–823, 2005.

[Schnatz 1995] R. Schnatz, H.G. Ellerbrock et S. Sprung. *Influencing the workability characteristics of cement during finish grinding with high-pressure grinding rolls*. Zement-Kalk-Gips International, vol. 48, no. 5, pages 264–273, 1995.

[Schönert 1988] K. Schönert. *A first survey of grinding with high-compression roller mills*. International Journal of Mineral Processing, vol. 22, no. 1-4, pages 401 – 412, 1988.

[Schönert 1996] K. Schönert. *The influence of particle bed configurations and confinements on particle breakage*. International Journal of Mineral Processing, vol. 44-45, no. 0, pages 1 – 16, 1996.

[Schönert 2002] K. Schönert et U. Sander. *Shear stresses and material slip in high pressure roller mills*. Powder Technology, vol. 122, no. 2-3, pages 136–144, 2002.

[Schofield 1968] A. Schofield et P. Wroth. *Critical state soils mechanic*. McGraw-Hill, 1968.

[Schwechten 1990] D. Schwechten et G.H. Milburn. *Experiences in dry grinding with high compression roller mills for end product quality below 20 microns*. Minerals Engineering, vol. 3, pages 23 – 34, 1990.

[Seyedi Hosseininia 2006] E. Seyedi Hosseininia et A.A. Mirghasemi. *Numerical simulation of breakage of two-dimensional polygon-shaped particles using discrete element method*. Powder Technology, vol. 166, no. 2, pages 100 – 112, 2006.

[Seyedi Hosseininia 2007] E. Seyedi Hosseininia et A.A. Mirghasemi. *Effect of particle breakage on the behavior of simulated angular particle assemblies*. China Particuology, vol. 5, no. 5, pages 328 – 336, 2007.

[Silbert 2002] L.E. Silbert, G.S. Grest et J.W. Landry. *Statistics of the contact network in frictionless and frictional granular packings*. Physical Review E, vol. 66, no. 36, page 061303, 2002.

[Simon 2000] O. Simon. *Etude expérimentale de l'interaction alimentation-compaction dans une presse à rouleaux lisses alimentée par une vis horizontale*. PhD thesis, Université Technique de Compiègne, 2000.

[SIMULIA 2010] SIMULIA. *Abaqus 6.10 online documentation*. http://abaqus.civil.uwa.edu.au:2080/v6.10/, 2010. [accès le 10/01/2013].

[Skrzypczak 2009a] M. Skrzypczak. *Compréhension des mécanismes physico-chimiques intervenant lors du broyage à sec du carbonate de calcium en présence d'agents de broyage*. PhD thesis, Ecole Centrale de Lyon, 2009.

[Skrzypczak 2009b] M. Skrzypczak, C. Guerret-Piecourt, S. Bec, J.-L. Loubet et O. Guerret. *Use of a nanoindentation fatigue test to characterize the ductile/brittle transition*. Journal of the European Ceramic Society, vol. 29, no. 6, pages 1021 – 1028, 2009.

[Sonnergaard 1999] J.M. Sonnergaard. *A critical evaluation of the Heckel equation*. International Journal of Pharmaceutics, vol. 193, pages 63–71, 1999.

[Storåkers 1999] B. Storåkers, N.A. Fleck et R.M. McMeeking. *The viscoplastic compaction of composite powders*. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, vol. 47, pages 785–815, 1999.

[Suiker 2004] A. S. J. Suiker et N. A. Fleck. *Frictional collapse of granular assemblies*. ASME Journal of Applied Mechanics, vol. 71, pages 350–358, 2004.

[Suquet 1997] P. Suquet. *Effective behavior of non-linear composite*. In P. Suquet, editeur, Continuum micromechanics. Springer, 1997.

[Tavares 1981] L.M. Tavares. *Microscale investigation of particle breakage applied to the study of thermal and mechanical pre-damage*. PhD thesis, University of Utah, 1981.

[Tavares 1998] L.M Tavares et R.P King. *Single-particle fracture under impact loading*. International Journal of Mineral Processing, vol. 54, no. 1, pages 1 – 28, 1998.

[Tavares 2006] L.M. Tavares et M.C. Cerqueira. *Statistical analysis of impact-fracture characteristics and microstructure of industrial Portland cement clinkers*. Cement and Concrete Research, vol. 36, no. 3, pages 409 – 415, 2006.

[Tavares 2009] L.M. Tavares, M.C. Cerqueira et J.J. Iess. *Analysis of the grinding behaviour of various Portland cement clinkers*. ZKG, vol. 62, no. 4, 2009.

[Taylor 1997] H.F.W. Taylor. *Cement CHemistry, 2nd edition*. Thomas Telford Publishing, 1997.

[Thornton 2000] C. Thornton. *Numerical simulations of deviatoric shear deformation of granular media*. Géotechnique, vol. 50, pages 43–53, 2000.

[Tokyay 1999] M. Tokyay. *Effect of chemical composition of clinker on grinding energy requirement*. Cement and Concrete Research, vol. 29, no. 4, pages 531 – 535, 1999.

[Toneva 2007] P. Toneva et W. Peukert. *A general approach for the characterization of fragmentation problems*. Advanced Powder Technology, vol. 18, no. 1, pages 39 – 51, 2007.

[Tsoungui 1998] O. Tsoungui. *Modélisation numérique et expérimentale du broyage des grains en compression*. PhD thesis, Université Paris XI, 1998.

[Tsoungui 1999a] O. Tsoungui, D. Vallet et J.-C. Charmet. *Numerical model of crushing of grains inside two-dimensional granular materials*. Powder Technology, vol. 105, no. 1-3, pages 190 – 198, 1999.

[Tsoungui 1999b] O. Tsoungui, D. Vallet, J.-C. Charmet et S. Roux. *Size effects in single grain fragmentation*. Granular Matter, vol. 2, pages 19–27, 1999.

[Vallet 1995] D. Vallet. *Etude expérimentale de la fragmentation du clinker de ciment : grain unique et empilement*. PhD thesis, Université Paris VI, 1995.

[Vardoulakis 1995] I. Vardoulakis et J. Sulem. *Bifurcation Analysis in Geomechanics*. Blackie Academic and professional, 1995.

[Velez 2001] K. Velez, S. Maximilien, D. Damidot, G. Fantozzi et F. Sorrentino. *Determination by nanoindentation of elastic modulus and hardness of pure constituents of Portland cement clinker*. Cement and Concrete Research, vol. 31, no. 4, pages 555 – 561, 2001.

[Vogel 2002] L. Vogel et W. Peukert. *Characterisation of Grinding-Relevant Particle Properties by Inverting a Population Balance Model*. Particle and Particle Systems Characterization, vol. 19, no. 3, pages 149–157, 2002.

[Walker 1923] E.E. Walker. *The properties of powders. Part VI. The compressibility of powders*. Transactions of the Faraday Society, vol. 19, pages 73–82, 1923.

[Wang 2003] Y. Wang et E. Forrsberg. *International overview and outlook on comminution technologies*. In rapport de la Lulea Tekniska Universitet, 2003.

[Weibull 1949] W. Weibull. *A statistical representation of fatigue failure in solids*. Transactions of the royal institute of Tehcnology,Stockholm, Sweden, no. 27, 1949.

[Weichert 1992] R. Weichert. *Anwendung von Fehlstellenstatistik und Bruchmechanik zur Beschreibung von Zerkleinerungsvorgangen*. ZKG, vol. 45, no. 1-8, 1992.

[Whiten 1974] W.J. Whiten. *A matrix theory of comminution machines*. Chemical Engineering Science, vol. 29, pages 589–599, 1974.

[Zaoui 1997] A. Zaoui. *Structural morphology and constitutive behavior of microheterogenous materials*. In P. Suquet, editeur, Continuum micromechanics. Springer, 1997.

[Zaoui 2000] A. Zaoui. *Matériaux hétérogènes et composites*. Ecole Polytechnique, 2000.

[Zaoui 2002] A. Zaoui. *Continuum micromechanics : survey*. Journal of Engineering Mechanics, vol. 128, pages 808–816, 2002.

[Zhu 2008] Q. Zhu, D. Kondo et Pensee V. Shao J. *Micromechanichal modelling of anisotropic damage in brittle rocks and application*. International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences, vol. 45, pages 467–477, 2008.

[Zuo 2005] Q.H. Zuo et J.K. Dienes. *On the stability of penny-shaped cracks with friction : the five types of brittle behavior*. International Journal of Solids and Structures, vol. 42, pages 1309 – 1326, 2005.