

SUJET DE THESE

Année 2017/2018

www.lemta.fr

TITRE : Compactage et vieillissement des poudres : influence de la formulation

ENCADREMENT : Possibilité de thèse en cotutelle Université de Lorraine – Université de Liège

Université de Lorraine :

Prénom, Nom : Claire GAIANI (directrice de thèse) LIBio

Email et téléphone : claire.gaiani@univ-lorraine.fr, +33(0)3 83 59 60 73

Adresse Postale : LIBio - ENSEM – 2, avenue de la Forêt de Haye - TSA 60604 - 54518
VANDOEUVRE-LES-NANCY CEDEX

Prénom, Nom : Mathieu JENNY (co-directeur de thèse) LEMTA

Email et téléphone : mathieu.jenny@univ-lorraine.fr +33(0)3 83 59 57 12

Adresse Postale : LEMTA- ENSEM – 2, avenue de la Forêt de Haye - TSA 60604 - 54518
VANDOEUVRE-LES-NANCY CEDEX

Université de Liège

Prénom, Nom : Nicolas VANDEWALLE

Email et téléphone : nicolas.vandewalle@mv.uni-kl.de, +33(0)3 83 59 56 25

Adresse Postale : University of LIEGE, GRASP.

Lien de la page web professionnelle personnelle :

<http://www.grasp.ulg.ac.be/nvdw/NVdw/Home.html>

NATURE DU TRAVAIL (*Expérimental, modélisation, numérique*) :

Expérimental, modélisation

RESUME (*300 à 400 caractères, espaces compris*) :

Comprendre le lien entre l'organisation microscopique et les mécanismes de compactage de poudres est une avancée majeure pour établir des critères d'optimisation de leurs propriétés de stockage et de mise en forme. Le travail proposé consiste à étudier expérimentalement l'influence de la formulation des poudres (taille des particules, propriétés micromécaniques, granulométrie, composition de surface, cohésion) sur leur rhéologie et leurs propriétés de compactage par compression. Les données expérimentales seront confrontées et complétées par des simulations numériques issues de modèles développés par les universités partenaires. L'objectif final de ce travail sera de dimensionner l'unité de mise en forme du démonstrateur qui sera mise en place dans le cadre du projet « PowderReg » et de modéliser les mécanismes physiques qui interviennent lors du compactage de poudres.

COLLABORATIONS (*internationales en particulier*) :

Locales :

S. Kiesgen de Richter (LEMTA), P. Marchal, V. Falk (LRGP, Nancy)

J. Scher, J. Petit (LIBio, Nancy)

Internationales :

B. Peters (Université du Luxembourg)

C. Wagner (Experimentalphysik-AG Wagner, Professeur, Sarrebruck)

N. Vandewalle (Université de Liège)

S. Antonyuk (Université de Kaiserslautern)

SUJET DE RECHERCHE (1/2 page environ)

Contexte

Le projet « PowderReg » est un nouveau projet européen InterregVA porté par l'Université de Lorraine et qui s'inscrit dans la politique de coopération et de développement territoriale de la grande région visant à stimuler les collaborations transfrontalières en matière de recherche. Ce projet qui porte sur « le transport, le stockage et la mise en forme de poudres d'intérêt industriel » a pour objectif principal l'implémentation d'un équipement expérimental (démonstrateur) et le développement d'outils de simulation numériques au service des universités et des industries de la Grande Région présentes sur cette filière bien spécifique des poudres. Ce projet s'appuie sur les compétences de laboratoires partenaires de cinq universités de la grande région (Université de Lorraine, Université du Luxembourg, Université de la Sarre, Université de Kaiserslautern, Université de Liège), toutes reconnues internationalement et spécialisées dans le domaine. Deux industriels (NovaCarb, Granutools) de la Grande Région participent également au projet. Le consortium souhaite mettre en commun ses compétences pour proposer des pistes d'optimisation des procédés industriels qui mettent en œuvre ces matériaux. Les industries concernées (agroalimentaire, chimie, pharmaceutique, construction...) sont très bien représentées dans la Grande Région et sont à la recherche d'outils issus de la recherche fondamentale leur permettant d'accroître leur capacité d'innovation, leurs procédés de production et la qualité de leurs produits (acier, céramiques, plastiques, médicaments...).

Dans ce contexte, le projet PowderReg souhaite recruter un doctorant pour travailler sur les propriétés de compactage et de vieillissement de poudres d'intérêt industriel. La nécessité de compacter des solides divisés se révèle importante dans de nombreux domaines industriels qui font intervenir des matériaux allant de la poudre fine aux sols rocaillieux. On peut citer par exemple la compaction de poudres métalliques pour la fabrication de pièces de précision par frittage, de poudres pharmaceutiques pour la mise en forme de médicaments ou encore de poudres céramiques pour certains ustensiles de cuisine. Il existe plusieurs façons de compacter une poudre, on peut citer la compression directe par application d'une force externe (utilisée pour la mise en forme des médicaments par exemple) ou encore la compaction par vibration (utilisée pour le remplissage de sable dans les récipients contenant des éléments fusibles) qui est une compaction plus douce et progressive. Dans tous les cas, l'objectif est d'obtenir de façon reproductible des poudres compactées avec des caractéristiques précises. Les industriels sont à la recherche d'un gain de volume et d'une solidité suffisante du lit de poudre avec des propriétés d'usage contrôlées (tenue mécanique, vitesse de dissolution...). Par contre, dans la plupart des cas, l'état final de la poudre compactée dépend fortement de la formulation de la poudre, de l'histoire de la poudre sur la chaîne de mise en œuvre et du procédé de compression utilisé. Le consortium PowderReg souhaite mettre en place un démonstrateur afin d'étudier l'influence de ces différents facteurs sur le procédé de compactage direct de poudres d'intérêt industriel.

Programme de travail

Le candidat étudiera l'influence de la composition de poudres d'intérêt industriel (paramètres micromécaniques, distribution de taille et de forme des particules, rugosité et composition chimique de la surface) et des conditions expérimentales (humidité, température, géométrie, vibrations) sur les propriétés de compactage par compression (efficacité, homogénéité) mais aussi sur les caractéristiques du compact obtenu (porosité, homogénéité, dureté, friabilité). L'étude se fera sur des poudres modèles (de type billes de verre) mais aussi sur des poudres d'intérêt industriel tels que des poudres de cellulose ou de lactose soumises à de la compression directe (matrice + poinçon). L'influence de la formulation sur les relations entre les paramètres opératoires du procédé et les propriétés d'usage des comprimés seront étudiées. On cherchera à relier l'évolution des propriétés mécaniques de l'empilement (densité, homogénéité, clivage, retour élastique) à la dynamique et à l'organisation à l'échelle des particules au cours du processus de compactage.

La thèse comprendra essentiellement trois volets :

(1) Volet expérimental sur la dynamique des particules lors du compactage direct de poudres modèles cohésives.

L'objectif de cette partie sera de mener des études expérimentales afin de mettre au point l'unité de compaction du démonstrateur expérimental PowderReg, qui aura pour objectif de permettre une classification de la compactibilité des poudres en fonction de leur formulation.

Phase de tassement

Le premier objectif sera d'étudier la phase initiale de tassement qui apparaît au début du processus de compression directe. Durant cette phase, les réorganisations des particules entraînent une diminution du volume de l'empilement sans déformation particulaire. Le travail s'effectuera sur des particules sphériques (billes de verre, polymères) dont on modifiera la cohésion en changeant l'humidité et/ou en ajoutant des liants. On étudiera en particulier l'influence des propriétés micromécaniques des particules (élasticité en particulier) évaluées par des mesures de nanoindentation, de l'état de surface caractérisé par des mesures en microscopie électronique, mais aussi de la polydispersité des tailles de particules.

La première étape sera de mettre en place un dispositif expérimental composé d'une cellule de compactage 2D instrumentée permettant d'extraire la loi d'évolution contrainte/déformation en fonction de la formulation des poudres. Cette loi sera reliée aux propriétés de réorganisation à l'échelle des particules (fréquence des réorganisations, localisation spatiale, hétérogénéités de la dynamique...) et sera mesurée par suivi optique des particules.

Dans une seconde étape, les mesures seront réalisées en 3D en utilisant en particulier des techniques de diffusion de la lumière développées au LEMTA et permettant de sonder la fréquence des événements plastiques (microdéformation) qui interviennent au cours du processus de compactage. Des mesures en microtomographie X rapide pourront être réalisées sur un grand instrument analytique. Elles permettront d'obtenir la dynamique des particules en 3D au cours du compactage avec une résolution de l'ordre du micromètre et des temps d'acquisition de quelques millisecondes.

Phase de déformation

Pour les plus fortes contraintes de compression, les particules peuvent se déformer et se fracturer. Nous analyserons dans la cellule 2D la dynamique de déformation des particules en lien avec la formulation de l'empilement. Nous utiliserons principalement des particules sphériques déformables (élastiques). Nous utiliserons également la microtomographie X pour étudier ce processus en 3D. Le lien entre la dynamique de déformation des particules et les propriétés de l'empilement durant la phase de tassement sera étudié. L'un des objectifs sera de comprendre comment les propriétés micromécaniques et de cohésion des particules influencent cette phase de déformation.

(2) Volet expérimental sur le compactage direct de poudres réelles cohésives.

Les essais de compression directe seront menés essentiellement sur des poudres réelles cohésives (poudres de lactose par exemple) sur une presse uniaxiale instrumentée permettant de mesurer simultanément la force appliquée (jusqu'à 50 kN) ainsi que le déplacement du poinçon donnant ainsi accès au cycle de compression. Il sera ainsi possible d'évaluer l'impact des caractéristiques des matières premières, des conditions d'humidité et de température, du choix des additifs, de leur état physique (amorphe, cristallin) et de leur composition chimique sur les propriétés d'usage des comprimés et en particulier sur le lien entre porosité et résistance mécanique des compacts. Le lien avec les caractéristiques micromécaniques sera également envisagé. Les modèles descriptifs du procédé de compression seront également testés et si possible enrichis par les connaissances acquises par l'étude des phénomènes physiques à l'échelle locale obtenues dans le volet 1.

(3) Volet numérique sur la simulation du processus de compactage

Des simulations numériques de type éléments discrets seront réalisées. Le travail sera effectué dans un premier temps avec des particules modèles sphériques cohésives (volet 1). La cohésion sera modélisée en ajustant les potentiels d'interaction entre particules. Elles permettront d'analyser la structure des clusters qui se forment lorsque la cohésion est augmentée. La formation de ces clusters entraîne l'apparition d'une nouvelle échelle dans le problème qui contrôle la mécanique du compactage en lien avec la réorganisation des particules. Ces résultats seront confrontés aux expériences afin d'identifier et de modéliser les mécanismes physiques qui contrôlent les propriétés de compactage de poudres granulaires cohésives.

Profil du candidat :

- Titulaire d'un master (ou diplôme d'ingénieur) en physique ou mécanique,
- Connaissances en mécanique des fluides,
- Connaissances en rhéologie des fluides complexes,
- Aptitude à travailler sur des projets et avec des équipes pluridisciplinaires,
- Excellente maîtrise de l'anglais (écrit, oral).