

# Rapport Technique

**Stage R&D en analyse de données d'un broyage de billes en voie humide**

LOHIER Michaël  
IFIE 2019

**Du 14 Mai au 31 Août 2018**

**Tuteur en entreprise :** Madame Elodie BAHON

**Tuteur école :** Monsieur DIRION Jean-Louis

**Etablissement de formation :** EMAC (Ecole des mines d'Albi-Carmaux)

**Entreprise d'accueil :** Saint-Gobain CREE, Cavaillon

## Remerciements

Tout d'abord, je tiens à remercier l'entreprise Saint-Gobain CREE<sup>i</sup> et mon école d'ingénieur des mines d'Albi-Carmaux qui m'ont permis de réaliser ce stage d'assistant ingénieur.

Je remercie tout particulièrement Elodie Bahun, ma tutrice entreprise pour son soutien dans ma première véritable expérience du monde professionnel qu'est ce stage de 16 semaines. C'est grâce à son aide que j'ai pu trouver ma place en tant que stagiaire dans un grand groupe international tel que celui de Saint-Gobain.

Je remercie également Jean-Louis Dirion, mon tuteur école, pour son soutien et ses conseils avisés. Nous sommes restés en contact tout au long de mon stage par échange d'emails qui étaient l'occasion pour moi de structurer l'avancement de mon projet.

Enfin, je voudrais faire part de toute ma reconnaissance à l'équipe de ZIRPRO du secteur Billes/Poudres qui ont pris de leur temps pour assurer ma formation en tant que stagiaire. Je pense aux opérateurs m'ont formé sur le broyeur sur lequel je devais réaliser mes tests et qui m'ont ensuite suivi pour mes premiers broyages. Leurs explications étaient claires et pratiques et m'ont permis de comprendre plus facilement le sujet de mon stage. Tout au long de mon stage, je trouvais toujours un membre de l'équipe en mesure d'apporter une réponse aux questions que je me posais.

## Table des matières

Remerciements .....	1
Résumé/Abstract.....	4
Résumé .....	4
Abstract.....	5
Introduction.....	6
I. Présentation de l’environnement de travail.....	7
I.A. Présentation du Groupe Saint-Gobain .....	7
I.B. Présentation du CREE .....	8
I.C. Présentation de Zirpro.....	10
I.C.1. Les billes .....	10
I.C.2. Les poudres .....	11
II. Présentation de ma mission .....	12
II.A. Les objectifs de ma mission : un broyage optimum.....	12
II.A.1. La mission .....	12
II.A.2. Les livrables .....	12
II.B. Analyse du problème.....	13
II.B.1. La situation .....	13
II.B.2. Les contraintes .....	13
II.B.3. Ce vers quoi je souhaitais aller.....	14
III. Méthodologie utilisée pour répondre au problème .....	14
III.A. Théorie du broyage.....	16
III.A.1. Relation propriétés mécaniques – structure du matériau.....	16
III.A.2. Aspect énergétique du broyage .....	17
III.A.3. Modèle de Schwedes et Kwade .....	17
III.B. Impacts des paramètres .....	18
III.B.1. Paramètres du broyeur .....	19
III.B.2. Géométrie du broyeur.....	21
III.C. Présentation du broyeur LME4.....	22
III.D. Réalisation d’un test .....	25
III.E. Choix de l’outil de plans d’expérience.....	30
III.E.1. Les différents types de plans d’expériences .....	30

III.E.2. Usage du type de plan approprié .....	31
III.F. Analyse des résultats .....	34
III.F.1. Analyse pré-expérimentale .....	34
III.F.2. Analyse post-expérimentale .....	38
III.F.3. Discussion sur les résultats.....	40
IV. Interview ingénieur .....	43
IV.A. L'ingénieur R&D, poste essentiel pour l'innovation .....	43
IV.B. Mickaël Boinet, un parcours d'ingénieur R&D .....	43
IV.B.1. Son cursus scolaire .....	43
IV.B.2. Son parcours professionnel.....	43
IV.B.3. Son travail.....	44
IV.B.4. Les avantages et les inconvénients .....	44
IV.B.5. PME ou grand groupe ?.....	45
IV.B.6. Son expérience aux Etats-Unis .....	45
IV.B.7. Les conseils à un futur ingénieur.....	45
IV.C. Ce que je tire de cette interview.....	46
V. Bilan personnel et professionnel .....	46
V.A. Une expérience professionnelle et personnelles enrichissante .....	46
V.A.1. Mon bilan professionnel .....	46
V.A.2. Mon bilan personnel .....	47
V.B. L'évolution de mes aspirations professionnelles .....	48
Conclusion .....	50
Table des illustrations .....	51
Bibliographie .....	52
Annexes .....	53
Glossaire .....	55

## Résumé/Abstract

### Résumé

C'est dans le cadre de mes études d'ingénieur à l'école IMT des Mines d'Albi que j'ai réalisé ce stage de 16 semaines au CREE (Centre de Recherche et d'Étude Européen) de Saint-Gobain à Cavaillon en France. Le CREE est l'un des **8 centres de recherche du groupe** international Saint-Gobain qui cherche à développer les matériaux minéraux, céramiques et réfractaires. Etant que centre de recherche, l'innovation est au **cœur** de la politique de l'entreprise. Des missions d'évolutions de processus, utilisant de nouvelles méthodes d'analyse sont confiées aux stagiaires que le CREE recrute.

C'est dans le cadre de cette politique, que le CREE m'a choisi pour la réalisation d'une mission 15/05/2018 au 31/08/2018. Au cours de ces 16 semaines, je devais optimiser un processus de broyage de billes en voie humide par une méthode d'analyse de données. Cette mission est une approche nouvelle pour le centre de recherche. Jusqu'à ce jour, le paramétrage du broyeur (le choix des billes de broyage, leur taille, le taux de dilution de la matière...) était déterminé de manière empirique. Mon approche d'analyse basée sur de l'optimisation, fruit de mes cours en mathématiques appliquée à des problématiques industrielles, était inédite.

Ce rapport de stage développe une méthode d'optimisation de processus par plan d'expériences. Lorsqu'un processus dépendant de plusieurs paramètres qui peuvent prendre un ensemble fini ou continu de valeurs et s'évalue par un ou plusieurs résultats à optimiser, les plans d'expériences consistent en une liste de certains paramétrages à tester choisie avec soin. A partir des résultats obtenues sur cette liste de tests, on peut prédire le paramétrage qui donner le résultat optimal.

Je développe dans ce stage, la méthodologie complète de ma démarche qui comprend l'utilisation d'un logiciel d'analyse statistique JMP qui aide à la conception et à l'analyse des plans d'expériences.

## Abstract

It was as part of my engineering studies at IMT Mines Albi that I realized this 16-week internship at CREE (Center for Research and European Studies) of Saint-Gobain in Cavaillon, France. The CREE is one of the 8 research centers of the international Saint-Gobain company which seeks to develop mineral materials, ceramics and refractories. As a research center, innovation is at the heart of the company's policy. Missions of process evolutions, using new methods of analysis are entrusted to the trainees that CREE recruits.

It is within the framework of this policy, that the CREE chose me for the realization of a mission from 15/05/2018 to 31/08/2018. During those 16 weeks, I had to optimize a wet-log grinding process using a data analysis method. This mission is a new approach for the research center. To date, the parameters of the grinding machine (the choice of grinding beads, their size, the rate of dilution of the material, etc.) were experimentally determined. My approach of analysis based on optimization, supported by my courses in applied mathematics for industrial issues was brain new.

This internship report develops a method of process optimization by a design of experiments. When a process depends on several parameters that can take a finite or continuous set of values and is evaluated by one or more results to be optimized, the design of experiments consists of a list of certain carefully chosen parameters to be tested. From the results obtained on this list of tests, it is possible to predict the parameterization which gives the optimal result.

I develop in this internship, the complete methodology of my approach which includes the use of a statistical analysis software, JMP which helps for the design and the analysis of the design of experiments.

## Introduction

Ce rapport est un compte-rendu du stage de M1 que j'ai réalisé au centre de recherche d'étude européen (CREE) de Saint-Gobain, localisé à Cavaillon dans le Sud de la France. L'entreprise mène des projets de recherche concernant essentiellement les matériaux minéraux, céramiques et réfractaires. Au sein du CREE, j'ai intégré l'équipe ZirPro. ZirPro est l'un des principaux fabricants mondiaux de billes abrasives, de grenaillage, de poudres d'oxyde de zirconium. Il propose des matériaux à base de zircone<sup>ii</sup> haute performance pour des applications exigeantes à travers le monde.

Fort de son expertise technologique de pointe et de son leadership mondial reconnu, ZirPro innove continuellement pour développer et fournir une gamme complète de matériaux céramiques de haute qualité qui optimisent les performances et améliorent l'efficacité des produits et processus de ses clients.

De plus, il établit des relations fiables et à long terme avec ses clients en leur fournissant un approvisionnement stable et cohérent de billes et de poudres de qualité adaptées à leurs besoins spécifiques. Cette relation client assure une constante innovation visant à optimiser les performances et les processus dans les applications les plus complexes.

C'est dans cette optique d'innovation et d'amélioration du service client que mon stage s'inscrit. En effet, j'ai été affecté au service de broyage de poudre par bille en voie humide. Ma mission de stage consistait à optimiser le processus de broyage par analyse de données. Mon stage s'inscrit dans un projet qui vise à implémenter un système autonome d'optimisation de broyage. En plus de vendre des billes broyées, ZirPro vend aussi des particules à broyer et des billes de broyage. L'équipe compte également, à long terme, fournir au client en plus de ces produits un mode d'emploi du broyage optimal. La mission de mon stage est donc une première ébauche de ce projet qui n'est qu'à son balbutiement.

Ce stage a été pour moi l'occasion de me perfectionner dans l'analyse de données par la méthode des plans d'expériences et de confronter mes connaissances théoriques à un grand groupe comme celui de Saint-Gobain. L'usage pratique de cette théorie des plans d'expériences s'est fait par le logiciel JMP sur lequel je me suis formé durant le stage.

Dans ce rapport, je ferai tout d'abord une présentation du groupe Saint-Gobain et de l'équipe que j'ai intégrée. Je décrirai ensuite la mission que j'ai réalisée au sein du groupe. Enfin, je parlerai de l'interview que j'ai faite à un ingénieur R&D de mon équipe.

## I. Présentation de l'environnement de travail

### I.A. Présentation du Groupe Saint-Gobain

Créé par Colbert en 1665 sous le nom de Compagnie des Glaces, la société s'établit dans la commune de Saint-Gobain dans l'Aisne. Elle repose sur la volonté d'adopter une démarche industrielle de la production du verre. La première mission de la compagnie est alors la réalisation de la Galerie des Glaces du Château de Versailles.

Ancrée dans le domaine du verre dans lequel elle s'internationalise au 19<sup>ème</sup> siècle et en 1970, elle marque un tournant en fusionnant avec Pont-à-Mousson, créé en 1856 en Lorraine et leader mondial du tuyau de fonte. Saint-Gobain devient alors un groupe mondial dans la production de matériaux. La société s'appuie sur cette base pour compléter son offre en acquérant les savoir-faire du domaine de la distribution avec le rachat du groupe Poliet (Lapeyre, K par K, Weber, Point P ...) en 1996 et elle n'aura de cesse dès lors de diversifier et développer ses compétences dans les domaines des matériaux et du vitrage.

Désormais devenu producteur, transformateur et distributeur de matériaux (verre, céramiques, plastiques, fonte...), Saint-Gobain transforme la matière en produits performants au service de notre vie quotidienne. Présent dans 64 pays à travers le monde, Saint-Gobain est l'un des cent premiers groupes industriels mondiaux et emploie aujourd'hui près de 200 000 personnes. Saint-Gobain est leader mondial dans chacun de ses métiers. Saint-Gobain est coté sur les bourses de Paris, Londres, Francfort, Zurich, Bruxelles et Amsterdam.

Le groupe a développé en 2012 un chiffre d'affaires de 43,2 milliards d'Euros pour un résultat net d'un milliard d'euros.

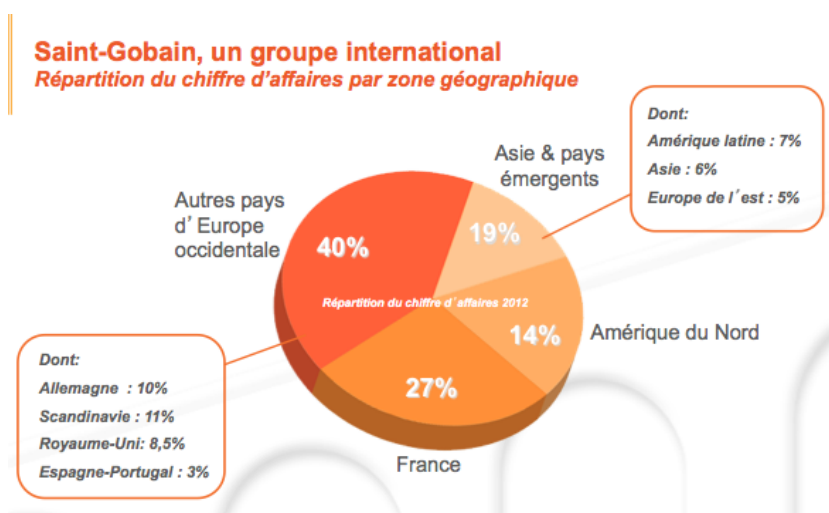


Figure 1: Répartition du chiffre d'affaire par zone géographique



Les métiers de Saint-Gobain sont actuellement répartis en 4 pôles, Matériaux Innovants, Produits pour la construction, Distribution bâtiment et Conditionnement.



Figure 2: Les différents pôles de métiers de Saint-Gobain

Enfin, dans sa quête d'innovation dans ces domaines de prédilection, Saint-Gobain consacre 345 millions d'Euros à la Recherche, a déposé plus de 200 brevets en 2012 et compte plus de 3700 personnes dans ses 7 principaux centres de recherche.

### I.B. Présentation du CREE

Le Centre de Recherches et d'Etudes Européen est l'un des principaux centres de recherches de Saint-Gobain. Il a ouvert ses portes en 2002 et fait partie de la division « Matériaux Hautes performances » au sein du pôle « Matériaux innovants ». Son budget était de 28 M€ en 2013 et compte environ 200 personnes. Il est spécialisé dans les matériaux réfractaires et en particulier les matériaux céramiques.

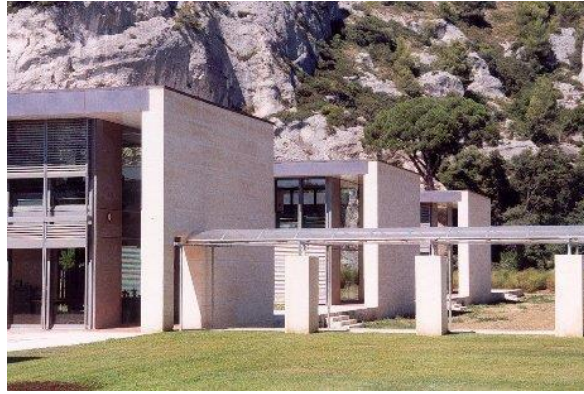


Figure 3: Site de Saint-Gobain CREE

Il détient aujourd’hui 4 compétences clés :

- Hautes températures
- Procédés de transformation des matériaux minéraux
- Procédés de mise en œuvre des poudres chimiques
- Céramiques fonctionnelles

Le CREE compte différentes divisions de R&D qui sont les suivantes :

- Céramiques
- Grains et Poudres
- Céramiques conductrices
- Gypse
- Formula
- Labo Mixte CREE-CNRS

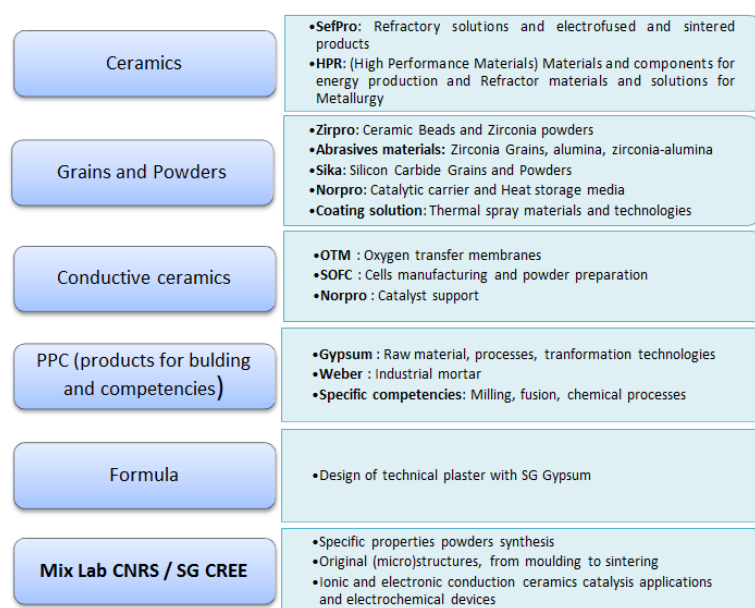


Figure 4 : Les différentes divisions R&amp;D du CREE

De plus, divers laboratoires sont également présents au sein du CREE afin d'accompagner les équipes de R&D :

- Laboratoire Structure
- Laboratoire Chimie
- Laboratoire Essais thermiques
- Laboratoire d'Applications Physique
- Métrologie

Enfin, divers outils et machines sont à disposition des employés tels que des presses, des microduremètres ou bien des microscopes électroniques à balayage.

## I.C. Présentation de Zirpro

Le département Zirpro appartient à la division « Grains et Poudres » et s'organise autour de deux activités principales : les billes et poudres céramiques.

### I.C.1. Les billes

Zirpro produit des billes céramiques destinées aux marchés du microbroyage, de la microdispersion et du grenaillage. Comme le nom « Zirpro » l'indique, les billes sont composées majoritairement de zircone ( $ZrO_2$ ). Ces billes sont produites à la Société Européenne des Produits Réfractaires (SEPR) située près d'Avignon, en Israël et en Chine.

Concernant les billes destinées aux microbroyages et à la microdispersion, Zirpro propose deux types de billes. Le premier type est élaboré à partir de bain fondu. On parle alors de billes électrofondues. Zirpro propose deux gammes de billes de ce type, les « ER120 » et les « Zistar ».

Le deuxième type de billes est obtenu par frittage. Les billes sont alors obtenues par consolidation d'une poudre submicronique. Zirpro propose également deux gammes de billes frittées, les « Zirmil.Y » qui sont composées de Zircone et d'Yttrium et les « Zirmil.Ce » composées de Zircone et de Cérium. Les billes de zircone yttré représentent le haut de gamme en termes de performances.

Toutes ces billes sont disponibles dans un grand éventail de tailles, de 100  $\mu\text{m}$  à 2mm de diamètre.

L'équipe « Zirpro billes R&D » dispose d'un parc varié de broyeurs de laboratoires représentatif des outils industriels utilisés en clientèle, permettant de mener à bien des études de recherches et de développement de produits, de positionner les produits de la concurrence et de valider les modifications de procédés en collaboration avec la production.

### I.C.2. Les poudres

Le département Zirpro produit également des poudres de zircone selon deux types de procédés.

Le premier est un procédé thermique permettant de synthétiser des pigments pour l'industrie des céramiques du bâtiment (carreaux céramiques, sanitaires...). Ces pigments sont caractérisés par leur aptitude à résister aux hautes températures et à donner de fortes intensités colorées.

Le deuxième est un procédé purement chimique qui permet l'obtention d'oxydes de zirconium et de dérivés de zirconium. Ces marchés permettent de s'adresser à des marchés inaccessibles aux produits issus d'une filière thermique (catalyse automobile, verres d'optiques, bijoux ...).

## II. Présentation de ma mission

### II.A. Les objectifs de ma mission : un broyage optimum

#### II.A.1. La mission

Bien qu'en arrivant sur mon lieu de travail le 14 mai et au cours de la semaine suivant mon arrivée, il m'a été expliqué quel serait ma mission au CREE, il a fallu du temps pour que l'appréhende parfaitement et que j'en saisisse les tenants et les aboutissants. Sur ma convention de stage figurait les différentes tâches que j'allais réaliser, mais ce n'est qu'après quelques temps, après avoir discuté avec ma tutrice et avoir participé à des « Points stages »<sup>iii</sup>, que j'ai compris les enjeux de mon stage.

**Ma mission de stage consistait à optimiser le processus de broyage par analyse de données.** Pour ce travail de Data Mining, je devais établir les paramètres de réglage au CREE et donner les correspondances des paramètres sur le grand broyeur de la SEPR<sup>iv</sup>, usine de Saint-Gobain qui travaille en étroite collaboration avec le centre de recherche ont j'étais affecté, afin d'obtenir un broyage optimum.

A l'échelle de plusieurs années, mon stage s'inscrit dans un projet qui vise à implémenter un système autonome d'optimisation de broyage. En plus de vendre des particules broyées, ZirPro vend aussi des particules à broyer et des billes de broyage. L'équipe compte, à long terme, fournir au client en plus de ces produits un mode d'emploi du broyage optimal. La mission de mon stage est donc une première ébauche de ce projet qui n'est qu'à son balbutiement.

#### II.A.2. Les livrables

En ce qui concerne les livrables demandés par l'entreprise, ils sont donc de deux natures. Tout d'abord, ils attendaient de moi un paramétrage précis du broyeur à savoir des valeurs de puissance, quantité de billes de broyage à disposer dans le broyeur... que nous développerons par la suite. Ils voulaient que je mette en place un plan d'action pour obtenir ces paramètres.

Puis, à plus grande échelle, ils voulaient évaluer par mon stage l'intérêt des méthodes qu'ils n'utilisent pas de « Data Mining » pour résoudre leurs problématiques de performance en production.

## II.B. Analyse du problème

### II.B.1. La situation

L'usine de la SEPR produit en masse des particules broyées, par broyage en voie humide sur des lots d'à peu près une tonne. Le broyage en voie humide se déroule de la manière suivante : les particules à broyer sont placées dans le broyeur avec un média de broyage, le plus souvent de l'eau, mais parfois de l'eau et du dispersant. Les particules sont broyées par des billes de broyage de diamètre à peu près 10 fois supérieur à celui des particules. Le broyage est mis en mouvement par l'arbre du broyeur.

La ligne de production sur laquelle je me suis penché durant ce stage était la transformation de la CC10 en CC01, autrement dit le broyage de particules de zircone d'un diamètre de l'ordre de 10  $\mu\text{m}$  en particules de 0,5-0,8  $\mu\text{m}$ . Ces broyages sont réalisés à la SEPR sur des broyeurs LMK20 de la marque allemande NETZSCH.

Afin d'optimiser le rendement, le gain en temps et le coût de la production, des tests expérimentaux sont réalisés au CREE sur des lots réduits, de 25 kg, sur des broyeurs plus petits, des LME4.

J'avais à ma disposition pendant ce stage, un LME4 pour réaliser mes expériences, ainsi que de la documentation sur le broyeur et sur la théorie de broyage en début de stage.

### II.B.2. Les contraintes

Etant donné que je devais optimiser un broyage qui avait lieu à l'usine de la SEPR et que je me trouvais au centre de recherche du CREE, les informations nécessaires à mon étude de cas étaient difficilement accessibles.

Une fois même, les informations à ma disposition sur le broyeur de la SEPR, je devais réfléchir à un protocole adaptable au CREE sur un broyeur de moindre dimension.

Ajouté à cela, les données, les protocoles de préparation des broyages, le prix des matières premières étaient autant de renseignements qui devaient circuler avec la plus grande des précautions. Saint-Gobain est en effet très strict sur la confidentialité de ses informations.

Enfin, en tant que stagiaire, mes expériences de manipulation de broyage monopolisaient la machine pour des journées entières. La disponibilité de la machine a donc été un facteur limitant pour la réalisation de mes expériences.

### II.B.3. Ce vers quoi je souhaitais aller

J'ai su avant même le début de mon stage que ma mission était d'optimiser un processus de broyage. J'ai d'abord lu la documentation du broyeur NETZSCH. Puis, j'ai consulté certains anciens rapports de stagiaire du CREE sur le broyeur. J'ai ensuite visité la SEPR pour comprendre en quoi consistait la manipulation du broyeur. J'ai pu alors relever les éléments sur lesquels je pourrai jouer afin d'obtenir un processus amélioré de broyage.

La méthode que j'allai mettre en place s'est imposée d'elle-même. Il s'agissait d'une étude d'optimisations avec certains paramètres numériques ou catégoriels<sup>v</sup> à trouver pour minimiser ou maximiser un ou des résultats : le coût du broyage, l'énergie dépensée... J'ai donc choisi de m'orienter vers la conception d'un **plan d'expériences**.

Cette méthode m'avait déjà été enseignée dans ses grandes lignes lors de mon année de M1. Cette mission de stage allait donc être l'opportunité de la mettre en pratique.

### III. Méthodologie utilisée pour répondre au problème

Mon stage s'est organisé en 5 étapes :

- ❖ Compréhension de la problématique et du matériel de travail
- ❖ Choix de la méthode à mettre en place : un plan d'expériences
- ❖ Mise en place du plan d'expériences
- ❖ Réalisation des expériences
- ❖ Analyse des résultats et conclusion

#### Théorie des plans d'expériences

Avant de mettre en pratique un plan d'expérience, il faut bien évidemment être au point sur sa théorie.

La méthode du **plan d'expériences** consiste à réaliser une suite d'essais d'une expérimentation, chacun permettant d'acquérir de nouvelles connaissances en maîtrisant un ou plusieurs paramètres d'entrée pour obtenir des résultats optimisés. Sa mise en place doit suivre une démarche méthodique.



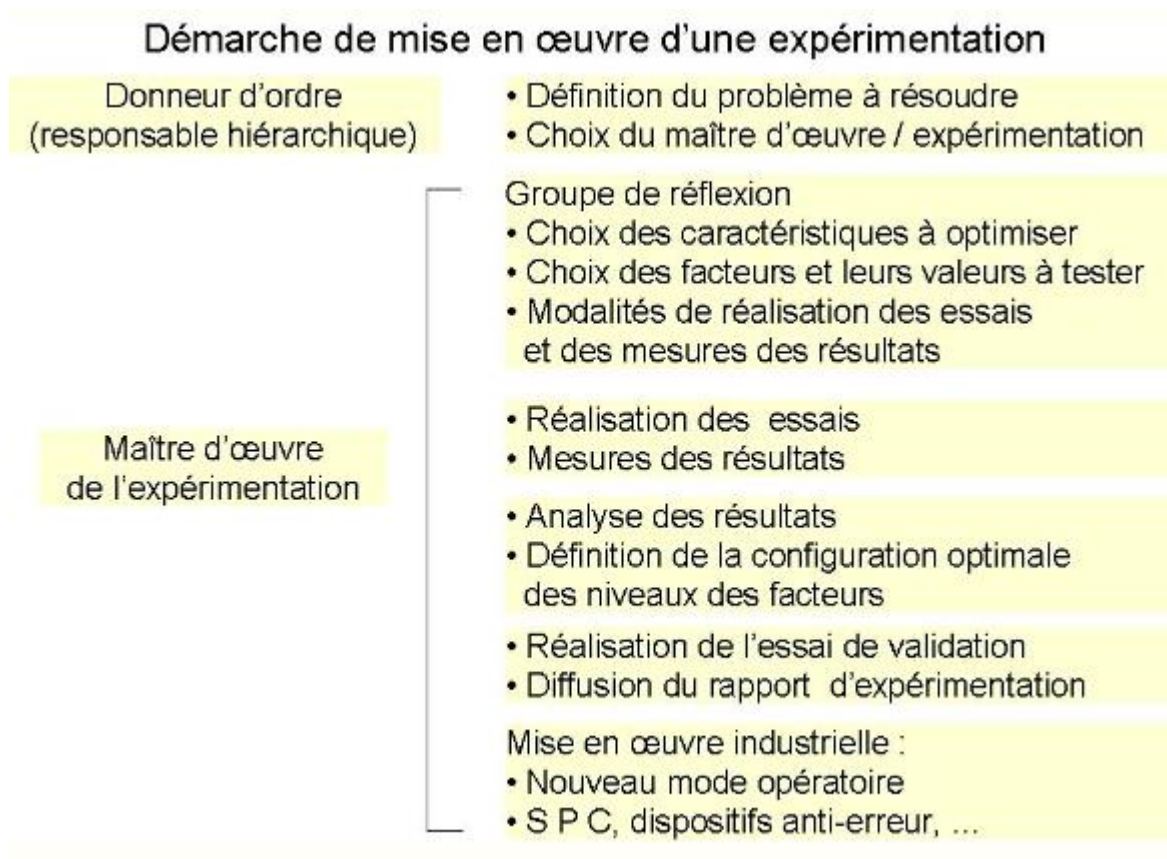


Figure 5: La démarche de réalisation d'un plan d'expériences

On remarque qu'un plan d'expériences nécessite **deux acteurs** principaux sans compter les opérateurs qui peuvent aider à la réalisation des expériences : le donneur d'ordre et le maître d'œuvre de l'expérimentation. Le premier rôle était endossé à la fois par ma tutrice Elodie Bahon et sa supérieur n+1, Anne-Laure Beaudonnet. Je jouais le rôle du maître d'œuvre.

La **définition du problème** s'est faite en début de stage et à l'occasion de différents points stage avec ma tutrice et sa supérieure. C'est aussi pendant ces réunions et d'autres entretiens avec ma tutrice seulement qui faisaient suite à mes analyses du problème que le choix des facteurs et résultats à optimiser ont été fixés. La problématique retenue a été : **Trouver le paramétrage qui donnerait un broyage optimisé par plan d'expériences.**

Avant d'expliquer, le choix des caractéristiques à optimiser et des facteurs à faire varier, décrivons synthétiquement la théorie du broyage de particules de Zircone ainsi que le fonctionnement du broyeur LME4 sur lequel je travaillais.



### III.A. Théorie du broyage

Le broyage désigne l'opération mécanique de fragmentation des particules solides. Le but d'un broyage est de réduire la granulométrie<sup>vi</sup> de ces particules. Dans l'industrie et donc pour Saint-Gobain, le broyage est un processus de transformation essentiel qui trouve ses applications dans divers secteurs comme la pharmacie, la chimie, l'industrie minière...

On classe les broyeurs en fonction de la taille des particules à broyer. On parle de concasseur pour le broyage de particules de 100  $\mu\text{m}$  à 1 mm et de broyeurs ultrafins pour des particules de dimension inférieure à 100  $\mu\text{m}$ .

	Techniques		Mécanismes prédominants
Fragmentation fines (1mm à 100 $\mu\text{m}$ )	Broyeurs à corps broyants libres	Broyeurs à boulets Broyeurs à barres	Impact Compression Cisaillement
	Broyeurs sans corps broyants libres	Broyeurs à marteaux Broyeurs à cylindres Broyeurs à meules Broyeurs à rouleaux	Impact
Fragmentation ultrafine (<100 $\mu\text{m}$ )	Avec média de broyage	Broyeur à jarres Broyeur à agitation (attriteur)	Frottement Attrition Compression Cisaillement
	Sans média de broyage	Broyeurs à jet d'air	

Figure 6: Les différents types de broyeurs

Chaque broyeur se distingue par certaines caractéristiques :

- L'usage ou non de corps broyant
- Le milieu de broyage (à sec ou humide)
- Le type de rotor (à disques, à doigts, annulaire...)
- La géométrie du broyeur (volume, vertical, horizontal ...)
- Le système de séparation en sortie de broyeur (tamis statique, fente dynamique)
- Le matériau du bol de broyage (lieu où s'effectue l'action mécanique) et du rotor

Mes expériences ont été réalisées sur un broyeur ultrafin (passant de 2-3  $\mu\text{m}$  à moins de 1  $\mu\text{m}$ ). Les broyages ont été réalisés en voie humide afin de faciliter la dispersion des particules et d'améliorer la finesse et le rendement des particules.

#### III.A.1. Relation propriétés mécaniques – structure du matériau

Le comportement des particules au cours d'un procédé de broyage dépend principalement des propriétés matériaux de celles-ci. Ces propriétés dépendant elles-mêmes principalement de la structure du matériau. Cette structure dépend des types d'atomes qu'elle comprend, de la nature des liaisons entre ces atomes. Les liaisons atomiques peuvent être de différents types tels que les liaisons covalentes, métalliques, ioniques, hydrogènes ou bien de Van der Waals.

### III.A.2. Aspect énergétique du broyage

Le rendement d'une opération de broyage est le plus souvent mesuré par l'énergie consommée dans l'opération du broyage. Cependant, il est très difficile de mesurer l'énergie unitaire nécessaire pour fractionner la matière car cette énergie représente seulement une petite partie de l'énergie totale.

Les lois généralement utilisées dans les opérations de broyage font toutes l'hypothèse d'un matériau fragile, n'absorbant pas d'énergie lors de leur déformation. Elles négligent également les interactions entre les particules et l'influence de leur environnement. Ces lois sont basées sur le lien entre l'énergie nécessaire pour rompre la particule et la nouvelle surface créée.

### III.A.3. Modèle de Schwedes et Kwade

Les théories sur l'énergie de broyage sont nombreuses. Ces théories visent décrire l'influence de l'énergie fournie au broyeur sur le processus de broyage. Toutes ne trouvent pas une validité pour toutes tailles de particules broyées. Celle qui reste la plus utilisable dans la pratique repose sur le modèle de Schwedes et Kwade (1997).

Cette théorie démontre que le processus de broyage en voie humide repose sur quatre grandeurs :

- Le nombre d'impacts billes/particules, noté SN (Number of Stress)
- L'intensité de la sollicitation à chaque impact, noté SI (Stress Intensity).
- L'énergie spécifique de broyage  $E_m$ .
- Le temps de séjour de la particule dans la chambre du broyeur (impliqué dans le SN)

**Le nombre d'impact**, SN peut être représenté SN par la relation suivante :

$$SN [-] = n.t.(x/d_{GM})$$

Où x correspond à la taille des particules à broyer,  $d_{GM}$  le diamètre des corps broyant (« grinding media »), t le temps de résidence des particules dans la chambre du broyeur et n le nombre de tour par minute (tr/min).

**L'intensité de la sollicitation** SI représente l'énergie cinétique des billes :

$$SI [J] = d_{GM}^3 \cdot \rho_{GM} \cdot v^2 \cdot (1 + E_p/E_{GM})$$

Où  $d_{GM}$  est de diamètre du média,  $\rho_{GM}$  la masse volumique du média,  $v$  la vitesse,  $E_p$  et  $E_{GM}$  le module d'Young des particules et du média de broyage.

**L'énergie spécifique** est l'énergie fournie à la chambre (système billes/suspension/chambre de broyage) rapportée à la masse de particules à broyer:

$$E_m [kJ/kg] = E_{entrant}/m_{particules}$$

$$Em = \frac{\int_0^t W(t) dt}{mp} = \frac{\int_0^t C \cdot \omega dt}{mp}$$

Où **W** est la **puissance consommée par le moteur moins la puissance à vide**, C le couple appliqué à l'arbre et  $\omega$  la vitesse de rotation de celui-ci.

Par ailleurs, il a également été démontré que l'énergie spécifique peut être considérée comme le produit du nombre d'impacts SN par l'intensité de sollicitation (SI)

$$E_m = SI \times SN$$

### III.B. Impacts des paramètres

Dans l'établissement d'un plan d'expérience, il est fondamental de trouver quels sont les paramètres les plus influents du processus. Choisir ces paramètres ainsi que les valeurs à tester doit être fait avec perspicacité.

Plus de 40 paramètres différents affectant le résultat de broyage ont été identifiés. Cependant, la plupart de ces paramètres n'ont pas tous la même importance.

Kwade et Schwedes ont divisé les paramètres les plus influents en 4 catégories :

Catégories	Paramètres
Paramètres du broyeur	Temps de broyage Débit Vitesse de l'arbre Taille des médias de broyage Matériau des média de broyage (densité, élasticité et dureté) Ratio de remplissage de la chambre
Type de broyage	Un ou plusieurs passages dans la chambre
Composition de la suspension	Concentration des particules à broyer Types de solvant Agents dispersant ou additif
Géométrie du broyeur	Type de broyeur Géométrie de la chambre et de l'arbre

Figure 7: Les différents paramètres du broyeur

### III.B.1. Paramètres du broyeur

L'énergie spécifique est calculée en multipliant la puissance fournie par la durée de broyage divisée par la masse des particules. Chaque paramètre qui influe sur l'énergie spécifique est donc important. On peut citer par exemple le débit, la vitesse de l'arbre, la densité des billes, la taille des billes ou bien le taux de remplissage.

D'après Kwade et Schwedes [11], l'intensité de sollicitation et le nombre d'impacts peuvent être utilisés pour étudier l'influence des paramètres en milieu humide.

Le second paramètre le plus important est la vitesse linéaire de l'arbre. Ce paramètre, au carré dans la formule de l'intensité de sollicitation, va avoir un effet sur l'énergie des sollicitations unitaire. Plus la vitesse va augmenter, plus la fréquence de collisions billes/particules va être élevée et donc SN va augmenter. L'énergie spécifique va alors croître car elle est proportionnelle à SN.

Enfin, la densité des billes va influencer sur l'énergie spécifique et donc sur l'intensité de sollicitation. Plus la densité sera élevée, plus l'énergie nécessaire pour les mettre en mouvement sera grande. De ce fait, l'énergie spécifique va augmenter avec la densité des médias de broyage.

Kwade et Schwedes ont pu élaborer une courbe maîtresse dans laquelle ces différents paramètres sont pris en compte :

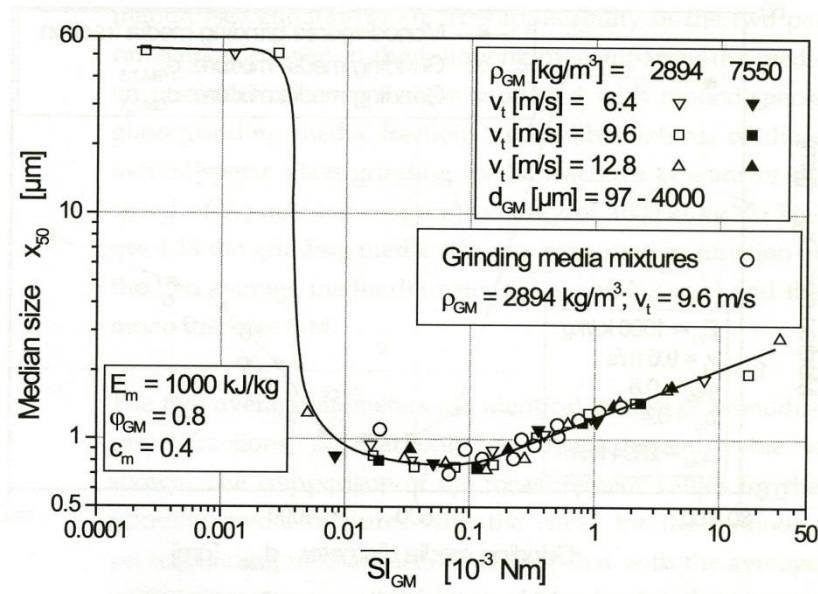


Figure 8 : Evolution du D50 des particules de calcaire en fonction du SI pour une énergie donnée (1000kJ/Kg)

Nous pouvons constater qu'à faible intensité de sollicitation ( $SI < 0.01$  Nm), ce qui correspond à une faible vitesse de l'arbre et/ou des billes de faible densité et/ou de petites tailles, l'intensité n'est pas suffisante pour engendrer un broyage efficace. En augmentant l'intensité de sollicitation, on remarque que le diamètre médian diminue jusqu'à un minimum puis réaugmente. Il existe donc un optimum pour l'efficacité de broyage pour une énergie donnée. L'intensité est optimum lorsqu'elle permet de fragmenter la particule en seul contact avec une bille. Si l'intensité est inférieure à l'optimum, la fragmentation va nécessiter plusieurs contacts et engendre donc une perte d'efficacité. Lorsque l'intensité est supérieure à l'optimum, le nombre d'impacts SN va diminuer (l'énergie spécifique étant le produit de SN et SI) et donc l'efficacité de broyage va également diminuer.

La taille des billes étant le paramètre le plus influant dans l'intensité de sollicitation, il existe donc une taille optimum pour laquelle à même densité et à même vitesse de l'arbre, la finesse des particules broyées est la plus élevée.

Un exemple de cette relation établi par les chercheurs allemands précédemment cités est le suivant :

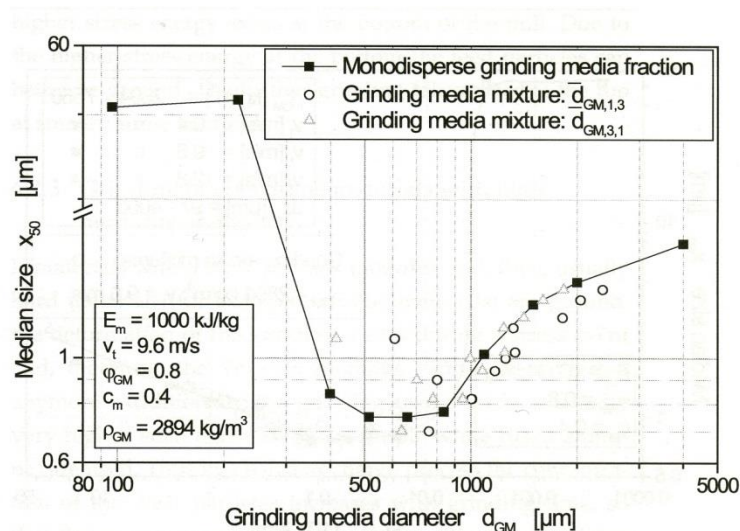


Figure 9: Evolution du d50 des particules de calcaire en fonction de la taille des billes de broyage [13]

En variant seulement un paramètre à la fois dans la formule de l'intensité de sollicitation, on pourrait donc trouver un optimum pour chaque paramètre.

Il faut cependant bien garder à l'esprit que ces optimums sont différents pour chaque broyeur.

### III.B.2. Géométrie du broyeur

Stender (Figure 8 et 9) a proposé une étude montrant l'influence de la taille des chambres du broyeur sur l'efficacité de broyage. Cette étude a conclu que les paramètres optimaux varient pour chaque géométrie de la chambre. Le schéma suivant montre l'évolution de la taille des médias de broyage optimum en fonction de la taille des chambres :

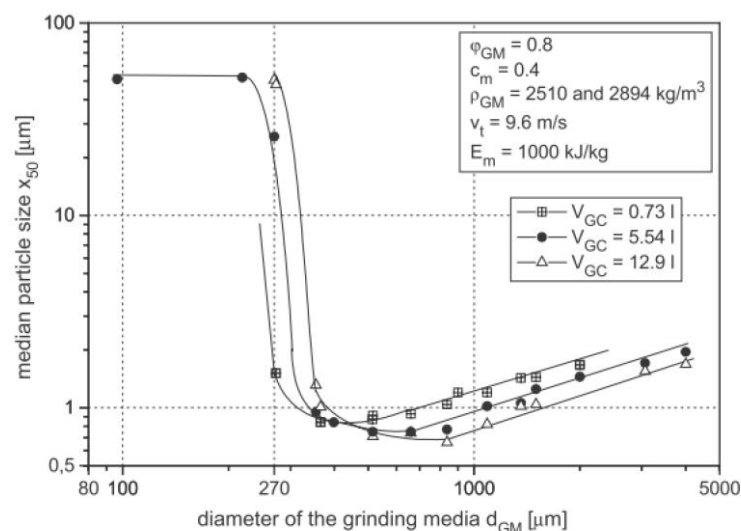


Figure 10: Influence de la taille des chambres de broyages [14]

Cette influence de la taille s'explique par la variation de l'énergie de sollicitation. En effet, en faisant varier la géométrie du bol, le flux de billes ne sera pas le même et la distribution de vitesses non plus. L'optimum d'intensité de sollicitation ne sera alors plus le même.

Enfin, il convient également d'être attentif à l'usure des différentes pièces composant le broyeur et des billes de broyage. L'arbre peut par exemple s'user avec le frottement des billes, ce qui va modifier la cinétique des billes et donc l'efficacité du broyage. Les pièces peuvent également être sensibles à la température comme les pièces en polyuréthane qui se dégradent à partir de 80°C.

Les billes sont soumises à de nombreux chocs et peuvent donc s'user et ainsi perdre de la matière. Cette usure va donc avoir également une influence sur l'efficacité du broyage.

### III.C. Présentation du broyeur LME4

Le broyeur LME4 de la marque allemande NETZSCH fait partie de la gamme des broyeurs « Horizontal Disk Mill »<sup>vii</sup>. Ce broyeur est constitué des organes suivants :

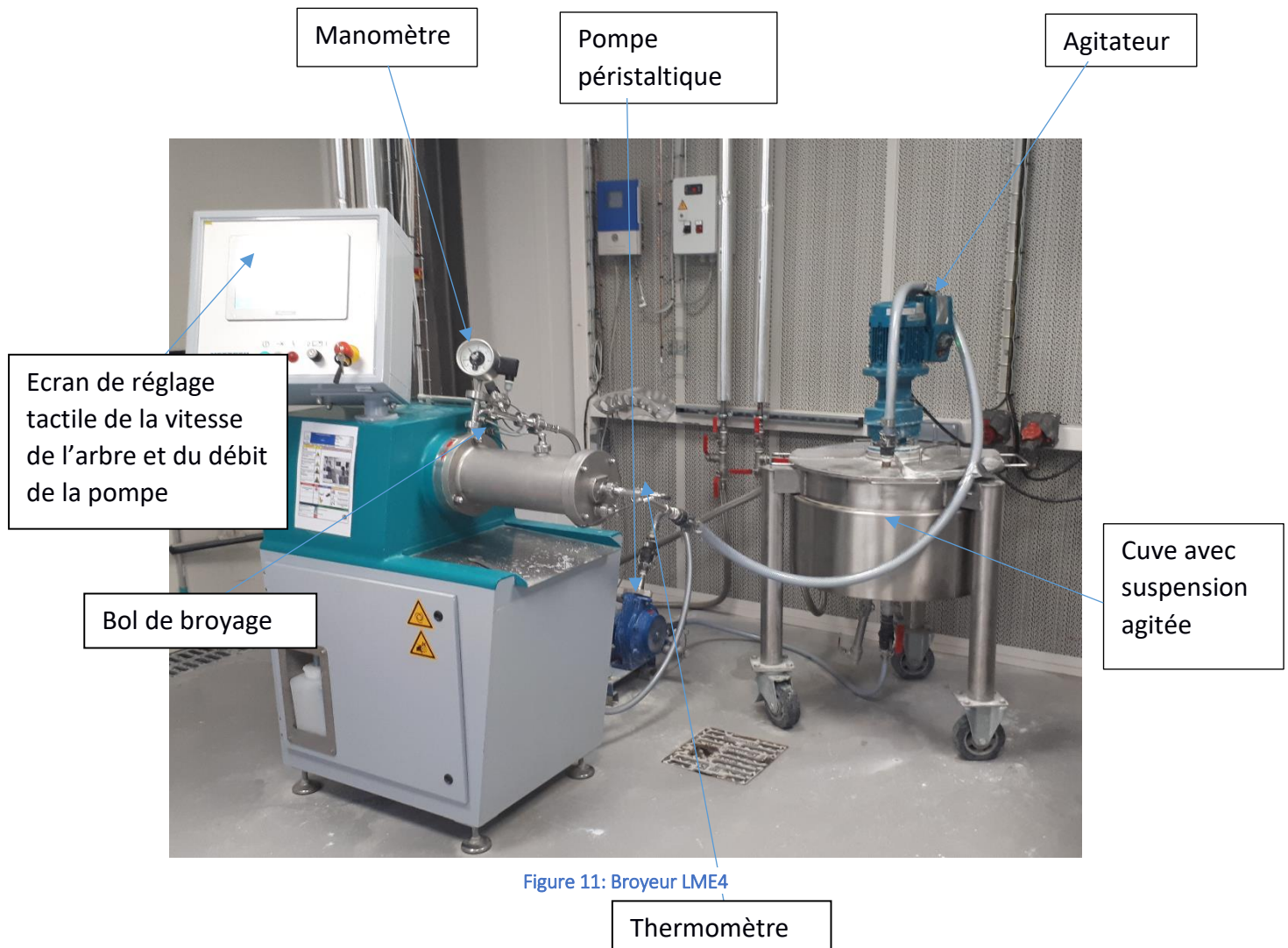
Les organes d'alimentation du broyeur sont les suivants :

- Cuve inox double enveloppes où sera agitée et refroidie la suspension
- Pompe péristaltique qui sert à maintenir une bonne circulation de la matière et une pression raisonnable
- Tuyauteries (comprenant manomètre et thermomètres)

Le système de broyage est constitué des éléments suivants :

- Chambre (bol de broyage) de faible volume (3.4 L) en inox
- Surface interne du bol (cylindre et fonds de bol) en polyuréthane (pour éviter la pollution métallique dans la suspension à broyer)
- Arbre-rotor et disques amovibles en polyuréthane
- Système de séparation en sortie du bol : tamis statique (fente de 0.1 mm et de 0.06 mm)
- Système de refroidissement
- Tableau d'affichage présente les paramètres que l'on fixe (débit, vitesse) et la puissance fournie au système





Ce broyeur est conçu pour le broyage très fin et la dispersion en continu de matières solides en suspension dans les liquides. Il est destiné à travailler en circuit fermé, c'est-à-dire que la matière placée dans la cuve circule dans la tuyauterie puis à travers le bol de broyage pour être broyée en continu : on travaille en recirculation. L'équipe Zirpro Billes compte deux broyeurs LME4 comme celui sur lequel j'ai travaillé ainsi qu'un broyeur LABSTAR de dimensions moindres.

Les organes d'alimentation du broyeur sont les suivants :

- Cuve inox double enveloppes où sera agitée et refroidie la suspension
- Pompe péristaltique qui sert à maintenir une bonne circulation de la matière et une pression raisonnable
- Tuyauteries (comportant manomètre et thermomètres)

Le système de broyage est constitué des éléments suivants :

- Chambre (bol de broyage) de faible volume (3.4 L) en inox



- Surface interne du bol (cylindre et fonds de bol) en polyuréthane (pour éviter la pollution métallique dans la suspension à broyer)
- Arbre-rotor et disques amovibles en polyuréthane
- Système de séparation en sortie du bol : tamis statique (fente de 0.1 mm et de 0.06 mm)
- Système de refroidissement
- Tableau d'affichage présente les paramètres que l'on fixe (débit, vitesse) et la puissance fournie au système

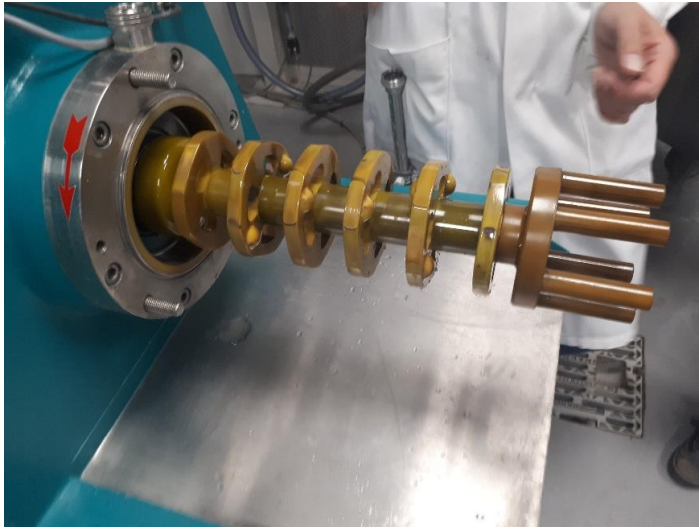


Figure 12: Arbre de broyage



Figure 13: Disques de broyage



Figure 14: Refroidisseur

### III.D. Réalisation d'un test

Etant donné la durée d'un broyage (aux alentours de 5 heures), je pouvais réaliser un test de mon plan d'expérience par jour. La réalisation d'un test est constituée de plusieurs étapes que je vais développer.

Tout d'abord il faut lancer le broyeur au plus vite pour pouvoir le faire tourner 5 heures et le nettoyer ensuite.

- 1) Dans un premier temps, les billes de broyage étaient pesées pour obtenir le taux de remplissage du bol de broyage  $\tau$  (prenant les valeurs 75 / 82,5 / 90%) que le test stipulait. Le poids des billes à mettre dans le broyeur était calculé à partir de la masse volumique  $\mu$  des billes de broyage et du volume utile du bol  $V_u$ .

$$m = \frac{\tau \times V_u}{\mu}$$

- 2) Un échantillon de 300 grammes est prélevé des billes de broyage pour une analyse granulométrique par tamisage. Les 300 grammes de billes sont placés au sommet d'une colonne de tamis de quadrillage granulométrique allant du plus grand au plus petit. Pour une granulométrie de billes  $n$ . La colonne de tamis sera constituée des tamis :  $n+1$  /  $n$  /  $n-1$  /  $n-2$ .

Ainsi :

- Pour des billes de 0,6 mm, les tamis étaient de : 0,7 / 0,6 / 0,5 / 0,4 mm
- Pour des billes de 0,8 mm, les tamis étaient de : 0,9 / 0,8 / 0,7 / 0,6 mm
- Pour des billes de 1,0 mm, les tamis étaient de : 1,1 / 1,0 / 0,9 / 0,8 mm



Figure 15: Colonne de tamis

Puis la colonne de tamis est disposée dans un tamiseur à coups où les tamis sont agités pendant 5 minutes. Après agitation, les billes restant dans chaque tamis sont pesées.



Figure 17: Tamiseur en marche



Figure 16: Colonne de tamis dans le tamiseur

Ce tamisage permet d’avoir une idée de la répartition granulométrique des billes avant le broyage.

- 3) Le broyeur étant parfaitement monté ainsi que la tuyauterie, les billes pesées en 1) sont versées dans la chambre de broyage grâce à un entonnoir.

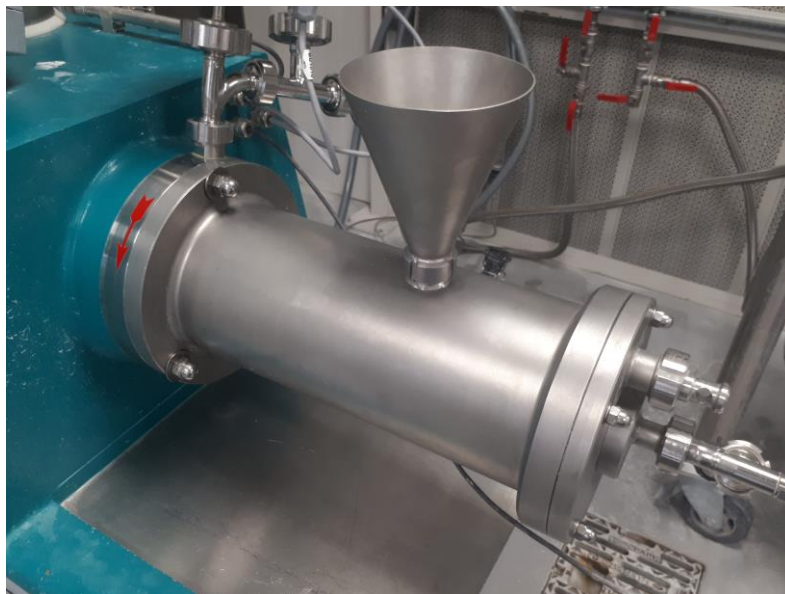


Figure 18: Bol de broyage avec l'entonnoir

- 4) La cuve est ensuite remplie d’eau pour obtenir le taux de dilution de la matière à broyer stipulé par le plan d’expérience. La quantité de matière de particules était fixées pour chaque test à  $m_p = 25$  kg pour tous les broyages à réaliser et les taux de dilution  $T_d$  pouvait prendre les valeurs 50 / 57,5 / 65%. Le volume d’eau  $V_e$  de remplissage de la cuve était donné par la formule :

$$V_e = \frac{m_p \times \tau_d}{1 - \tau_d}$$

- 5) Les particules à broyer de CC10 (sac de 25 kg) sont déversées dans la cuve. Le système d'agitation est mis en marche pour homogénéiser les particules dans l'eau.



Figure 19: Sac de 25kg de CC10

- 6) Le broyeur et la pompe sont enclenchés à un niveau minimum au début pour vérifier qu'il n'y a pas de fuite dans la tuyauterie puis la vitesse de l'arbre est augmentée jusqu'à obtenir la puissance stipulée dans le plan d'expériences (5 / 5,5 / 6 kW). Le débit de la pompe et la vitesse de l'arbre doivent être adaptés pour rester à une pression et température correctes ( $P < 2$  bars et  $T < 60^\circ\text{C}$ ).
- 7) Au cours du broyage, à des temps plus ou moins fixe des échantillons de matière étaient prélevés dans des piluliers.



Figure 20: Pilulier

- Le 1<sup>er</sup> échantillon est prélevé au début du broyage<sup>viii</sup> ; c'est l'échantillon T0
- Le 2<sup>ème</sup> échantillon à  $T=60-70$  min
- Le 3<sup>ème</sup> échantillon à  $T=190-200$  min
- Le 4<sup>ème</sup> échantillon à  $T=250-260$  min
- Le 5<sup>ème</sup> échantillon à  $T=300-350$  min

A chaque échantillon est noté l'énergie dépensée par le broyeur jusqu'à ce temps. Cette valeur est affichée sur l'interface de suivi de broyage de l'ordinateur relié au broyeur.

Les échantillons sont envoyés au laboratoire qui réalise l'analyse granulométrique de ceux-ci.

- 8) Après obtention des résultats de granulométrie laser. Pour chaque échantillon, on obtient une fiche de résultat de distribution granulométrique. (Voir exemple en Annexe \_). On retient de cette fiche la valeur de diamètre médian  $d_{50ix}$ . Avec les 5 échantillons obtenus, on trace l'évolution de  $d_{50}$  en fonction de l'énergie de broyage  $E_b$ . Ce tracé peut être approximé par une courbe logarithmique :
- $$d_{50} = a \times \ln(E_b) + b$$

Cette formule n'a pas de valeur physique mais est un modèle qui permet d'évaluer quelle est l'énergie nécessaire à l'obtention d'une certaine granulométrie.

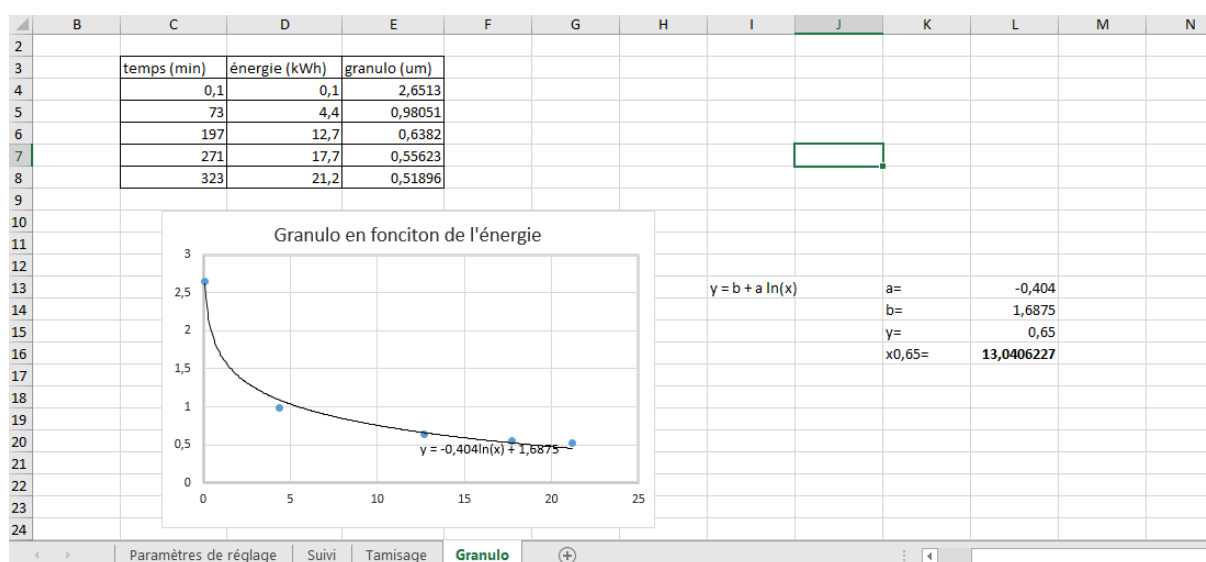


Figure 21: Tableau Excel de l'estimation de l'énergie nécessaire à l'obtention de 0.65  $\mu\text{m}$

Dans notre cas, on veut obtenir une granulométrie de CC01 (CC10 broyée) comprise entre 0,5 et 0,8  $\mu\text{m}$ . Etait donc retenue l'énergie nécessaire à l'obtention d'une granulométrie de 0,65  $\mu\text{m}$  :  $E(d=0,65)$



- 9) Après à peu près 5h de broyage, la cuve était vidée de la matière. Celle-ci est jetée. Les billes placées dans le bol sont récupérées et séchées dans une étuve à 85°C.



Figure 22: Bac de rétention servant à réceptionner les billes après le broyage

- 10) Le broyeur est nettoyé avec soin afin qu'il ne reste aucun résidu de particules. Cette étape dure une à deux heures. Afin qu'aucune trace de matière ne soit présente sur les éléments de la tuyauterie, une cuve à ultrason est utilisée. On la remplit d'eau et on règle le temps de nettoyage ainsi que la température.



Figure 23: Cuve à ultrason



Figure 24: Etuve de séchage

- 11) Après une journée à sécher, les billes sont sorties de l'étuve. Elles sont pesées. On obtient alors  $m_{\text{final}}$ . La différence  $m_{\text{initial}} - m_{\text{final}}$  représente les billes perdues par le broyage. Cette perte est due à leur transfert dans le broyeur, à un mauvais nettoyage de celui-ci ou au broyage en lui-même.
- 12) Le même tamisage qu'au 2) est réalisé sur un échantillon de 300 g prélevé sur la matière après le broyage. Ce tamisage comparé à celui avant le broyage donne une idée de l'impact du broyage sur la répartition granulométrique des billes.
- 13) Les billes sorties de l'étuve sont entièrement triées à la main avec le tamis n-1 (les billes 0,6 mm avec les tamis 0,5 mm ; les billes 0,8 mm avec les tamis 0,7 mm ; les

billes 1,0 mm avec les tamis 0,5 mm). Les billes qui passent à travers le tamis sont considérés comme la casse d billes. En effet le contact des billes avec la matière à des vitesses de broyage importantes peut casser les billes. Les billes cassées en sortie du tamis sont pesées et on obtient  $m_{\text{casse}}$ .

14) A partir des valeurs de  $m_{\text{initial}}$ ,  $m_{\text{final}}$  et  $m_{\text{casse}}$  et de  $t$  le temps de broyage. on peut calculer l'usure. Il y a deux formules :

- L'usure seule :  $U_{\text{seule}} [\%/h] = \frac{\frac{m_{\text{initiale}} - m_{\text{finale}}}{m_{\text{initiale}}}}{t} \times 100$
- L'usure totale :  $U_{\text{totale}} [\%/h] = \frac{\frac{m_{\text{initiale}} - (m_{\text{finale}} - m_{\text{casse}})}{m_{\text{initiale}}}}{t} \times 100$

L'usure totale a été retenue pour le calcul de l'usure car il prenait en considération la casse des billes.

### III.E. Choix de l'outil de plans d'expérience

Pour la réalisation du plan d'expérience, je me suis formé sur la théorie fondamentale. J'ai pu consulter l'ouvrage « Les plans d'expérience, De l'expérience à l'assurance qualité ». J'ai également regardé de nombreuses vidéos de formation sur YouTube.

Etant de plus en plus renseigné sur le sujet, l'idée latente du choix d'un plan d'expériences est la maximalisation de l'orthogonalité du plan, à savoir le choix des expériences qui donneront une fiabilité optimisée du résultat final.

J'ai pensé utiliser un logiciel spécialisé dans la conception de plans d'expériences. Pour choisir un tel logiciel, j'ai fait quelques recherches puis j'ai fait une présentation Powerpoint que j'ai envoyé à Mickaël Boinet, un ingénieur R&D muté dans la filiale de Saint-Gobain basée à Boston, aux Etats-Unis. Parmi les divers logiciels que je lui présentais, il m'a conseillé de choisir le logiciel de statistique JMP sur lequel il travaillait.

J'ai ensuite suivi des tutoriels de formation sur JMP ainsi que d'autres vidéos de formation.

#### III.E.1. Les différents types de plans d'expériences

##### a) Plan classique

Les quatre principes d'un plan d'expériences ont été introduits par Ronald Fisher dans les années 1930. Ces quatre principes sont le principe factoriel, l'aléation, la réplication et le blocking. A l'époque l'analyse de ces plans pouvait être résolue manuellement. Mais ces 80

dernières années, les plans d'expériences ont évolué pour répondre à des situations expérimentales spécifiques.

Le plan factoriel complet, le plan de criblage, le plan pour surface de réponse, le plan de mélanges et la table de Taguchi sont autant de nouveaux types de plans qui se sont développés avec les années. Une fois les facteurs et les réponses définis, un logiciel d'analyse statistique permet de trouver un plan approprié pour l'analyse d'un cas particulier et permet d'évaluer ce plan.

#### b) Plans optimaux

Lorsque les paramètres choisis sont spécifiques (temps, budget, etc.), les plans optimaux sont des plans adaptés au problème.

Les plans optimaux sont générés par ordinateur puisqu'ils sont sophistiqués et comportent de nombreuses options

On peut choisir des facteurs continus, catégoriels multiniveaux et de mélange dans un même plan, et spécifier des facteurs difficiles et très difficiles à faire varier pour la création automatique de plans split-plot, split-split et strip-strip optimaux comme je l'expliquerai dans la suite.

Les plans optimaux permettent aussi de définir des contraintes de facteur, des effets de modèle et des interactions, et d'inclure des points centraux et/ou des essais répliqués. Enfin, il permet d'effectuer des calculs de taille d'échantillon et de puissance, et de visualiser les structures d'alias pour vous permettre d'évaluer le bien-fondé de l'investissement expérimental au moyen de fonctions de diagnostic sophistiquées.

Le concepteur de plans optimaux rationalise la création de plans intelligents, ce qui vous permet de gagner du temps et d'optimiser l'utilisation de vos ressources.

### III.E.2. Usage du type de plan approprié

Il s'est trouvé que l'outil le plus adéquat et le plus efficace que fournissait le logiciel était : le **plan optimal** (optimal design) puisqu'il permet un mélange des types de critères et permet de nombreuses fonctionnalités.



Fichier Édition Tables de données Lignes Colonnes Plan d'expérience Analyse Graphique Outils Afficher Fenêtre Aide

### Plans optimaux

#### Réponses

Ajouter une réponse Supprimer Nombre de réponses...

Nom de la réponse	Cible	Limite inférieure	Limite supérieure	Importance
Usure	Minimiser	0	1	1
Energie	Minimiser	0	1	10

#### Facteurs

Ajouter un facteur Supprimer Ajouter N facteurs 1

Nom	Rôle	Transition	Valeurs
▲ Puissance	Continu	Facile	5 6
▲ % massique	Continu	Facile	50 65
▲ Taux de remplissage	Continu	Facile	75 90
▼ Taille bille	Catégoriel	Facile	0.6 0.8 1.0

#### Définir les contraintes des facteurs

☒ Aucun  
☐ Spécifier les contraintes linéaires  
☐ Utiliser un filtre de combinaisons non autorisées  
☐ Utiliser un script de combinaisons non autorisées

#### Modèle

Effets principaux Interactions Surface Croiser Puissances Supprimer le terme

Nom	Estimabilité
Constante	Nécessaire
Puissance	Nécessaire
% massique	Nécessaire
Taux de remplissage	Nécessaire
Taille bille	Nécessaire

#### Termes alias

Effets principaux Interactions Surface Croiser Puissances Supprimer le terme

Nom
Puissance*% massique
Puissance*Taux de remplissage
Puissance*Taille bille
% massique*Taux de remplissage
% massique*Taille bille
Taux de remplissage*Taille bille

#### Construction du plan

☐ Grouper les essais dans des blocs de taille : 6

Nombre de points centraux : 1

Nombre d'essais répliqués : 0

**Nombre d'essais :**

☐ Minimum 7  
☐ Par défaut 12  
☒ Spécifié par l'utilisateur 13

Construire le plan

Figure 25: Page de configuration d'un plan optimal sur JMP

Sur l'interface, vous pouvez voir (Figure 25) que l'on choisit d'abord **les réponses** en donnant leurs valeurs limites ainsi que leur type (variables à minimiser/maximiser/atteindre une valeur cible, ainsi que leur poids. Vous noterez que j'ai donné une importance 10 fois plus importante au facteur **Energie**, qu'au facteur **Usure**.

On rentre ensuite **les facteurs**. On choisit leurs types (continu/ blocking /catégoriel). Les trois premiers sont des facteurs continus, à savoir qu'ils peuvent prendre toutes les valeurs comprises entre les valeurs limites. Ce sont la **Puissance**, le Pourcentage massique et le **Taux de remplissage** et Le dernier facteur, **la Taille des billes**, est catégoriel, il n'a qu'un nombre fini de valeurs à prendre, en l'occurrence 0,6 / 0,8 / 1,0.

On peut alors rentrer **des contraintes** connues avant l'expérience qui lient les paramètres. Dans notre cas, il n'y en a pas.

On peut choisir de calculer **l'influence de certains paramètres** sur le modèle. On a simplifié celui-ci en ne gardant que les effets principaux. Rajouter des interactions que l'on pense influentes est en effet coûteux en nombre d'expériences nécessaires.

On peut aussi choisir de calculer **l'influence des alias**, c'est-à-dire des combinaisons de paramètres sur le modèle. On a simplifié celui-ci en ne gardant que les effets principaux. Rajouter des interactions que l'on pense influentes est également coûteux en nombre d'expériences nécessaires.

Ensuite, on a des possibilités de :

- Doubler certaines expériences, ce qui permet de donner plus d'importance au caractère aléatoire de l'expérimentation. En effets on n'obtiendrait pas exactement les mêmes valeurs d'usure et d'énergie pour les 2 expériences.
- Donner **un point au centre**. Cette technique permet d'augmenter l'orthogonalité du plan, donc son optimalité. Plutôt que de ne donner que les valeurs limites aux paramètres, on choisit des expériences dont les valeurs sont proches de celles qu'on pense être idéales. J'en ai ajouté un.

Enfin, JMP nous recommande un nombre d'expériences pour le test qu'on a choisi et nous donne un nombre minimum d'expériences en dessous duquel le plan n'est plus efficace. On peut aussi choisir un nombre qui nous convient. Dans notre cas, j'ai choisi 13. J'ai pensé que l'ajout du point au centre pouvait être vu comme un point « en plus ».

### III.F. Analyse des résultats

#### III.F.1. Analyse pré-expérimentale

Une fois que l'on appuie sur le bouton « Construire le plan » (Figure 25), JMP nous propose un plan. On peut ensuite évaluer ce plan, c'est-à-dire savoir s'il permettra une bonne analyse.

Numéro des essais	Puissance	% massique	Taux de remplissage	Taille bille
1	6	65	90	1,0
2	5	65	75	1,0
3	5	50	75	0,6
4	6	50	90	0,8
5	5	50	90	1,0
6	5	65	75	0,8
7	5,5	65	75	0,6
8	6	65	90	0,6
9	5,5	57,5	82,5	0,8
10	6	50	75	0,8
11	6	50	75	1,0
12	5	65	90	0,8
13	5	50	90	0,6

Figure 26: Plan d'expérience construit

L'évaluation du plan se fait selon plusieurs critères :

- **La prévision de la variance** : JMP calcule la variance des différentes variances prévues et fournit une coupe de la variance pour chaque facteur.

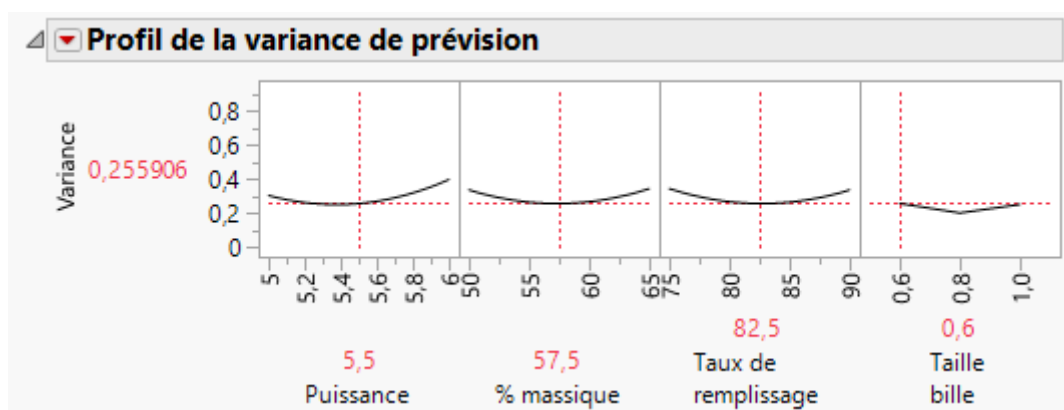


Figure 27: Profil de la variance de prévision

- **Le graphe « Fraction of design space »:** ce graphe indique la répartition de la variance de prévision. EN abscisse on a le pourcentage de réponse et en ordonnée, les différentes valeurs de variance. Par exemple, Figure 28, on a 50% des réponses qui ont une variance inférieure à 0,31.

On obtient une équipartition, vérifiée par la symétrie centrale autour du point (0,5;0,31) de la variance autour de 0,5, ce qui confère au plan un certain équilibre.

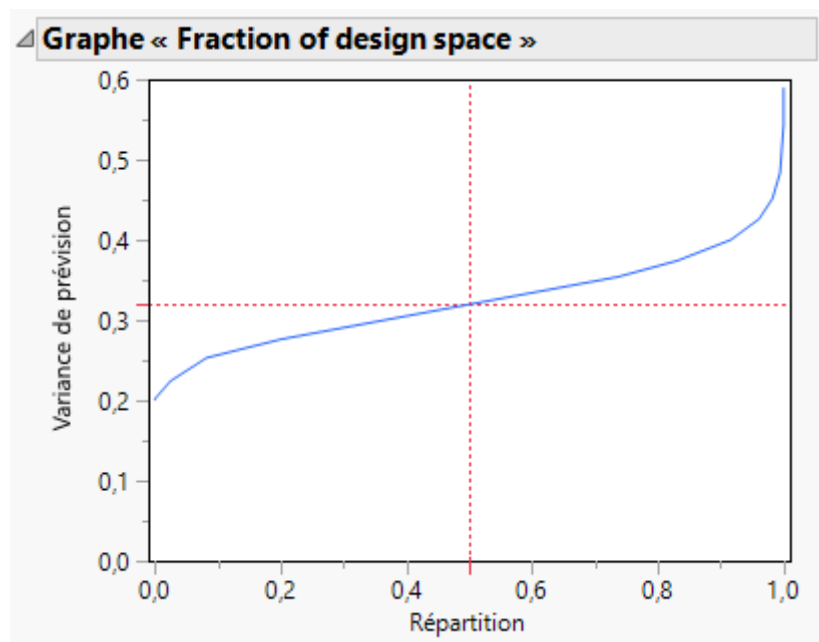


Figure 28: Graphe "Fraction of design space"

- **Surfaces de la variance de prévision :** c'est le graphique qui donne la valeur de la variance des réponses pour les différents facteurs. Cet outil interactif propose de choisir un couple de facteur.

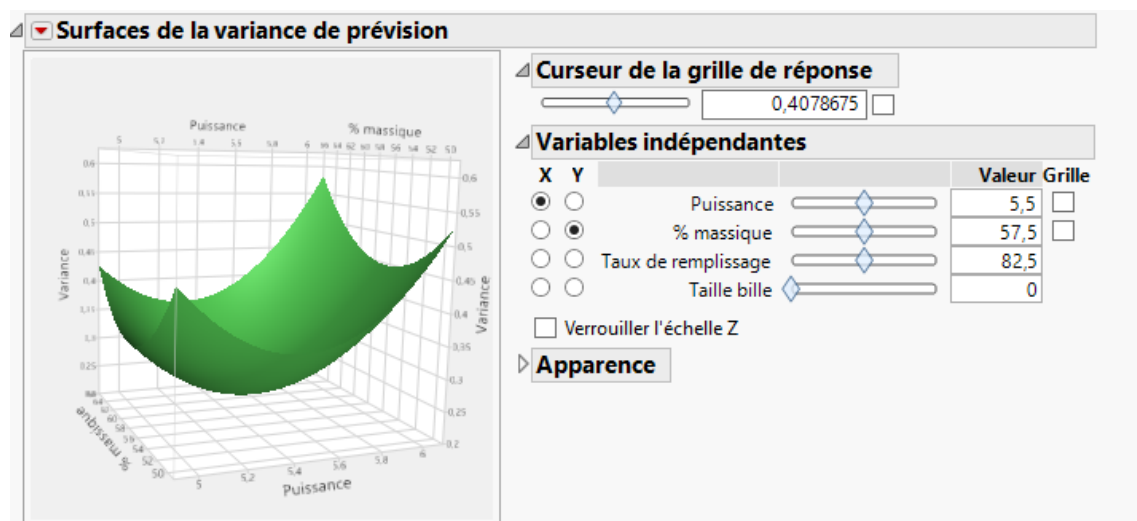


Figure 29: Surfaces de la variance de prévision

- La matrice des alias** : lorsqu'on choisit un plan, il est possible qu'il existe des interactions entre les facteurs. Cependant, étant donné le nombre limité d'expériences on espère que ces interactions soient assez faibles pour être négligées. Si c'est le cas, on aura bien fait de les négliger et sinon il faudra ajouter des tests qui prennent en compte ces interactions. Le problème est donc de savoir si le plan contient ou non une interaction négligeable. C'est le point délicat de l'interprétation des plans. Cette interprétation se fait par la matrice d'alias.

Matrice des alias									
Coefficient	Puissance*% massique	Puissance*Taux de remplissage	Puissance*Taille bille 1	Puissance*Taille bille 2	% massique*Taux de remplissage	% massique*Taille bille 1	% massique*Taille bille 2	Taux de remplissage*Taille bille 1	Taux de remplissage*Taille bille 2
Constante	-0,02	0,097	-0,11	0,061	0,039	0,029	-0,06	0,01	-0,01
Puissance	-0,07	0,165	-0,13	0,028	0,472	0,347	-0,73	0,116	-0,07
% massique	-0,09	0,43	0,296	-0,65	0,039	0,029	-0,06	0,01	-0,01
Taux de remplissage	0,423	-0,1	0,113	-0,06	-0,04	-0,03	0,061	-0,01	0,006
Taille bille 1	0,299	0,119	-0,14	0,075	0,048	0,035	-0,08	0,012	-0,01
Taille bille 2	-0,55	-0,07	0,08	-0,04	-0,03	-0,02	0,043	-0,01	0,004

Figure 30: Matrice d'alias

- La palette de corrélation** : il s'agit d'un outil de représentation très visuel de la matrice d'alias. L'indépendance des coefficients se traduit par l'orthogonalité et la couleur bleue, la dépendance par la couleur rouge.

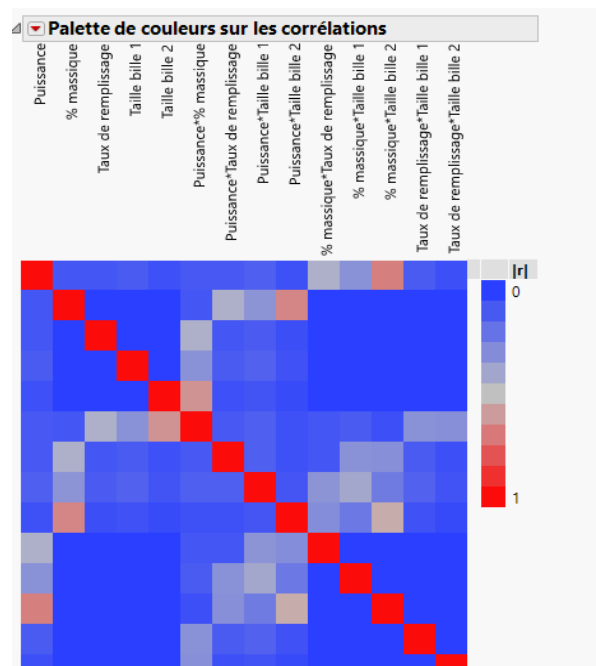


Figure 31 : Palette de couleurs sur les colorations

En haut à gauche de la palette les couleurs (Figure 31) hors diagonales les cases sont bleues, ce qui signifie qu'il y a une bonne orthogonalité sur les interactions simples entre les paramètres.

Apparaissent des couleurs tirant plus sur le rouge pour les interactions doubles Puissance\*% massique avec Taille de bille 2 (orange foncé = 0.6 de non orthogonalité) mais ce genre d'interaction sera est négligé dans mon plan.

- **Le diagnostic du plan** : Ce sont les facteurs d'optimalité (/100) :
  - L'efficacité D : minimisation du déterminant de la matrice de dispersion
  - L'efficacité G : minimisation du plus fort élément diagonal de la matrice de dispersion
  - L'efficacité A : minimisation de la trace de la matrice de dispersion

Les trois efficacités sont assez importantes, toutes supérieures à 80. De plus, La variance de 0.3 finale obtenue est une valeur acceptable.

Diagnostics de plan	
Efficacité D	93,82022
Efficacité G	81,78891
Efficacité A	92,72141
Variance moyenne de prévision	0,322791
Temps de création du plan (en secondes)	0

Figure 32: Diagnostics de plan

### III.F.2. Analyse post-expérimentale

Une fois le plan analysé et les tests réalisés, on analyse la pertinence des résultats avec le logiciel JMP.

#### a) Profil des résultats en fonction des paramètres

Dans un premier temps, pour se donner une idée de l'influence simple des paramètres sur les résultats, on trace chacun des résultats : l'*Usure* et l'*Energie* en fonction de chacun des facteurs la *Puissance*, le *Taux de remplissage*, le *Pourcentage massique* et la *Taille des billes*. Ce qui fait  $4 \times 2 = 8$  graphes (Figure 33)

On constate que les graphes les plus significatifs sont dans l'ordre:

- Energie = f (Taille bille)
- Energie = f (% massique)

Où on observe une croissance linéaire

- Usure = f (Taux de remplissage)

Où on observe une décroissance

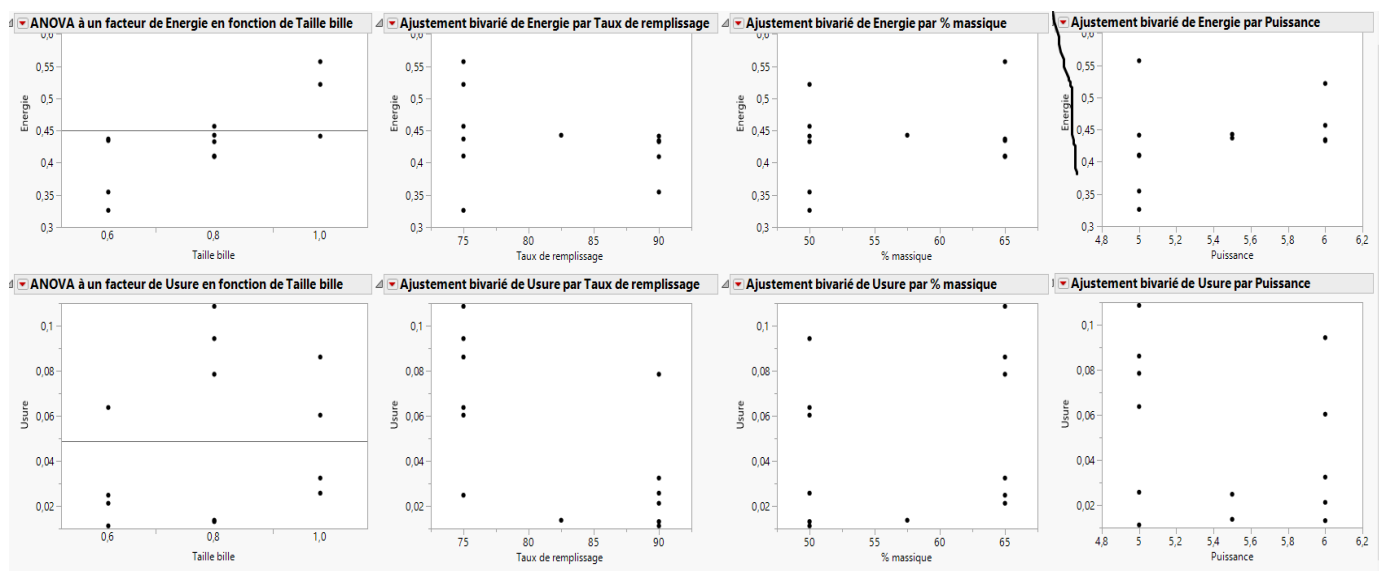


Figure 33 : Profil des résultats en fonction des paramètres

## b) Graphe d'observation/prévision

On choisit la méthode des moindres carrés <sup>x</sup> pour l'analyse finale du plan. On obtient alors ce premier graphe d'analyse (Figures 34 et 35) pour les deux réponses que sont l'*Usure* et l'*Energie*.

Sur chacun de ses graphes, on a :

- **Les différents tests** représentés par des points noirs
- **La valeur moyenne** de l'ordonnée (*Usure* ou *Energie*) sur l'ensemble des tests représentée par l'horizontale bleue
- **La droite du modèle** représentée par la droite rouge
- **Le domaine de validation des données** représenté par la surface rose. Plus cette surface est restreinte plus le modèle est fiable. La minimisation de cette surface maximise les valeurs de R carré et P-value en bas de la figure.

On constate que pour l'énergie, on obtient des valeurs très proches du modèle. Cependant, le graphe de l'*Usure* est moins fiable. Cela est dû aux deux points hors du domaine de validation. Il s'agit des tests 7 et 9 du plan d'expériences. Ces points réduisant l'intérêt du modèle, j'ai décidé de les mettre à l'écart pour la suite de l'analyse.

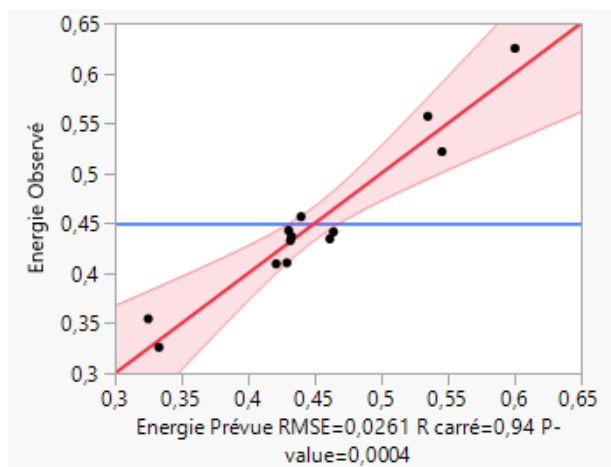


Figure 35: Energie observée/prévue

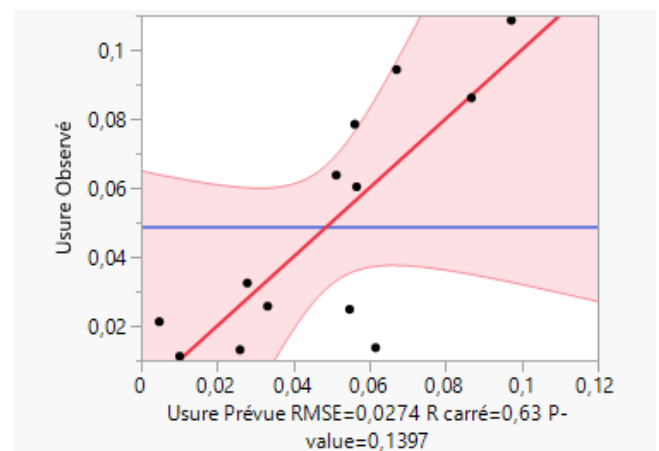


Figure 34: Usure observée/prévue

## c) Prédiction du paramétrage optimal

L'intérêt final du logiciel JMP est d'évaluer à partir du plan que l'on construit et du modèle qu'on a choisi pour l'analyser, le paramétrage optimal, c'est-à-dire la combinaison de paramètre qui fournirait les résultats les meilleurs.

Pour cela on introduit le paramètre d'analyse qu'est celui de la *Désirabilité*. Dans notre cas, nos deux résultats étant à minimiser, choisit une désirabilité à 0 pour la valeur de limite



haute et une désirabilité à 1 pour la valeur de limite basse de chacun des deux résultats. On sélectionne l'option de *Maximalisation de la Désirabilité*.

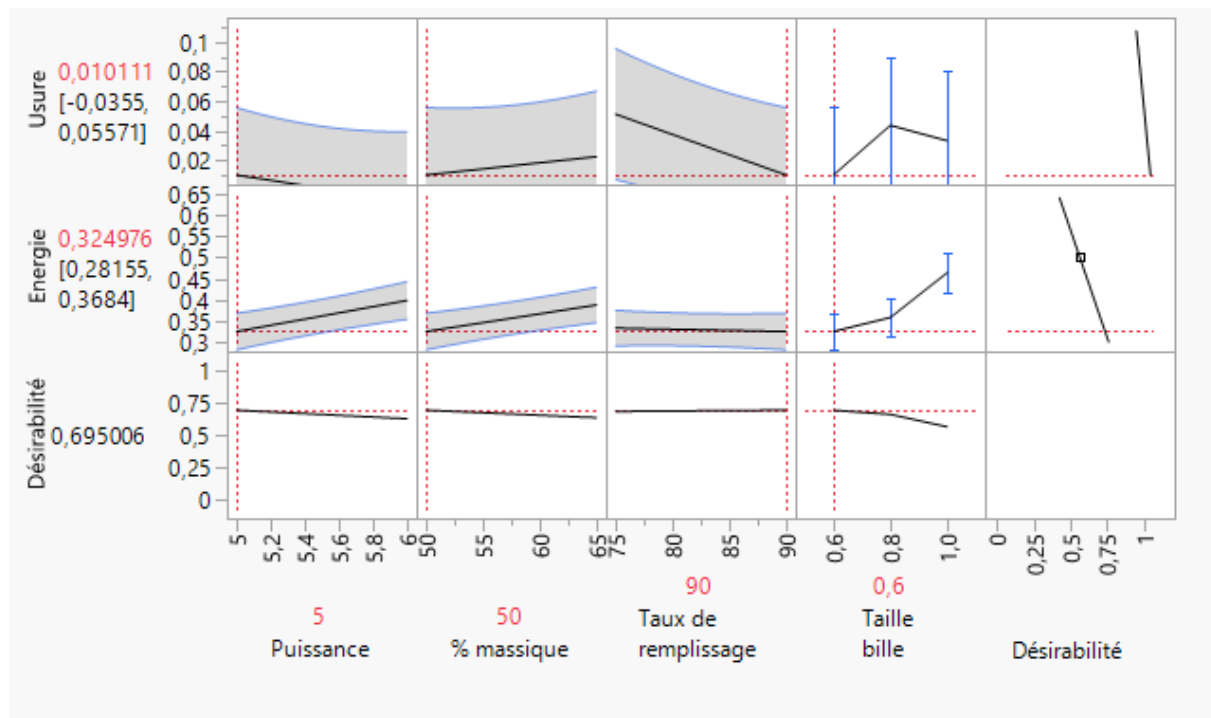


Figure 36: Estimation du paramétrage optimal

On trouve donc que le paramétrage optimal est finalement :

**Puissance = 5**  
**% massique = 50**  
**Taux de remplissage = 90**  
**Taille de bille = 0,6**

Qui donne des valeurs minimales des résultats :

**Usure : 0.010111**  
**Energie : 0.324976**

### III.F.3. Discussion sur les résultats

#### a) Comparer les résultats

Pour juger de la cohérence des résultats, je peux me baser sur les anciens rapports. Même si rare sont les stagiaires qui ont adapté une méthode d'analyse similaire à la mienne, les informations que leurs travaux me fournissent sont de bons indicateurs.

Vérifions la cohérence des deux résultats d'usure et énergie. Concernant les calculs d'usure, les valeurs que j'obtiens sont du même ordre de grandeur que celles d'un certain stagiaire

du nom de Jérémy Felten (Annexe 1), ce qui est rassurant. Concernant le calcul de l'Energie (plus précisément l'énergie nécessaire à l'obtention de la granulométrie demandée de 0.65  $\mu\text{m}$ ), le protocole de mesure expliqué en III.D est inédit. Je n'ai donc pas vraiment d'éléments de comparaisons. En revanche les résultats ont tous le même ordre de grandeur et sont assez résiduels (Annexe 2).

Enfin concernant le résultat de l'évaluation du paramétrage optimal, on peut le comparer avec celui que les techniciens utilisent à ce jour dans leur travail quotidien, paramétrage déterminé empiriquement. Ils ont :

**Puissance = 5,1<sup>xi</sup>**

**% massique = 55**

**Taux de remplissage = 85**

**Taille de bille = 0,8**

Les résultats sont globalement proches de ceux obtenus par le logiciel pour la puissance et le taux de remplissage. En revanche, pour le pourcentage massique et surtout la taille des billes les résultats sont différents.

#### b) Sources d'erreur

Tout d'abord, il y a l'erreur expérimentale. Elle a plusieurs sources :

##### Erreurs influençant l'Energie :

- Les sacs de 25 kg de particules CC10 à broyer n'étaient tous du même lot. Donc la granulométrie initiale n'était pas toujours la même. Cette erreur influence le résultat d'énergie. Même si cela ne recrée pas les mêmes conditions initiales de début de test, les techniciens à la SEPR sont soumis aux mêmes conditions.
- Le plan stipulait de choisir une valeur fixe de puissance. Or celle-ci était variable pendant le test. J'essayais donc de régler manuellement la vitesse de l'arbre pour garder la même puissance tout au long du broyage. Tout réglage manuel implique une incertitude.

##### Erreurs influençant l'Usure :

- Lors du pesage, du séchage, de la récupération ou du tamisage des billes pour le calcul d'usure, des billes étaient perdues. Le fait d'en perdre une quantité variable d'un test à l'autre donne une incertitude sur le résultat d'usure.
- Le nettoyage du broyeur permettait de se débarrasser des particules broyées qui ne servaient plus après la réalisation d'un test mais aussi de récupérer les billes de

broyage. Ainsi un meilleur nettoyage permettait de récupérer plus de billes et donnait donc une valeur moindre de l'usure.

- Après le séchage des billes de broyage, celles-ci étaient pesées. Si on ne laissait pas les billes assez longtemps dans la cuve, elles ne séchaient pas assez et à la sortie de la cuve on pesait de l'eau et des billes. Ceci fausse les calculs d'usure. Il m'est arrivé de ne laisser les billes moins de 24h pour un des premiers tests. Les « billes » étaient plus lourdes après le broyage qu'avant! J'ai dû refaire ce test.

Ensuite, il y a les erreurs liées à l'analyse par plan d'expériences :

- Comme on peut le voir sur la palette de corrélation dans la partie III.F.1, mon plan n'est pas parfaitement orthogonal. Ceci tend à négliger certaines interactions qui ne devraient peut-être pas l'être.
- Par manque de temps mon analyse post-expérimentale est peut-être lacunaire. Je ne connais pas toutes les possibilités qu'offre le logiciel JMP.
- Le test 9, point central que je pensais pertinent de choisir pour optimiser mon plan a finalement été un point qui donnait un résultat d'usure incohérent.
- Lorsque j'ai voulu réaliser le test 7 tel que le plan d'expérience le stipulait, je n'ai pas réussi à le faire (Figure 26) : j'ai tout mis en place mais lorsque j'ai dû augmenter la vitesse du broyeur pour obtenir une puissance de 6 (ancienne valeur du plan), je n'ai pu atteindre que 5,7 kW. J'ai donc décidé de changer le paramétrage de ce test dans le plan d'expériences et de fixer la valeur de la puissance à 5,5. Finalement ce point a été abandonné (voir partie III.F.2 b)).

### c) La suite du travail

Comme le postule l'organisation d'un plan d'expériences (Figure 5), il reste quelques étapes que j'ai n'ai pas la possibilité de mettre en place pour finaliser mon travail. Dans un premier temps il faudrait réaliser l'essai de validation, pour confirmer mon résultat, au CREE puis à la SEPR.

Ensuite, si l'optimalité de l'essai est vérifiée, la mise en place industrielle entrainerait un changement du mode opératoire.

Enfin, dans un objectif à long termes, il faudrait former plus de personnes sur le logiciel JMP et travailler en équipe à l'élaboration d'un abaque, projet lancé par la responsable du secteur Grain Poudre du CREE.

## IV. Interview ingénieur

A la fin de de mon stage, j'ai eu l'occasion de faire l'interview de Mickaël Boinet, ingénieur R&D spécialisé en électrochimie du groupe Saint-Gobain. Ce que j'avais entendu de son parcours professionnel ainsi que nos échanges par mail m'ont fait le choisir pour cette interview formatrice.

### IV.A. L'ingénieur R&D, poste essentiel pour l'innovation

Un ingénieur en recherche appliquée et développement est avant tout un expert de la concurrence. Il permet à l'entreprise de se démarquer et d'attirer à elle les clients en proposant des produits innovants.

Il est responsable de plusieurs tâches :

- Il **réalise des études** de marché et analyse les stratégies de la concurrence
- Il **interprète les données** qu'il obtient pour évaluer les solutions envisageables dans les limites du budget dont il dispose et en prenant compte toutes les contraintes auxquelles il fait face : disponibilité des collaborateurs, demande client...
- Il **modélise et planifie la conception** en organisant les équipes, les outils et les méthodes.
- Il **conçoit** réellement le produit modélisé et doit donc collaborer avec son équipe pour être le plus efficace.
- Il **répare et améliore les produits**. Il doit faire preuve de son savoir et de son expérience pour repérer les défaillances en choisissant les phases tests.

### IV.B. Mickaël Boinet, un parcours d'ingénieur R&D

#### IV.B.1. Son cursus scolaire

Mickaël Boinet a fait ses études à l'université de la Rochelle spécialisée en physique-chimie. Il y reste quatre ans. Il part ensuite à Grenoble pour obtenir un DEA<sup>xii</sup> en électrochimie pour obtenir son double-diplôme. Il s'engage ensuite dans la rédaction d'une thèse à Grenoble sur la corrosion de l'aluminium.

#### IV.B.2. Son parcours professionnel

Au cours de sa 4<sup>ème</sup> année à l'université de la Rochelle, il réalise un stage dans un laboratoire spécialisé en électrochimie.

L'année suivante, son stage de DEA a lieu à Grenoble chez EDF. Cette dernière expérience sera pour Mr Boinet une étape formatrice puisqu'elle lui permettra d'avoir un premier contact avec un grand groupe comme Saint-Gobain.

Au cours de sa thèse ministérielle, il signe un contrat région qui lui permet de collaborer avec une société pendant qu'il rédige sa thèse.

Il décroche ensuite un poste de docteur en électrochimie dans un laboratoire en Angleterre. Ce poste est Mr Boinet sa première expérience à l'étranger.

Il revient ensuite en France pour intégrer la société Mistras qui s'occupe du contrôle non-destructif ce qui lui permet d'approfondir son expérience en électrochimie. Il reste 5 ans dans cette entreprise.

Il trouve ensuite l'opportunité d'intégrer le groupe international Saint-Gobain. Il est d'abord affecté au centre de recherche fondamental d'Aubervilliers près de Paris.

Il a l'occasion de rejoindre la filiale américaine de Saint-Gobain basée à Boston, expérience qu'il qualifie de très enrichissante.

Il vient de rejoindre très récemment le CREE, centre de recherche appliqué selon lui, en tout cas qu'il distingue de celui d'Aubervilliers. Il compte poursuivre sa carrière ici pour le moment.

#### IV.B.3.Son travail

Depuis qu'il a rejoint Saint-Gobain, Mr Boinet trouve que le principal avantage réside dans sa mobilité. En effet, il a été muté dans trois centres de recherche différents. Il travaille principalement sur l'industrie 4.0, encore appelée industrie du futur. Celle-ci correspond à une nouvelle façon d'organiser les moyens de production qui permet la convergence du monde virtuel avec les objets du monde réel. Il s'occupe nécessairement du management de données.

Au quotidien, malgré sa formation théorique, il reste en contact avec la technique. Encore aujourd'hui, il est amené à effectuer ses expériences lui-même. Il vient à peine de rejoindre le CREE et le laboratoire mixte CRL. Une équipe de 7 à 10 personnes sera sous sa direction dans un futur proche. Il porte donc une très grande importance au travail en équipe. Il est lui-même sous la direction de Vincent Gleize, chef de projet

#### IV.B.4.Les avantages et les inconvénients

Mr Boinet dit aimer son travail. Il le trouve très diversifié. Il ne s'ennuie que très rarement. N'étant pas carriériste, il ne veut surtout pas se contenter de ne faire que du management d'équipes afin d'obtenir une promotion. Il tente autant que possible de garder l'aspect technique de son métier ce qui l'amène à manipuler comme au début de sa carrière.

Il se plaint cependant d'être pris par le temps et d'avoir à s'occuper de trop de projet. Il souhaiterait assister également à moins de meeting pour plus se focaliser sur la composante pratique de son métier.

#### IV.B.5.PME ou grand groupe ?

Pour avoir fait les deux, Mr Boinet voit l'une comme l'autre de ces expériences comme formatrice et très enrichissante pour son expérience. Selon lui, elles offrent toutes deux des opportunités qui ne sont pas négligeables mais comportent leurs lots d'insatisfaction.

Dans les grands groupes, l'administration est lente puisque les décisions doivent être prises en concertation. Il pense que le réseau est un atout d'un grand groupe qui favorise notre carrière à long termes.

Dans les PME, les décisions sont prises plus rapidement et en ce sens ils sont plus flexibles. Cependant on ne trouve pas souvent de l'aide. Cela nous pousse à travailler plus en autonomie mais peut nous faire perdre du temps surtout au début mais à termes on devient plus polyvalent.

#### IV.B.6.Son expérience aux Etats-Unis

Saint-Gobain, après son poste de docteur en Angleterre dans un laboratoire, lui a permis d'intégrer le NRDC<sup>xiii</sup> aux Etats-Unis. Il tire de cette expérience, un enseignement très enrichissant d'une culture différente et d'une méthode de travail très atypique pour un français.

Selon lui, les américains ont plus que les français le sens du business. Ils favorisent le travail en groupe et la communication. De manière générale, ils sont donc plus réactifs et les projets évoluent plus rapidement.

Cependant, en ce qui concerne la recherche, leur trop grande réactivité leur porte préjudice. Selon Mr Boinet, en France, nous faisons preuve de plus de discernement, puisque nous n'hésitons pas à prendre du temps avant de passer à l'action. Ainsi la recherche en amont de la phase de tests est plus approfondie en France qu'aux Etats-Unis. La France et plus encore l'Allemagne ont cette réputation aux Etats-Unis.

#### IV.B.7.Les conseils à un futur ingénieur

Mr Boinet a bien insisté sur l'importance du réseau. Il conçoit le parcours professionnel comme l'occasion de rencontrer de nouvelles personnes qui nous enrichissent et à qui nous apportons aussi. Plus on a le courage d'entreprendre des choses, plus on en sort grandis. C'est au cours de sa thèse, qu'il a eu l'occasion de se former son réseau. En effet, c'est au cours de cette période qu'il a pu rencontrer un maximum de personnes et approfondir au plus dans son domaine d'expertise.

Mais il ne faut pas griller les étapes et ne penser qu'à son évolution dans la hiérarchie. Ce qui doit animer un ingénieur c'est sa passion pour le métier qu'il fait tous les jours. C'est ce qui lui permet de se réveiller tous les jours avec l'envie de faire mieux que la veille.

Il m'a enfin conseillé de ne pas négliger l'importance de la programmation. L'accent n'était pas mis sur l'informatique à l'époque de ses études. C'est pour lui aujourd'hui un facteur limitant.

#### IV.C. Ce que je tire de cette interview

Le conseil que m'a donné Mr Boinet sur la constitution du réseau n'était pas un élément sur lequel je comptais mettre l'accent pour mon évolution professionnelle. Je pensais que le mérite me suffirait à être reconnu à ma juste valeur. Mais cette interview m'a ouvert les yeux sur ce point. Je pense désormais que la progression et les opportunités sont bien plus larges lorsqu'un réseau nous soutient, surtout en France.

Je compte également mettre l'accent sur la programmation informatique. J'ai suivi une formation plus théorique en mathématiques et je vois désormais l'informatique comme le complément essentiel à ce bagage théorique, complément qui est de surcroît d'avantage reconnu dans le monde professionnel.

### V. Bilan personnel et professionnel

Dans les précédentes parties j'ai décrit ma démarche de partage avec l'entreprise Saint-Gobain de mes connaissances et mon savoir-faire accumulé tout au long de mon cursus d'ingénieur jusqu'à ce jour. Dans cette partie, je vais tenter de voir ce que cette expérience m'a apporté sur un plan personnel et professionnel.

#### V.A. Une expérience professionnelle et personnelles enrichissante

##### V.A.1. Mon bilan professionnel

Professionnellement, avant de le réaliser, je voyais ce stage comme un défi. Est-ce que mon intégration se fera dans un grand groupe ? Mes compétences correspondaient-elles aux attentes de l'entreprise ? Le déroulement de ce stage en trois étapes m'a permis de trouver des réponses à ces questions.

##### a) Première période : s'approprier le sujet

La première partie du stage était consacrée à la découverte des lieux, du matériel utilisé et de la problématique de mon sujet de stage. Dans la pratique, j'ai fait plusieurs visites des sites ainsi que du matériel. J'ai appris à préparer mes questions et à trouver les personnes susceptibles de me répondre.



Je me suis attelé à l'étude de la documentation concernant le broyage. Très motivé, j'ai beaucoup appris au départ sur le sujet du broyage en voie humide qui avait été abordé sous différents angles dans des rapports : étude de l'efficacité par le choix des billes, amélioration du matériau des billes... perspectives très différentes de celles que j'allais être amené à suivre, ce qui m'a rassuré sur l'importance de ma mission. J'ai donc acquis un éventail de connaissances assez large sur le sujet du broyage.

Durant cette première partie j'ai également appris à prendre des décisions en autonomie, en choisissant un logiciel adapté à mon étude JMP et en m'auto-formant sur celui-ci.

#### b) Deuxième période : passer à la pratique

Alors que je me documentais sur le broyage et que j'approfondissais mes connaissances théoriques, je me souviens que mon collègue de bureau, qui était technicien me conseillait de passer au plus vite à la pratique. Il m'avertissait que ce qu'on apprenait se dévoilaient sous un nouveau jour quand on manipulait l'objet.

La partie pratique étant celle où j'ai en général le plus de difficultés à m'adapter, j'ai appris à me surpasser pour gérer des machines couteuses comme le broyeur LME4 en autonomie. J'ai organisé mon travail méthodiquement pour que les étapes d'un test (voir partie III.D) soient réalisées en une journée.

#### c) Troisième période : l'analyse

Cette dernière période a été courte, elle a représenté la dernière semaine de mon stage et a eu lieu pendant la rédaction de mon rapport. C'est la partie la plus intéressante. Je suis rentré en contact avec Mickaël Boinet, l'ingénieur R&D que j'ai interviewé et nous avons organisé une conférence en anglais avec un spécialiste américain des plans d'expérience Jason T. Cole qui travaille dans la filiale américaine de Saint-Gobain. Cette expérience m'a fait réaliser l'importance de la pratique. En effet, je n'avais pas saisi toutes les subtilités du logiciel JMP en m'auto-formant. Mr Cole m'a été d'une aide cruciale.

Professionnellement parlant, j'ai pu agrandir mon réseau. J'ai maintenant un contact aux Etats-Unis spécialisé en statistique.

### V.A.2. Mon bilan personnel

Ce stage est mon premier stage en tant qu'assistant ingénieur. Après le stage de L3, j'attendais beaucoup de ce stage de 16 mois, puisque j'avais hâte de connaître une première expérience, avec une mission construite semblable aux problématiques auxquelles je pourrai faire face à l'avenir.

Avant le début de ce stage, j'étais motivé pour apprendre et arriver à termes d'un projet abouti. J'ai donc été satisfait de produire un plan d'expériences fonctionnel qui donne un résultat cohérent.

Mon travail quotidien en autonomie m'a permis d'accroître ma confiance en moi. Mais que pense que je me suis bien intégré à mon équipe. Je savais que je pouvais compter sur ma tutrice qui répondait à mes interrogations et m'aiguillait en me donnant des pistes de solutions. Ma tutrice était à l'écoute de ce que je lui disais. Je n'hésitais pas à lui proposer de nouvelles idées, ce qui stimulait ma créativité.

J'ai sympathisé avec quelques-uns des nombreux stagiaires de l'entreprise (une quarantaine). Certains d'entre eux étaient étrangers : brésiliens, indiens ... Même si je parlais français avec eux, c'est toujours épanouissant de côtoyer des étrangers ne serait-ce que pour l'exotisme de leur vision des choses. J'étais également proche des techniciens et des ingénieurs. Je m'intéressais beaucoup à leur vision de l'entreprise et à leur carrière professionnelle.

#### V.B. L'évolution de mes aspirations professionnelles

Après l'obtention de mon baccalauréat, j'ai poursuivi dans la filière MP car j'étais passionné de mathématiques. Les mathématiques très théoriques que j'ai étudiées pendant mes années de classes préparatoires m'ont ouvert l'esprit. Mais il me semblait compliqué d'appliquer une science aussi théorique dans un métier d'ingénieur. Les cours d'optimisation non linéaire, sur les plans d'expériences ou sur la théorie des graphes que j'ai suivis en M1 plus appliqués m'ont donné espoir dans le fait de poursuivre dans les mathématiques en entreprise. Dans mon CV à Saint-Gobain, j'ai bien insisté sur ces derniers cours et sur ma capacité d'adaptation à un sujet technique. C'est cette double compétence qui a motivé la chef de projet de mon équipe pour me choisir.

Mon expérience de stage a été très portée sur l'aspect technique. Même si j'ai fait une analyse statistique de mes résultats, j'ai passé beaucoup de temps à la réalisation de mes expériences. Je pense que ce travail manuel ne me correspond pas tout à fait. Je pense que cette manière de travailler qui associe le travail technique et l'aspect théorique est une composante cruciale de la recherche appliquée dans l'industrie.

J'en viens à la conclusion que si je suis amené à travailler dans l'industrie à l'avenir, je préférerais travailler dans la recherche fondamentale qui correspond plus à mon profil et à mes aspirations. Mais il y a d'autres secteurs que l'industrie où l'usage des mathématiques appliquées n'implique pas un travail d'expérimentation manuel. Je pense notamment à l'analyse statistique en finance par exemple. C'est un univers de travail qui m'est pour l'instant encore inconnu mais qui pourrait être intéressant pour un TFE.

Ce stage m'a informé sur ce qui me plaisait et sur que je ne souhaiterais pas faire à l'avenir. J'ai des pistes qui m'intéressent et il me reste un stage de 6 mois pour les essayer. Qui plus

est, je dois faire ce stage à l'étranger et je suis très excité à l'idée de sortir de ma zone de confort et à me confronter à des problématiques nouvelles.

## Conclusion

Ce stage a été très instructif. Tout d’abord, j’ai découvert un **grand groupe international** dans son organisation. Puis, une fois la mission de mon stage comprise et assimilée, j’ai dû trouver ma place et planifier mon travail pour ces 16 semaines. Dans un premier temps, je me suis **documenté** sur la théorie de broyage. J’ai, ensuite, fait le choix de **l’étude par plans d’expériences**. J’ai donc demandé à Saint-Gobain de me fournir un **logiciel** JMP pour développer mon plan d’expériences.

Dans la réalisation de celui-ci, j’ai dû faire preuve de concentration, d’autonomie et de pragmatisme lorsque je faisais face à des problèmes d’ordre technique. Les journées étaient cependant très éprouvantes.

Enfin dans l’analyse des résultats, je me suis fait aider par des spécialistes. Cela m’a permis à la fois d’élargir mon réseau mais aussi mon sens du contact et de l’écoute.

La méthode d’analyse du **Plan d’Expériences** est à mon sens **très original**. Je trouve élégant cette idée de ramener toute une théorie de broyage à quelques valeurs d’analyses : une valeur d’usure, une valeur d’énergie. Quand on pense aux heures de travail que nécessite l’obtention d’une valeur numérique, on se dit qu’on n’a pas le droit à l’erreur, ce qui est certes stressant mais pousse au perfectionnisme.

Enfin mon **interview ingénieur** m’a éclairé sur le parcours d’un ancien étudiant qui avait des aspirations en certains points similaires aux miennes : la passion des sciences et l’envie de participer à l’évolution technologique d’un grand groupe français.

Ainsi, ce stage, dans son ensemble, précise mes choix professionnels. Je compte poursuivre dans **l’analyse de données**. Je compte explorer d’autres méthodes d’analyse que les plans d’expérience. Afin de comparer les métiers, j’aimerais travailler désormais dans une **PME** et dans un autre secteur que l’industrie, peut-être **l’IT ou la finance**, où le métier de **Data Scientist** est très valorisé.

## Table des illustrations

Figure 1: Répartition du chiffre d'affaire par zone géographique .....	7
Figure 2: Les différents pôles de métiers de Saint-Gobain .....	8
Figure 3: Site de Saint-Gobain CREE .....	9
Figure 4 : Les différentes divisions R&D du CREE .....	10
Figure 5: La démarche de réalisation d'un plan d'expériences .....	15
Figure 6: Les différents types de broyeurs .....	16
Figure 7: Les différents paramètres du broyeur .....	19
Figure 8 : Evolution du D50 des particules de calcaire en fonction du SI pour une énergie donnée (1000kJ/Kg) .....	20
Figure 9: Evolution du d50 des particules de calcaire en fonction de la taille des billes de broyage [13] .....	21
Figure 10: Influence de la taille des chambres de broyages [14] .....	21
Figure 11: Broyeur LME4 .....	23
Figure 12: Arbre de broyage .....	24
Figure 13: Disques de broyage .....	24
Figure 14: Refroidisseur .....	24
Figure 15: Colonne de tamis .....	25
Figure 16: Colonne de tamis dans le tamiseur .....	26
Figure 17: Tamiseur en marche .....	26
Figure 18: Bol de broyage avec l'entonnoir .....	26
Figure 19: Sac de 25kg de CC10 .....	27
Figure 20: Pilulier .....	27
Figure 21: Tableur Excel de l'estimation de l'énergie nécessaire à l'obtention de 0.65 $\mu\text{m}$ ...	28
Figure 22: Bac de rétention servant à réceptionner les billes après le broyage .....	29
Figure 23: Cuve à ultrason .....	29
Figure 24: Etuve de séchage .....	29
Figure 25: Page de configuration d'un plan optimal sur JMP .....	32
Figure 26: Plan d'expérience construit .....	34
Figure 27: Profil de la variance de prévision .....	34
Figure 28: Graphe "Fraction of design space" .....	35
Figure 29: Surfaces de la variance de prévision .....	36
Figure 30: Matrice d'aliases .....	36
Figure 31 : Palette de couleurs sur les colorations .....	37
Figure 32: Diagnostics de plan .....	37
Figure 33 : Profil des résultats en fonction des paramètres .....	38
Figure 34: Usure observée/prévue .....	39
Figure 35: Energie observée/prévue .....	39
Figure 36: Estimation du paramétrage optimal .....	40

## Bibliographie

- PLANS D'EXPERIENCES, *Les 6 étapes de réalisation d'un plan d'expérience*, adresse URL :

<http://plan-experiences-alexis.com/methodologie-plan-d-experience-efficace/etape-realisation/>

- JMP, *Design of Experiments (DOE) with JMP*, Adresse URL :

[https://www.jmp.com/en\\_dk/applications/design-of-experiments.html](https://www.jmp.com/en_dk/applications/design-of-experiments.html)

- Le Parisien, *Fiche Métier : Ingénieur R&D*, Adresse URL :

<http://etudiant.aujourd'hui.fr/etudiant/metiers/fiche-metier/ingenieur-rd.html>

- Jacques GOUPY, *Manuel d'utilisation du logiciel JMP*, Adresse URL :

[http://jacques.goupy.pagesperso-orange.fr/Manuel\\_JMP\\_V9\\_1.pdf](http://jacques.goupy.pagesperso-orange.fr/Manuel_JMP_V9_1.pdf)

- Jacques GOUPY, *Les plans d'expériences*, Adresse URL :

<https://www.rocq.inria.fr/axis/modulad/numero-34/Goupy-34/goupy-34.pdf>

## Annexes

### Annexe 1 : Comparaison des valeurs d'usure que j'ai obtenues et celles d'un ancien stagiaire

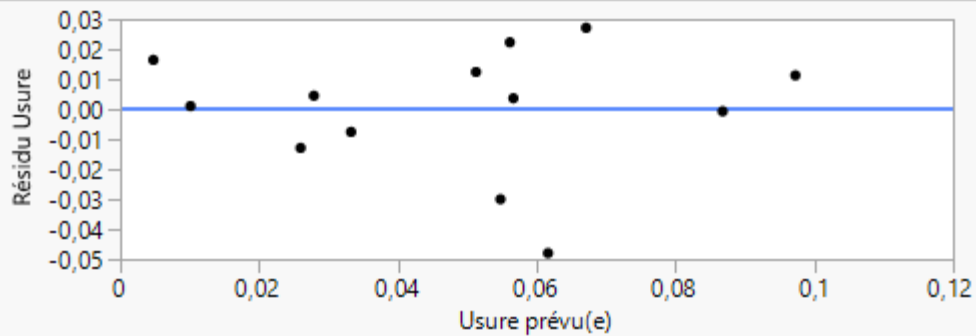
Num Essai	Puissance	Taux de dilution	Taux de remplissage	Taille de billes	Résultats usure
1	6	65	90	1	0,03241505
2	5	65	75	1	0,08611451
3	5	50	75	0,6	0,06370336
4	6	50	90	0,8	0,01309895
5	5	50	90	1	0,02570790
6	5	65	75	0,8	0,10859967
7	5,5	65	75	0,6	0,02480363
8	6	65	90	0,6	0,02121539
9	5,5	57,5	82,5	0,8	0,01368112
10	6	50	75	0,8	0,09429494
11	6	50	75	1	0,06032313
12	5	65	90	0,8	0,07846575
13	5	50	90	0,6	0,01118819

Essais	Billes	Granulométrie (mm)	Durée	Usure totale (%/h)	Usure seule (%/h)	Masse <n-1 (g)
B1	Zirmit.Y	0,1	2h30	0,042	0,042	0,00
B2			5h	0,027	0,027	0,01
B3			7h30	0,018	0,018	0,00
B4			2h30	0,057	0,057	0,00
B5			5h	0,050	0,050	0,00
B6			7h30	0,035	0,035	0,00
B7		0,2	2h30	0,044	0,043	0,01
B8			5h	0,027	0,026	0,01
B9		0,3	2h30	0,038	0,037	0,01
B10			5h	0,031	0,03	0,01
B11		0,6	2h30	0,021	0,021	0,00
B12			5h	0,022	0,022	0,00
B13	Metaspheer	0,16 – 0,3	2h30	0,134	0,132	0,07
B14			5h	0,140	0,138	0,06
B15		0,06 – 0,17	2h30	0,110	0,104	0,24
B16			5h	0,053	0,051	0,06
B17	Dynamic Media	0,18 – 0,25	2h30	0,220	0,196	0,92
B18			5h	0,210	0,182	1,09

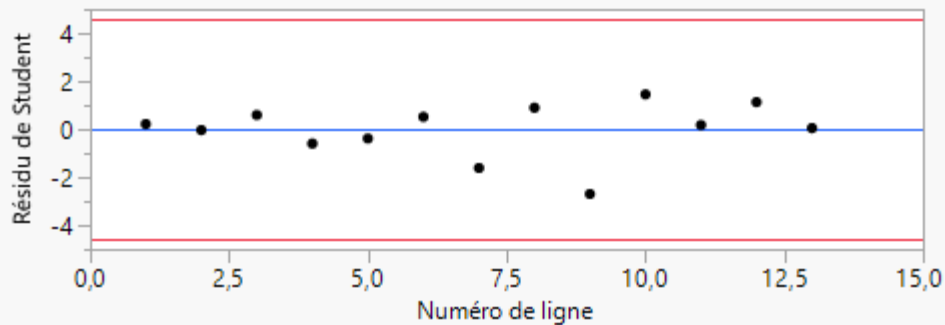


## Annexe 2 : Résidus d'usure et d'énergie

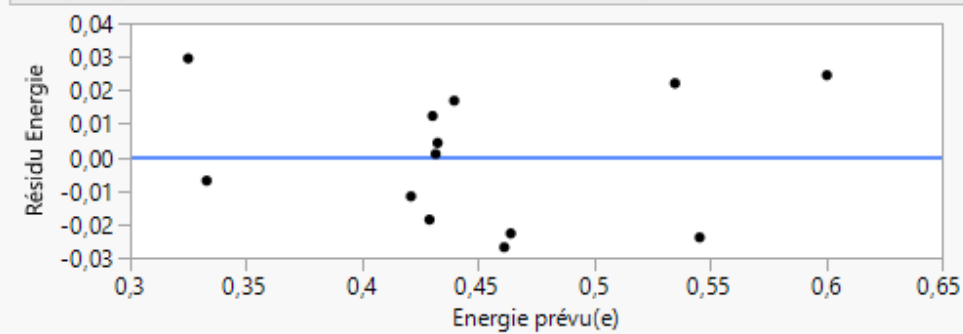
Graphique des résidus en fonction des valeurs prévues



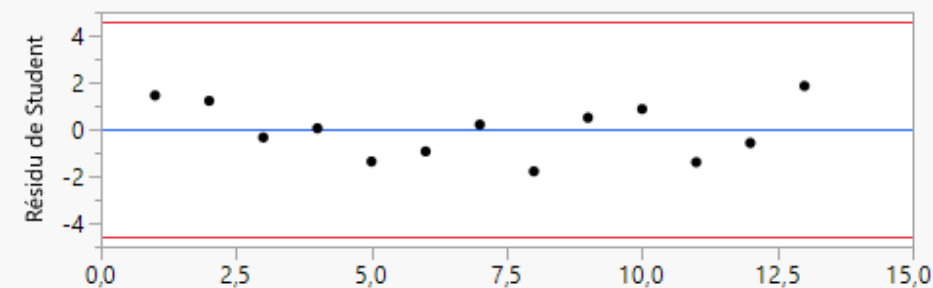
Résidus de Student



Graphique des résidus en fonction des valeurs prévues



Résidus de Student



## Glossaire

i CREE : centre de recherche d'étude européen

ii Zircon : minéral du groupe des silicates

iii Point stage : réunion qui avait lieu à peu près une fois toutes les deux semaines avec ma tutrice, sa supérieure hiérarchique et moi pour faire un bilan de l'avancement de ma mission. Etaient aussi planifiées les horaires pendant lesquels je pourrai utiliser le broyeur sur lequel je devais faire mes essais ou encore pour commander la matière que j'allais broyer.

iv SEPR : société européenne des produits réfractaires, implantée dans la ville du Pontet à 35 km du centre de recherche du CREE où j'étais affecté.

v Catégoriel (multiniveaux) : se dit d'un facteur qui ne prend qu'un nombre fini de valeurs appelés niveaux. Il s'oppose dans le cas des plans d'expériences à la notion de facteur continu qui peut prendre une infinité de valeurs bornées par des limites. Dans l'exemple d'un broyage, un facteur continu serait par exemple le choix des billes de broyage. Il n'y alors qu'un nombre limité de noms de billes.

vi Granulométrie : mesure de dimension des particules. La plupart du temps la particule broyée est assimilée à une sphère dont la dimension retenue est le diamètre.

vii Horizontal Disk Mill : broyeur à disque horizontal, introduit par NETZSCH en 1974, 11 ans après les premiers broyeurs verticaux.

viii Echantillon au début du broyage : lorsque qu'un test était réalisé avec un sac de particules de CC10 qui était d'un même lot de fabrication qu'un sac d'un test déjà réalisé, l'échantillon T0 initial n'était pas prélevé. On pouvait considérer que la granulométrie initiale des particules d'un même lot était la même.

ix Diamètre médian  $d_{50}$  : celui-ci correspond au diamètre de la sphère de volume moyen sur l'échantillon.

x Méthode des moindres carrée : méthode élaborée par Legendre et Gauss au début du XIX<sup>ème</sup> siècle, qui consiste à comparer les données expérimentales à un modèle mathématique censé décrire ces données.

xi Les techniciens travaillent sur le broyeur LME20 de l'usine de la SEPR. La valeur de puissance qu'ils règlent est de 17kW, sur le LME4 que j'utilisais, cela correspondait à une valeur de 5,1 kW.

xii DEA : Diplôme d'études approfondies, équivalent de l'actuelle 2<sup>ème</sup> année de Master

xiii NRDC : Northborough Research and Development Center