

MEMOIRE

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
المكتبة — BIBLIOTHEQUE
présenté à Ecole Nationale Polytechnique

L'Ecole Nationale Polytechnique

pour obtenir le titre de

MAGISTER de l'Ecole Nationale Polytechnique

Option : Métallurgie

par

Ghalia BAGUENANE
née BENALIA

sur le thème :

**ELABORATION DE BALAIS ELECTRIQUES A
BASE DE MELANGES DE POUDRES « CU-C »
ET « CU-C-PB » PAR FRITTAGE**

soutenu le 07 Juillet 1999 devant la commission d'examen :

Président : M.N. MESRATI.....Maître de Conférences (E.N.P.)
Examineurs : MM.M. BOUABDALLAH.....Maître de Conférences (E.N.P.)
A. KASSER.....Chargé de Cours (E.N.P.)
M. BELHADI.....Chargé de cours (U.M.M.T.O.)
Rapporteur : M.A. DAIMELLAH.....Chargé de Cours (E.N.P.)
Invité d'honneur : M.M. BELKAID.....Assistant de qualité (B.C.R.)

المدرسة الوطنية المتعددة الفتيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
École Nationale Polytechnique

*A ma belle mère et ma mère
A mes parents et beaux parents
A celle qui a su m'inculquer l'Amour de la Science
et le Courage de combattre, à Aldjia
A tous mes amis*

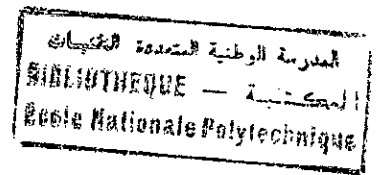
Merci d'avoir fait partie de ma vie... 

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

A mon mari Kaci,

A ma fille Célia... 

AVANT-PROPOS



Ce travail de recherche a été dirigé par Monsieur A. DAIMELLAH, chargé de cours à l'école nationale polytechnique auquel je rends hommage pour sa patience, sa perspicacité et son esprit critique.

La partie « mélange et compression » de ce travail a été réalisée au laboratoire de physico-chimie des matériaux de l'université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou et ce, grâce aux orientations du professeur S. YEFSAH.

Les parties « frittage » et « micrographie » ont été effectuées à l'entreprise Boulonnerie - Coutellerie - Robinetterie (BCR) de Bordj-ménaïel sous la direction de Monsieur ZOUATI, Chef de département technique, Monsieur M. BELKAID, assistant de qualité, Monsieur B. SEDKAOUI, chimiste et Monsieur HAREF, Chef de formation qui m'a facilité l'accès à la BCR.

Je remercie infiniment les membres de jury d'avoir accepté de m'honorer de leur présence et d'évaluer mon travail ; je cite en l'occurrence :

- N. MESRATI, président ;
- M. BOUABDALLAH, membre ;
- A. KASSER, membre ;
- M. BELHADI, membre.

Mes remerciements vont également à l'adresse de Monsieur A. CHENNA, Madame D. MANSOURI et Mademoiselle T. AIT-AHCENE, tous enseignants à l'université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou.

Je n'oublierai pas de remercier énormément Mademoiselle M. AKKOU, maître assistante à l'université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou sans laquelle ce travail n'aurait pas abouti. Je n'omettrai pas de remercier également Mademoiselle S. BOUABDELLAH, responsable du laboratoire de chimie minérale de l'institut des sciences exactes de l'université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou.

Je remercie aussi toutes les personnes qui m'ont aidé et soutenu pour la concrétisation de ce travail.

LISTE DES FIGURES

- Figure 1.1** : diagramme d'équilibre Cuivre - Graphite [2], page 4.
- Figure 1.2** : diagramme d'équilibre Cuivre - Plomb [2], page 4.
- Figure 2.1** : courbes de compressibilité de différentes poudres [4], page 7.
- Figure 2.2** : Pression appliquée par le poinçon supérieur sur une poudre, page 8.
- Figure 2.3** : Compressions unilatérale (a) et bilatérale (b), page 9.
- Figure 2.4** : dispositif de compression isostatique [12], page 9.
- Figure 2.5** : compression de poudres par laminage horizontal [9], page 10.
- Figure 2.6** : zones de traitement dans le four de frittage (diagramme température - temps de frittage) [6], page 10.
- Figure 2.7** : mécanismes de frittage des particules sphériques [12], page 12.
- Figure 2.8** : stades du frittage en présence d'une phase liquide [17], page 14.
- Figure 2.9** : processus de production de la poudre de cuivre par électrolyse [6], page 16.
- Figure 2.10** : variation de la structure des balais avec la teneur en graphite [22], page 21.
- Figure 2.11** : contrainte relative en fonction de la porosité et contrainte thermique en fonction de la température [24], page 22.
- Figure 3.1** : Schéma du pont de WHEASTONE [25], page 28.
- Figure 3.2** : répartition granulométrique de la poudre de cuivre, page 30.
- Figure 3.3** : morphologie de la poudre de cuivre électrolytique, page 30.
- Figure 3.4** : diffractogramme de la poudre de cuivre électrolytique, page 31.
- Figure 3.5** : morphologie de la poudre de cuivre préalliée au graphite, page 31.
- Figure 3.6** : analyse ponctuelle en A de l'échantillon, page 32.
- Figure 3.7** : analyse ponctuelle en B de l'échantillon, page 32.
- Figure 3.8** : morphologie de la poudre de graphite et de plomb, page 33.
- Figure 3.9** : diffractogramme de la poudre de graphite, page 34.
- Figure 3.10** : répartition granulométrique de la poudre de plomb, page 34.

Figure 3.9 : diffractogramme de la poudre de plomb, page 35.

Figure 4.1 : densité relative en fonction de la pression du mélange A, page 38.

Figure 4.2 : densité relative en fonction de la pression du mélange B, page 38.

Figure 4.3 : densité relative en fonction de la pression du mélange B', page 38.

Figure 4.4 : densité relative en fonction de la pression du mélange C, page 39.

Figure 4.5 : densité relative en fonction de la pression du mélange C', page 39.

Figure 4.6 : densité relative en fonction de la pression du mélange D, page 39.

Figure 4.7 : densité relative en fonction de la pression des mélanges A à D, page 40.

Figure 4.8 : transformées de Heckel du mélange A, page 42.

Figure 4.9 : transformées de Heckel du mélange B, page 42.

Figure 4.10 : transformées de Heckel du mélange B', page 43.

Figure 4.11 : transformées de Heckel du mélange C, page 43.

Figure 4.12 : transformées de Heckel du mélange C', page 43.

Figure 4.13 : transformées de Heckel du mélange D, page 44.

Figure 4.14 : transformées de Heckel des mélanges A à D, page 44.

Figure 4.15 : point de rupture de pente en fonction de la teneur en graphite et/ou en plomb, page 45.

Figure 5.1 : densité relative en fonction de la teneur en graphite (0, 3 et 10%) des mélanges A, B, C et C', page 48.

Figure 5.2 : densité relative en fonction de la teneur en plomb (0, 1 et 5%) des mélanges A, B' et D, page 48.

Figure 5.3 : retrait volumique en fonction de la teneur en graphite des mélanges A, B, C et C', page 50.

Figure 5.4 : retrait volumique en fonction de la teneur en plomb des mélanges A, B' et D, page 50.

Figure 5.5 : conductivité en fonction du temps de frittage pour $T=950^{\circ}\text{C}$, page 53.

Figure 5.6 : mélange A (cuivre pur) attaqué au NH_4OH , page 54.

Figure 5.7 : mélange A (cuivre pur) attaqué au NH_4OH , page 55.

Figure 5.8 : mélange B (Cu-3%G) attaqué au NH_4OH , page 55.

Figure 5.9 : mélange B (Cu-3%G) attaqué au NH_4OH , page 56.

Figure 5.10 : mélange B' (Cu-2%G-1%Pb) attaqué au NH_4OH , page 56.

Figure 5.11 : mélange B' (Cu-2%G-1%Pb) attaqué au NH_4OH , page 57.

Figure 5.12 : mélange C (Cu-10%G, FACIA) attaqué au NH_4OH , page 57.

Figure 5.13 : mélange C (Cu-10%G, FACIA) attaqué au NH_4OH , page 58.

Figure 5.14 : mélange C' (Cu-10%G) attaqué au NH_4OH , page 58.

Figure 5.15 : mélange C' (Cu-10%G) attaqué au NH_4OH , page 59.

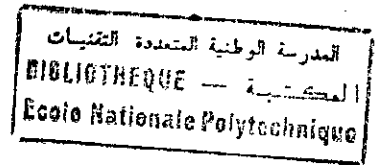
Figure 5.16 : mélange D (Cu-5%G-5%Pb) attaqué au NH_4OH , page 59.

Figure 5.17 : mélange D (Cu-5%G-5%Pb) attaqué au NH_4OH , page 60.

LISTE DES TABLEAUX

- Tableau 2.1** : mécanismes de frittage en phase solide [4], page 13.
- Tableau 2.2** : conditions types d'obtention d'une poudre électrolytique [19], page 16.
- Tableau 2.3** : caractéristiques types des alliages cuivre - graphite [20], page 20.
- Tableau 2.4** : influence de la teneur en cuivre sur la structure [21], page 21.
- Tableau 2.5** : propriétés mécaniques et électriques des alliages étudiés [23], page 22.
- Tableau 2.6** : conductivités électrique et thermique et résistance à la traction du cuivre en fonction de la porosité [24], page 23.
- Tableau 3.1** : composition chimique des points A et B, page 33.
- Tableau 4.1** : caractéristiques des comprimés, page 37.
- Tableau 4.2** : densité apparente d_0 des mélanges obtenus, page 41.
- Tableau 4.3** : valeurs des constantes A et B des comprimés, page 45.
- Tableau 5.1** : cycles thermiques de frittage, page 47.
- Tableau 5.2** : résultats du calcul de la densité relative des frittés, page 47.
- Tableau 5.3** : variation relative du retrait en fonction de la température de frittage, page 49.
- Tableau 5.4** : résultats du calcul de la conductivité électrique, page 52.
- Tableau 5.5** : résultats de la dureté HRF des produits frittés, page 61.

TABLE DES MATIERES



INTRODUCTION

CHAPITRE 1 : POSITION DU PROBLEME D'ELABORATION DES MELANGES CU-C ET CU-C-PB .01

CHAPITRE 2 : RECHERCHE BIBLIOGRAPHIQUE	.05
2-1 Etude de la compression des poudres.....	.05
2-1-1 Compression uniaxiale.....	.07
2-1-2 Compression isostatique.....	.09
2-1-3 Compression par laminage à froid.....	.09
2-2 Etude du frittage des poudres.....	.10
2-2-1 Frittage en phase solide.....	.11
2-2-2 Mécanismes de frittage en phase solide.....	.11
2-2-3 Frittage en phase liquide.....	.13
2-3 Propriétés des poudres de cuivre, graphite et plomb.....	.15
2-3-1 Le cuivre métallique.....	.15
2-3-1-1 Propriétés du cuivre.....	.15
2-3-1-2 Production de la poudre de cuivre.....	.16
2-3-1-3 Influence des impuretés sur le cuivre.....	.17
2-3-2 Le graphite.....	.17
2-3-2-1 Propriétés du graphite.....	.17
2-3-2-2 Production de la poudre de graphite.....	.18
2-3-3 Le plomb.....	.19
2-3-3-1 Propriétés du plomb.....	.19
2-3-3-2 Production de la poudre de plomb.....	.20
2-4 Composition chimique type des alliages étudiés.....	.20
2-5 Propriétés mécaniques et électriques des alliages cuivre - carbone étudiés.....	.21

CHAPITRE 3 : TECHNIQUES EXPERIMENTALES

ET MATIERES PREMIERES	.24
3-1 Techniques expérimentales.....	.24
3-1-1 Microscopie optique.....	..24
3-1-2 Microscopie électronique à balayage (M.E.B.).....	..25
3-1-3 Diffraction de rayons X (D.R.X.).....	..25
3-1-4 Compression uniaxiale.....	..26
3-1-5 Frittage des comprimés.....	..26
3-1-6 Dureté.....	..26
3-1-7 Conductivité électrique.....	..27
3-2 Matières premières.....	.29
3-2-1 Le cuivre.....	..29
3-2-2 Le graphite.....	..33
3-2-3 Le plomb.....	..34

CHAPITRE 4 : COMPRESSIBILITE DES

MELANGES CUIVRE - CARBONE ET

CUIVRE - CARBONE - PLOMB

	.36
4-1 Courbes « densité relative - pression ».....	.36
4-2 Courbes $1/\{1-\ln[1-(d/d_0)]\} - P$.....	.41

CHAPITRE 5 : FRITTAGE ET CARACTERISATION

DES COMPRIMES CU-C ET CU-C-PB

	.46
5-1 Frittage des comprimés.....	.46
5-1-1 Influence de la teneur en éléments d'alliage (graphite et plomb) sur la densité relative.....	..48
5-1-1-1 Mélanges Cu-C frittés à 950°C et 1000°C pendant t=1h puis t=2h.....	..49
5-1-1-2 Mélanges Cu-C-Pb frittés à 950°C et 1000°C pendant t=1h puis t=2h.....	..49
5-1-2 Influence de la température sur le retrait volumique.....	..49
5-1-2-1 Mélanges frittés à T=950°C pendant t=1h puis t=2h.....	..50
5-1-2-2 Mélanges frittés à T=1000°C pendant t=1h puis t=2h.....	..51
5-2 Caractérisation des produits frittés.....	.51
5-2-1 Mesure de la conductivité électrique des produits frittés.51
5-2-2 Microscopie métallographique des produits frittés.....	..54

5-2-2-1 Cas du cuivre pur.....	54
5-2-2-2 Cas du mélange B (97%Cu-3%C).....	55
5-2-2-3 Cas du mélange B' (97%Cu-2%C-1%Pb).....	56
5-2-2-4 Cas du mélange C (90%Cu-10%C, FACIA).....	57
5-2-2-5 Cas du mélange C' (90%Cu-10%C).....	58
5-2-2-6 Cas du mélange D (90%Cu-5%C-5%Pb).....	59
5-2-3 Mesure de la dureté des produits frittés.....	60

CONCLUSION .62

BIBLIOGRAPHIE .63

INTRODUCTION

Au cours des vingt dernières années, les produits métalliques frittés tels que les balais électriques à base de « cuivre - carbone » et autres éléments (Pb, Sn, ...) ont connu un essor remarquable. Ces mélanges, qui sont des matériaux pour contacts électriques (circuits de conjonction - disjonction), sont utilisés dans de très nombreuses industries de pointe telles que : l'électrotechnique, l'électronique, l'aéronautique, le génie chimique, l'automobile, l'armement, ...

La métallurgie des poudres connaît un accroissement du tonnage de 10% tous les ans ; ce qui est remarquable. Cette technique met à profit deux comportements du solide à l'état de poudre :

- possibilité de transformer par compression à froid une masse de poudre en une pièce agglomérée de forme et dimensions déterminées ;
- existence d'un phénomène de frittage entre particules solides permettant la consolidation par transport de matière et recristallisation de l'aggloméré par chauffage à une température de fusion de l'un des éléments ;
- élaboration des mélanges de poudres à solubilité nulle impossible à obtenir par la méthode classique (coulée).

Il faut noter également des caractéristiques d'importance économique considérables telles que :

- matière première (poudres) utilisée pratiquement à 100% ;
- composition chimique facilement ajustée lors des mélanges des poudres ;
- uniformité des dimensions et de propriétés des pièces ;
- création sur mesure de matériaux à plusieurs phases et à texture prédéterminée en vue d'obtenir les propriétés physiques et mécaniques exigées par la norme.

C'est dans ce contexte que nous avons choisi la technique de métallurgie des poudres dans le cadre de notre projet de recherche, à savoir l'élaboration d'un matériau à base d'alliage cuivre - carbone et cuivre - carbone - plomb. Ce matériau possède des propriétés exceptionnelles utilisées dans divers domaines notamment dans le domaine

de l'électrotechnique et ce, pour sa grande qualité de conduire l'électricité et de résister à l'usure (présence de graphite).

L'objectif est l'étude de l'influence des ajouts de graphite et de plomb sur la microstructure, la microdureté et la conductivité électrique. La mesure de cette dernière propriété permet d'identifier les défauts (pores, impuretés, ...) présents dans la masse de l'alliage comprimé et fritté.

Le but de cette investigation est d'optimiser la qualité de cet alliage conformément aux exigences nationales (machines disponibles, ...). A cet effet, on note que seules quelques entreprises privées importent le produit semi - fini (en blocs) afin d'en fabriquer des balais électriques. Ces blocs de matière sont découpés aux formes et dimensions exigées puis soudés à des fils électriques auxquels sont rattachés des cosses afin de jouer leur rôle de conducteur de courant dans les moteurs.

La première partie de notre travail est consacrée à la recherche bibliographique dans laquelle nous énumérons les différents mécanismes de compression et frittage ainsi que les divers types de compression et de frittage et leur influence sur la conductivité électrique.

Dans la seconde partie, nous exposons toutes les techniques expérimentales que nous avons utilisées tout le long de notre recherche ainsi que les matières premières qui permettent de réaliser les produits Cu-C et Cu-C-Pb. On fera remarquer qu'une partie a été réservée à la caractérisation des poudres de base.

La discussion des résultats de la compression constitue la troisième partie de cette thèse.

Le traitement thermique des produits comprimés permet une caractérisation au microscope optique, au microscope électronique et au microduromètre. Le calcul de la conductivité électrique permet de conclure quant au comportement physique des produits élaborés.

Notre investigation s'achève par une conclusion dans laquelle nous dressons le plus important des résultats trouvés ainsi que les différentes perspectives pour la suite de ce travail.

CHAPITRE 1 : POSITION DU PROBLEME

D'ELABORATION DES MELANGES CU-C ET CU-C-PB

Les matériaux pour contacts électriques ou conducteurs métalliques peuvent être des solides ou des liquides, purs ou alliés, mais ils présentent, tous, les caractéristiques fondamentales suivantes :

- leur conductivité électrique est grande, mais non infinie : elle de l'ordre de 10^{+6} à 10^{+8} $1/\Omega\text{m}$ à la température ambiante et peut dépasser 10^{+11} ou 10^{+12} S/m aux températures voisines de 0°K ;
- leur conductibilité électrique est due à la présence, dans leur structure atomique, d'une bande de valence non saturée en électrons permettant aux électrons de cette bande de passer d'un atome à l'autre sous l'influence, en particulier, d'un champ électrique.

Par ailleurs, on sait que les matériaux pour contacts électriques sont aussi vieux que la technologie électrique, mais leur théorie n'a été élucidée que très récemment ; aussi, le développement des matériaux pour contact électrique est très empirique. Dans son étude, Keil [1] a proposé la division de ces matériaux de contact en cinq (05) groupes qui constituent une base pour le choix à l'utilisation et, a suggéré des matériaux pour les quatre (04) premiers groupes. Les résultats de ses recherches sont rassemblés dans les cinq groupes qui suivent :

- groupe I : ou groupe de contacts qui représentent tous les interrupteurs (switch) pratiquement sans charge électrique (load). Le courant n'affecte donc pas les surfaces de contact avec les « disjonctions - conjonctions » répétées. Les matériaux utilisés pour ce groupe sont : argent (Ag), or (Au), ruthénium (Rh), platine (Pt) et leurs différents alliages ;
- groupe II : ou groupe de contacts qui possèdent des voltages et des courants faibles. Dans les matériaux de ce groupe, un transport de courant de l'anode vers la cathode est observé avant les opérations de « disjonction - conjonction ». Les matériaux concernés par ce groupe sont : cuivre (Cu), argent (Ag), or (Au), palladium (Pd), platine (Pt) et leurs alliages ;

- groupe III : ou groupe de contacts, à charges électriques moyennes. Les matériaux de ce groupe sont utilisés pour des applications de « disjonction - disjonction » et entraînent un transport de courant de la cathode vers l'anode. Les matériaux de ce groupe sont : cuivre (Cu), argent (Ag), palladium (Pd), platine (Pt), tungstène (W) et les matériaux composites ;
- groupe IV : ou groupe de contacts à fortes charges électriques ou « burn-off occurs ». Les matériaux concernés par ce groupe sont : molybdène (Mo), tungstène (W) et les matériaux composites ;
- groupe V : ou groupe de contacts par glissement.

L'étude d'une application électrotechnique de ces alliages suppose la connaissance d'un grand nombre de propriétés des conducteurs métalliques. Parmi ces propriétés, on cite :

- les propriétés électriques où il s'agit essentiellement de la résistivité électrique, mais il ne faut pas oublier les phénomènes parasites en courant et en champ magnétique continu ou alternatif qui modifient cette propriété ;
- les propriétés thermiques telles que : chaleur spécifique, conductibilité thermique, coefficient de dilatation, point de fusion, ... ;
- les propriétés mécaniques telles que : limite et module d'élasticité, résistance à la rupture en traction, le coefficient de Poisson, la résilience, ... ;
- les propriétés chimiques qui sont nombreuses mais, la plus prise en compte est la résistance à la corrosion, qui peut être, dans certains cas, un critère de choix des matériaux électrotechniques ;
- les propriétés techniques telles que les propriétés relatives aux méthodes de préparation sous la forme désirée en électrotechnique, aux traitements thermomécaniques, à des cas particuliers d'isolation électrique et surtout aux procédés d'assemblage.

Le matériau clé pour la fabrication des matériaux de contacts est le cuivre. En fait, le cuivre le plus utilisé en électrotechnique est le cuivre électrolytique, obtenu par électrolyse d'une solution de sulfate de cuivre avec anodes solubles en cuivre brut et cathodes en cuivre pur. La pureté du métal obtenu est supérieure à 99,9%, elle dépend de la pureté du métal de départ (anode soluble). Ce qui rend son prix de revient élevé

voire même très élevé (cas de certains cuivres de très haute pureté) et ce, à cause de la consommation énorme d'énergie nécessaire à sa purification, alors que le procédé électrolytique ne nécessite que 300kWh par tonne de métal déposé. La production du cuivre en France est négligeable devant la consommation qu'en fait l'industrie électrique. Par contre, la consommation en cuivre de l'industrie électrique, qui représente plus de 15% du total des approvisionnements de cette industrie, était de 99000 tonnes en 1965, 166000 tonnes en 1966, 169000 en 1967 et 172700 en 1968. Le prix de revient du cuivre présente la particularité très marquée d'être affecté par des variations importantes et brutales, mais il est sûr que son prix annuel moyen augmente beaucoup plus rapidement que celui de l'aluminium. En outre, les pays qui le produisent sont en quantités très réduites ; ce qui fait qu'ils détiennent le monopole des produits finis ou semi finis fabriqués à base de ce matériau relativement cher et entraîne de fortes spéculations sur son prix.

C'est dans le but d'éviter nombre de ces problèmes que des entreprises Algériennes se sont attelées à importer le produit semi fini (en blocs) pour fabriquer les éléments de contacts tels que les balais électriques. La mise en forme (découpage, collage des fils électriques et cosses) de ces blocs qui servent à fabriquer les différents types de balais électriques se fait en Algérie. On fera remarquer que plusieurs sociétés, notamment nationales, utilisent divers types de balais électriques qui sont obtenus à partir des différents mélanges ; parmi ces sociétés, on cite :

- Société Nationale de Véhicules Industriels (SNVI) ;
- Société Nationale de Transport Ferroviaire (SNTF) ;
- Société Nationale des Hydrocarbures (SONATRACH) ;
- Cimenteries, ...

De ce fait, il apparaît qu'approximativement 30 à 35% de la demande globale est satisfaite par la production nationale ; ce qui correspond par an pour l'année 1993 à :

- 700000 balais industriels ;
- 800000 balais automobiles ;
- 100000 balais pour outillages et appareils électro-rotatifs.

On note que l'industrie des balais électriques dépend du rendement des installations et de la rentabilité de la production de ces matériaux. Pour cela, un choix judicieux des

installations et une maîtrise des facteurs technologiques s'imposent afin d'oeuvrer à une meilleure exploitation économique. Par ailleurs, la maîtrise des paramètres technologiques est liée à celle des propriétés des matériaux utilisés telles que :

- la nature des poudres de départ (pureté, forme, répartition granulométrique, ...)
- les paramètres de compression et conditions de frittage ;
- les transformations structurales qui en découlent (répartition et forme des grains, nombre et nature des phases présentes, ...).

A cet effet, l'étude du diagrammes d'équilibre Cu-C ou Cu-Pb révèle :

- une solubilité du graphite ou du plomb dans le cuivre nulle ;
- une présence de cristaux de cuivre, graphite et plomb à la température ambiante (cf. figures 1.1 et 1.2).

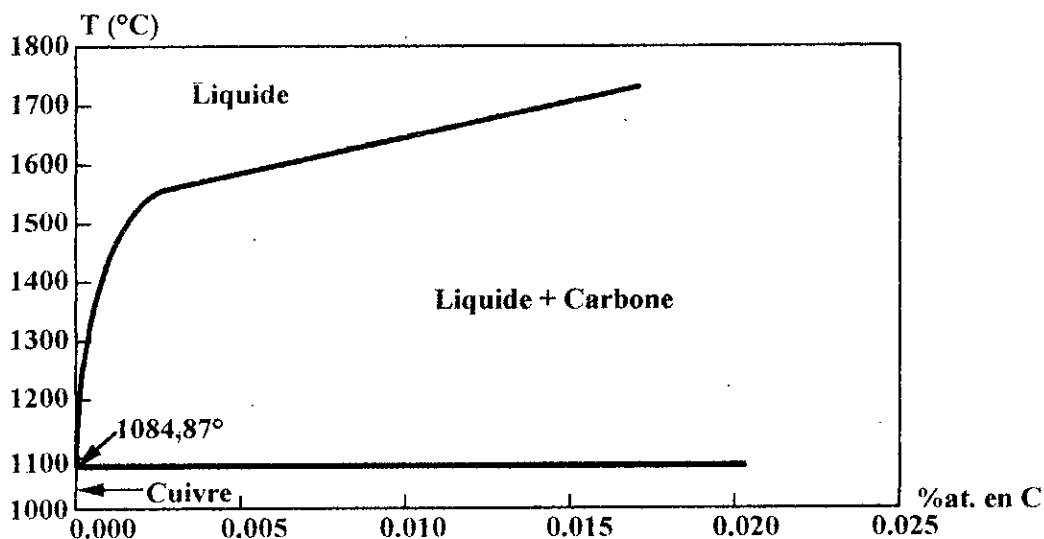


Fig.1.1 : diagramme d'équilibre Cuivre - Carbone [2].

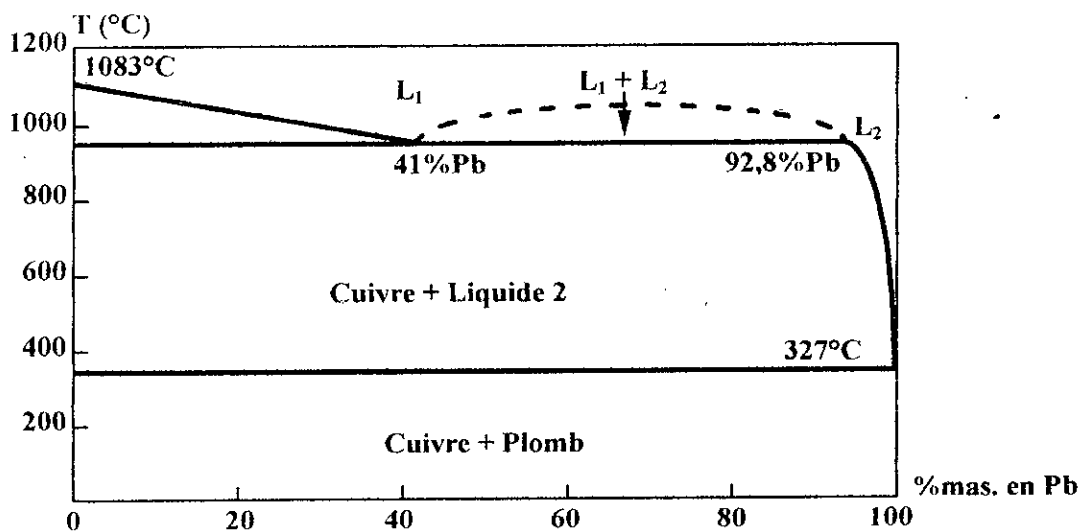


Fig.1.2 : diagramme d'équilibre Cuivre - Plomb [2].

CHAPITRE 2 : RECHERCHE BIBLIOGRAPHIQUE

La recherche bibliographique concerne la théorie de la compression, les différents mécanismes qui interviennent lors du traitement thermique de frittage (réarrangement, déformation plastique aux points de contact entre particules, fragmentation et déformation plastique dominante, ...) ainsi que les propriétés physico-chimiques et mécaniques des poudres que nous avons utilisé (cuivre, graphite, plomb).

2-1 Etude de la compression des poudres

L'étude de la compression des poudres se fait à partir du tracé de la variation de la densité en fonction de la pression appliquée. Plusieurs études ont permis de déterminer des équations paramétriques donnant les courbes « densité - pression » des poudres. Ces données ont facilité la caractérisation des poudres au moyen de coefficients liés aux propriétés intrinsèques du matériau [3].

Pour expliquer les différents mécanismes se produisant lors du compactage à froid, certaines équations proposées permettent de relier la densité relative et la pression. Mais, la relation la plus utilisée est celle de Shapiro-Kolthoff car elle est justifiée théoriquement par Torre [4]. Ce dernier suppose que le matériau est un solide fortement plastique parfait. Une deuxième justification est que le compactage des poudres est considéré comme une réaction chimique de premier ordre. La cinétique du processus est décrite par une relation de proportionnalité entre la variation de la densité avec la pression et la fraction de porosité :

$$\frac{dD}{dP} = K (1 - D) \quad (2.1)$$

Avec : D : densité relative qui est le rapport de la densité apparente du comprimé à celle du métal à densité maximale, en %
 P : pression appliquée, en MPa ;
 K : constante.

Après intégration, on obtient la relation de Shapiro-Kolthoff :

$$\text{Ln}\left[\frac{1}{1-D}\right] = KP + A \quad (2.2)$$

Avec : A : constante d'intégration.

Les résultats expérimentaux de certains travaux [5, 6] ont permis de trouver une relation mathématique entre la pression appliquée et la densité relative du comprimée.

Ainsi, Bal'shin [7] a proposé la relation suivante :

$$\text{Ln}P = AV_r + B \quad (2.3)$$

Avec : P : pression appliquée, en MPa ;

V_r : volume relatif, en cm^3 ;

A : constante ayant la dimension du module d'élasticité, en MPa ;

B : constante.

Cette relation n'est valable qu'aux basses pressions car elle prédit un volume relatif de la poudre beaucoup plus petit que celui prévu à ces pressions. Heckel [8] a proposé une autre équation qui vérifie les conditions aux limites :

$$P = \frac{1}{K} \left[\text{Ln}\left(\frac{1}{1-D}\right) + B \right] \quad (2.4)$$

Avec : D : densité relative du comprimé, en % ;

P : pression appliquée, en MPa ;

K et B : constantes d'intégration.

De ce fait, les résultats expérimentaux de certains travaux [9, 10] ont permis de tracer les courbes de compressibilité de plusieurs poudres (cf. figure 2.1). On remarque sur la courbe de chaque matériau deux domaines linéaires distincts :

- domaine I, à basse pression, relié au réarrangement des particules et aux déformations élastiques qui ont lieu dans les zones de contact entre particules.

Cette étape ne demande que de faibles pressions ;

- domaine II, à haute pression, qui caractérise le durcissement par écroutissage des particules avec déformation plastique dominante. La taille des grains influe sur le frottement entre particules, la taille des pores et l'empilement. La compression à hautes pressions des poudres fines est caractérisée par un frottement important et très difficile alors que les poudres grossières et lisses présentent une meilleure densification durant la compression.

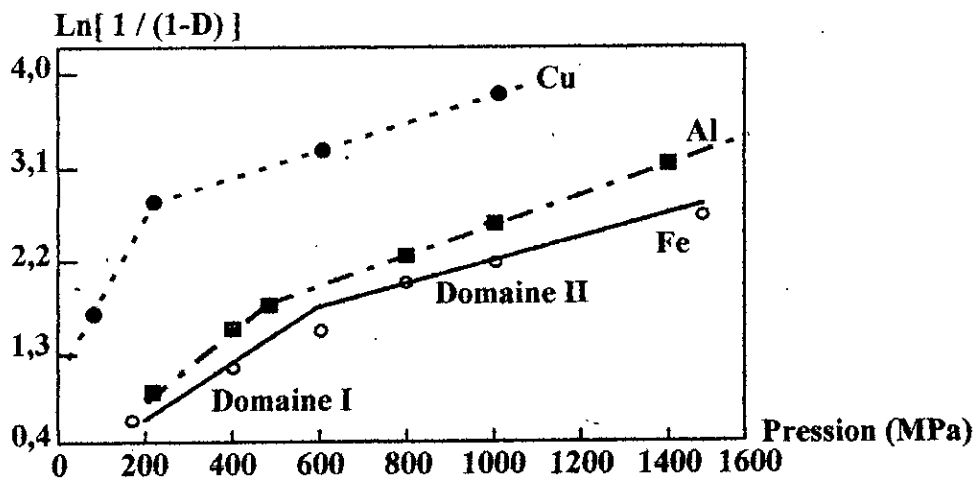


Fig.2.1 : courbes de compressibilité de différentes poudres [4].

Différents auteurs ont alors conclu quant aux phénomènes qui interviennent lors de la compression :

- glissement et réarrangement des particules sous l'effet de la pression ;
- apparition de la déformation élastique dans la zone de contact ;
- déformation plastique des particules et éventuellement fragmentation dans le cas de matériaux fragiles.

Les méthodes de compression sont très diversifiées. On en cite, dans ce qui suit, les plus utilisées, à savoir :

- les compressions unilatérale et bilatérale ;
- la compression isostatique ;
- le laminage à froid.

2-1-1 Compression uniaxiale

Au cours de la compression uniaxiale, la force de friction entre la poudre et les parois du moule devient un facteur important en ce sens qu'elle contrôle l'uniformité

de la densité du matériau comprimé. Cette force de friction cause des variations de pression transférée à la poudre, phénomène qui provoque des hétérogénéités de densité dans les comprimés. Ce phénomène dépend des caractéristiques intrinsèques des poudres utilisées (dureté, durcissement par écrouissage, friction et liaisons chimiques) et extrinsèques (taille, forme et surface spécifique des particules). Le schéma classique de la compression, qui consiste en un piston dans un cylindre, nous permet d'étudier le comportement des poudres micrométriques lors du processus de compactage. A cet effet, les travaux d'Unkel [11] ont montré que, si la pression n'est appliquée que d'un seul côté par exemple à la partie supérieure de la matrice, les particules voisines du piston sont fortement agglomérées par rapport à celles situées au fond. Cependant, les particules situées initialement dans une même section droite se retrouvent après compression sur une surface dont la forme générale est parabolique. La figure 2.2 ci-dessous montre un compact cylindrique dans lequel la pression est appliquée par le poinçon supérieur.

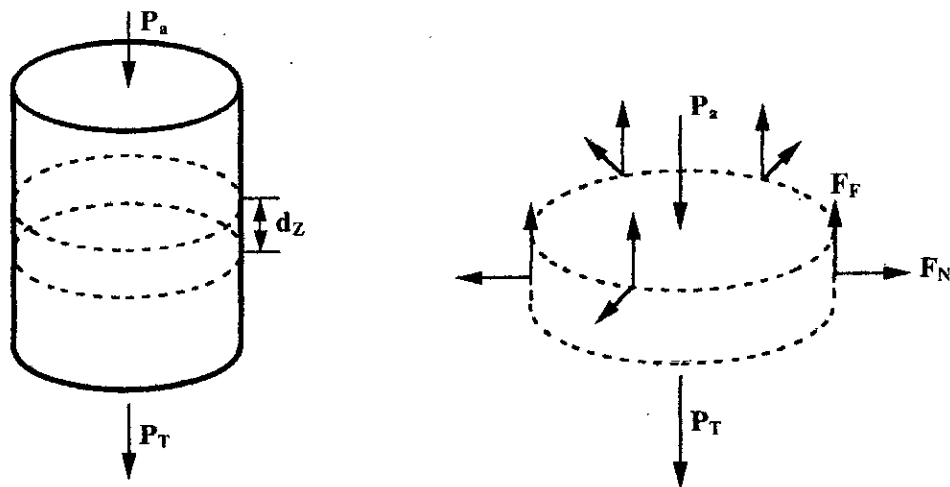


Fig.2.2 : Pression appliquée par le poinçon supérieur sur une poudre.

Avec : P_a : pression appliquée, en MPa ;
 P_T : pression transmise, en MPa ;
 F_N : force normale ; en N ;
 F_F : force tangentielle, en N.

Malgré toutes les précautions (lubrification des parois, ...), des forces de frottements subsistent et provoquent des gradients de pression dans le comprimé. La compression uniaxiale peut être soit unilatérale (cf. figure 2.3a) soit bilatérale (application d'une

pression sur les poinçons supérieur et inférieur simultanément). Cette dernière présente une meilleure densification (cf. figure 2.3b).

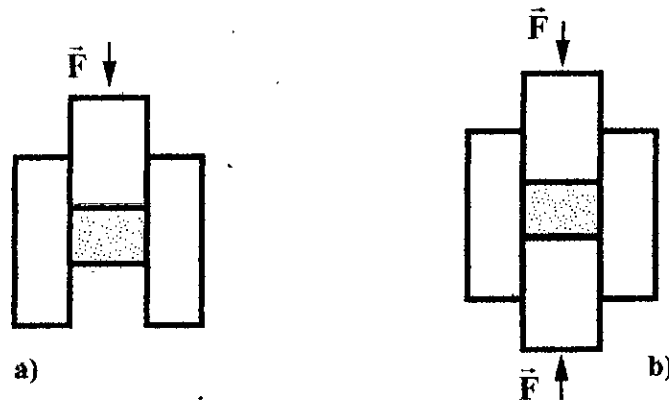


Fig.2.3 : Compressions unilatérale (a) et bilatérale (b).

2-1-2 Compression isostatique

Cette méthode permet de réaliser l'application d'une pression uniforme sur toute la surface du comprimé. Avant la compression, le mélange de poudres est placé dans une enveloppe flexible en caoutchouc immergée dans un fluide. L'ensemble est mis sous pression pour réaliser la densification. La figure 2.4 ci-dessous montre le principe de la compression isostatique.

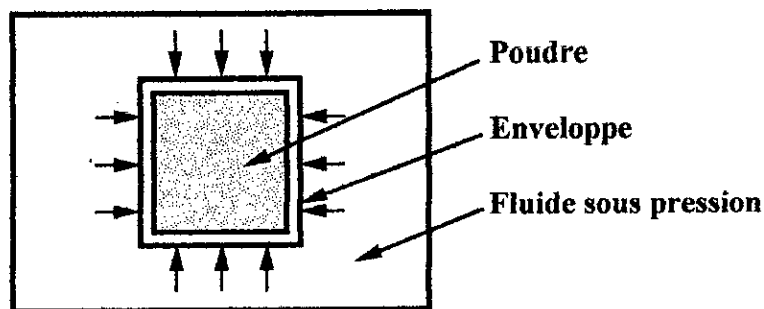


Fig.2.4 : dispositif de compression isostatique [12].

Ce type de compression a l'avantage de donner des densités uniformes dans toute la masse de la pièce et permet de réaliser des pièces complexes mais le contrôle de leurs dimensions demeure très difficile.

2-1-3 Compression par laminage à froid

La poudre est introduite horizontalement entre les cylindres d'un laminoir comme le montre la figure 2.5. Le produit final se présente sous forme de bandes de 2 à 6 millimètres d'épaisseur. Ce dernier est directement introduit dans le four de frittage

comme il est schématisé dans la figure 2.6. Les propriétés exigées sont obtenues après plusieurs passes de déformation suivies de recuits successifs.

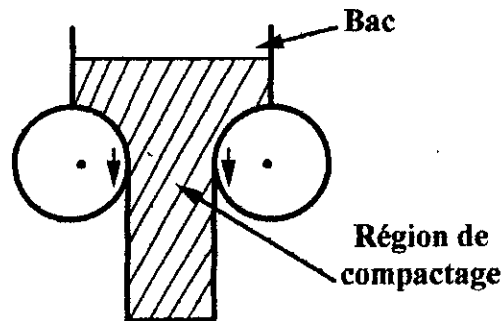


Fig.2.5 : compression de poudres par laminage horizontal [9].

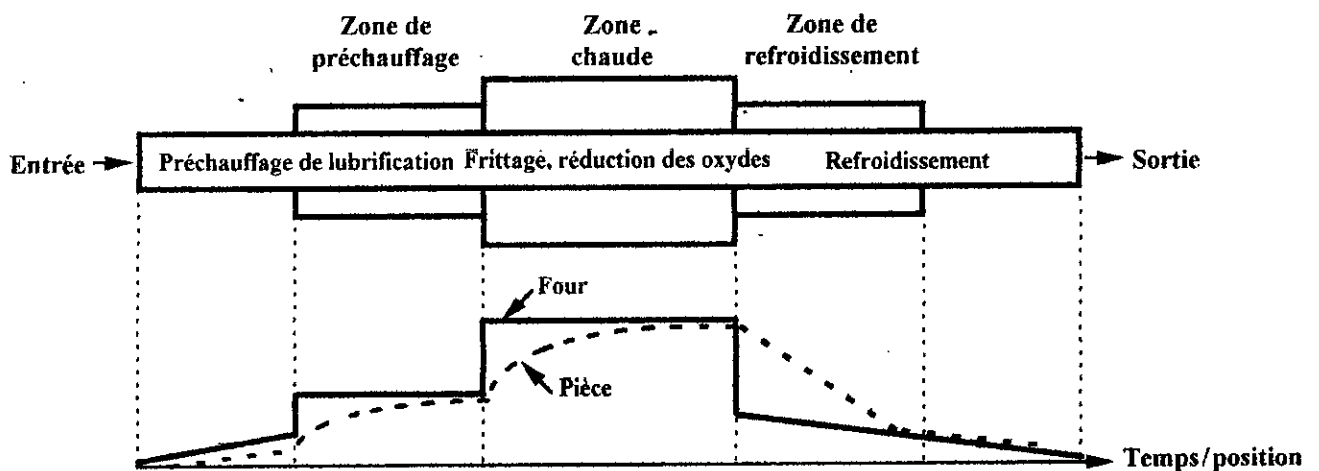


Fig.2.6 : zones de traitement dans le four de frittage (diagramme température - temps de frittage) [6].

2-2 Etude du frittage des poudres

Les travaux de recherche sur les approches quantitatives du frittage ont débuté vers les années quarante avec Frenkel et plus particulièrement avec Kuczynski. Depuis, les modèles théoriques se sont affirmés mais leur vérification expérimentale est toujours extrêmement délicate. En effet, les premiers modèles se sont basés sur l'étude de l'évolution de billes posées sur une surface de même nature [13]. Ces conditions sont éloignées de la réalité du frittage d'un agrégat de particules. En outre, même dans les cas les plus simples, les équations relatives au début du frittage sont calculées en faisant plusieurs approximations telles que :

- particules parfaitement sphériques ;
- propriétés physiques isotopiques ; ...

Cependant, l'utilisation de certaines poudres millimétriques ou même micrométriques a permis la vérification de certains modèles dans des conditions expérimentales proches de la réalité. Ces modèles ont également permis d'approfondir la compréhension des divers mécanismes qui interviennent au cours du frittage de poudres conventionnelles ; ils rendent ainsi compte des phénomènes observés expérimentalement. Au fait, il existe plusieurs types de frittage parmi lesquels on cite les plus essentiels, à savoir :

- frittage en phase solide ;
- frittage en phase liquide.

2-2-1 Frittage en phase solide

Le frittage en phase solide est l'ensemble des phénomènes qui provoquent lors d'un traitement thermique la formation et la croissance de ponts entre particules d'un milieu pulvérulent par la diffusion d'atomes sans fusion de l'échantillon. Pendant le frittage en phase solide, il y a redistribution de la matière ; ce qui tend à minimiser l'énergie de surface du milieu divisé (particules). Cette énergie dépend de la propreté des interfaces considérées (exemptes d'oxydes) et des éléments ajoutés qui peuvent modifier l'énergie interfaciale et donc le frittage.

Le travail « $d\omega$ » fourni pour créer une surface est proportionnel au nombre d'atomes transférés à la surface et à la nouvelle surface « dS » créée, c'est à dire :

$$d\omega = \gamma dS \quad (2.5)$$

Avec : γ : tension de surface.

A l'échelle atomique, la tension superficielle varie suivant les plans cristallographiques qui délimitent la surface. A l'état initial, l'énergie de surface du système est fonction de la tension superficielle du matériau et de la surface totale de ces particules.

2-2-2 Mécanismes de frittage en phase solide

Les transformations susceptibles d'intervenir dans un matériau au cours d'un frittage en phase solide, particulièrement au début du traitement, peuvent être interprétés par l'intervention des phénomènes suivants :

- écoulement visqueux ou plastique ;
- transport de matière en phase gazeuse ;
- transport de matière par diffusion.

Les divers mécanismes qui peuvent être suivis par la matière au cours du frittage sont illustrés dans la figure 2.7 ci-après. Après quelques approximations, ces schémas de transport sont utilisés comme base de calcul théorique décrivant les différents parcours de cette matière.

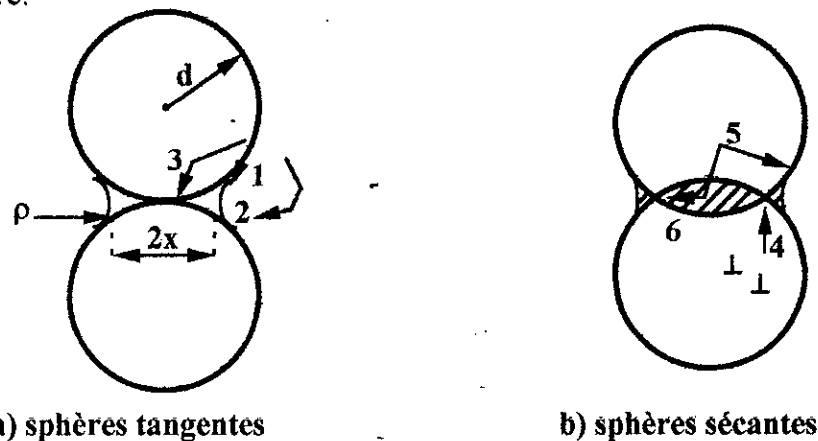


Fig.2.7 : mécanismes de frittage des particules sphériques [12].

D'après certaines recherches dans le domaine micrométrique, quelques uns des mécanismes peuvent conduire à une densification du matériau et d'autres non. Selon la nature du matériau, sa granulométrie et les conditions choisies (température, atmosphère, ...), l'un ou l'autre de ces mécanismes peut être privilégié et d'autres peuvent être couplés. Les mécanismes de frittage en phase solide se distinguent par les différentes sources de matière, qui alimentent les ponts de raccordement et assurent ainsi leur croissance [14]. Le tableau 2.1 ci-dessous donne les cinq principaux mécanismes susceptibles d'intervenir lors d'un frittage en phase solide.

Thümmler et Thomma [15] décrivent le frittage en phase solide par les trois (03) stades distincts suivants :

- stade I : croissance des ponts, les particules sont encore individuelles ;
- stade II : étape intermédiaire pendant laquelle les ponts se développent, les particules perdent leur individualité et les pores s'arrondissent ;
- stade III : étape finale durant laquelle les pores s'isolent et deviennent complètement sphériques.

Tableau 2.1 : mécanismes de frittage en phase solide [4].

Mécanisme	Type de transport	Source de matière
1	Transport en phase vapeur	Surface
2	Diffusion en surface	Surface
3	Diffusion en volume	Surface
4	Diffusion en volume	Dislocations
5	Diffusion aux joints de grains	Joints de grains

2-2-3 Frittage en phase liquide

Le frittage en présence d'une phase liquide d'un alliage A-B est un traitement thermique dont la température de frittage est supérieure à la température de fusion de l'un des constituants ; ce dernier devient liquide [16] et la présence de la phase liquide permet la diminution de la température de frittage et l'augmentation de la densification par l'accroissement du retrait volumique. Le retrait volumique mesure le taux de densification après frittage. Kingery [17] établit une loi empirique qui lie le retrait au temps comme le montre la relation (2.6) ci-dessous :

$$\frac{1}{3} \frac{\Delta V}{V} = K \cdot t^{(1+x)} \quad (2.6)$$

Avec : $1+x$: exposant proche de 1 et $x > 0$;

t : temps de frittage ;

K : constante dépendant des paramètres géométriques ;

$\Delta V/V$: retrait volumique.

Les conditions nécessaires pour réaliser un bon frittage sont [18] :

- une quantité de phase liquide inférieure à 25% ;
- un bon mouillage du solide par le liquide ;
- une solubilité de la phase solide dans le liquide ;

La phase liquide dans le cas du frittage avec présence d'une phase liante peut subsister ou non durant le traitement. Dans le premier cas, le frittage se fait par apparition du liquide qui persiste jusqu'à la fin du traitement thermique.

L'équilibre thermodynamique qui s'établit à la température de frittage entre la phase liquide et la phase solide est celui d'un système polyphasé et le produit final est hétérogène. La faible solubilité du solide dans le liquide [18] fait que le liquide se solidifie autour des grains solides après refroidissement. Dans le second cas, on parle de frittage en phase liquide transitoire car la faible quantité de liquide formé disparaît par diffusion dans le solide (grande solubilité du liquide dans le solide). L'équilibre thermodynamique obtenu est celui d'un système monophasé et le produit obtenu après refroidissement est homogène.

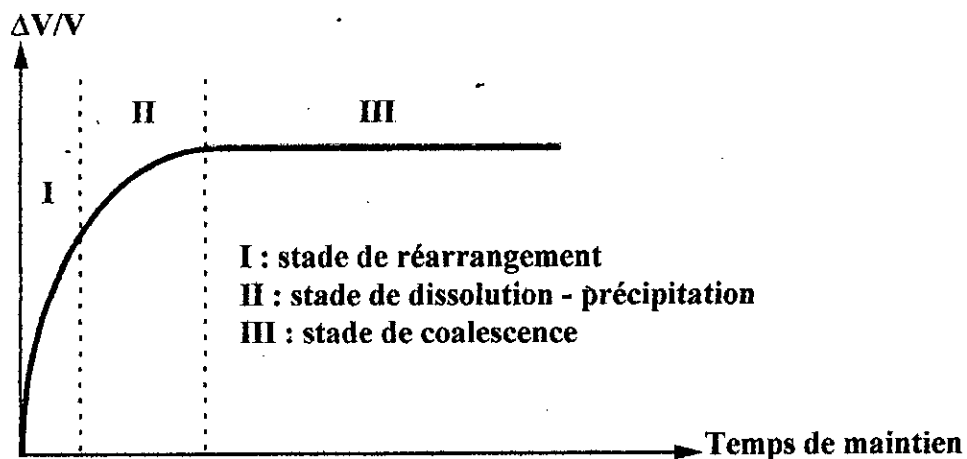


Fig.2.8 : stades du frittage en présence d'une phase liquide [17].

Le frittage en présence d'une phase liquide passe par trois (03) stades distincts ; ils sont regroupés dans la figure 2.8 ci-dessus [17] :

- stade I : ou stade de réarrangement des particules. L'apparition de la phase liquide facilite le réarrangement des grains sous l'action de la tension superficielle du liquide. Les ponts entre particules s'effondrent et le retrait est très rapide (90% de retrait en quelques minutes) ;
- stade II : c'est l'étape de dissolution - précipitation où les phénomènes successifs suivants sont observés :
 - * dissolution des petites particules dans le liquide ;
 - * reprécipitation des grains dissous sur les grains voisins ;
 - * grossissement des grains par diffusion ;

Durant cette étape du frittage, la densification est faible ;

- stade III : ou étape de coalescence. C'est l'étape finale où le squelette solide prend place et les phénomènes les plus lents se déroulent, à savoir :

- * coalescence des grains ;
- * élimination des pores résiduels par déplacement des lacunes vers la surface.

Durant ce stade, la densification est très faible (cf. figure ci-dessus).

2-3 Propriétés des poudres de cuivre, graphite et plomb

Les alliages étudiés sont des mélanges de poudres de cuivre électrolytique, de graphite naturel et de plomb atomisé à l'eau. Dans ces alliages, les cuivre est le métal de base. Des ajouts de graphite (2, 3, 5 et 10%) et de plomb (1 et 5%) sont opérés afin d'améliorer les propriétés mécaniques (dureté) et électriques (résistivité et conductivité électrique) du cuivre. L'étude des conditions de fabrication de ces alliages par compression et frittage ainsi que la caractérisation microscopique, qui en découle, permet d'avoir une idée sur les alliages élaborés. Dans ce qui suit, nous présentons successivement les propriétés du cuivre, du graphite et du plomb.

2-3-1 Le cuivre métallique

2-3-1-1 Propriétés du cuivre

Le cuivre est l'élément le plus répandu dans la nature. On le trouve sous forme d'oxydes (CuO , Cu_2O , ...) ou sous forme de sulfures (CuSO_4 , ...). Il cristallise dans le réseau cubique à faces centrées, son paramètre cristallin vaut $3,6074\text{\AA}$ et sa densité est de $8,937\text{g/cm}^3$. Le cuivre est un métal malléable et ductile aussi bien à froid qu'à chaud ; les déformations mécaniques causent son écrouissage et une destruction de sa structure cristalline. Cependant, un recuit au dessus de 200°C lui rend ses propriétés initiales. A l'ambiante, son module de Young est voisin de 12000Kg/mm^2 et sa dureté après recuit est de 53HB. La température de fusion du cuivre est de 1083°C , son coefficient de dilatation linéaire est de $17,22 \cdot 10^{-6} /\text{K}$. La conductivité électrique du cuivre est supérieure à celle du platine, elle croît rapidement quand la température s'abaisse pour devenir très importante vers -260°C ; sa résistivité électrique est de $1,78 \cdot 10^{-8}\Omega\text{m}$.

2-3-1-2 Production de la poudre de cuivre

La poudre de cuivre peut être utilisée sous forme de poudre d'oxydes réduits (dense ou spongieuse), de sphéroïdes atomisés, de poudre électrolytique (dendritique) ou de paillettes. On décrira brièvement dans ce qui suit le procédé électrolytique qui permet la production de la poudre de cuivre : l'électrolyse d'une solution aqueuse de sulfate de cuivre avec une anode soluble en cuivre et une cathode en plomb permet d'avoir une poudre de cuivre de pureté élevée (cf. figure 2.9). L'obtention d'un dépôt non adhérent et continu est facilitée par l'application des conditions suivantes :

- forte densité de courant de la cathode ;
- forte concentration de l'acide sulfurique ;
- faible concentration en ions métalliques ;
- addition d'acide et de colloïdes (colle, glucose, ...).

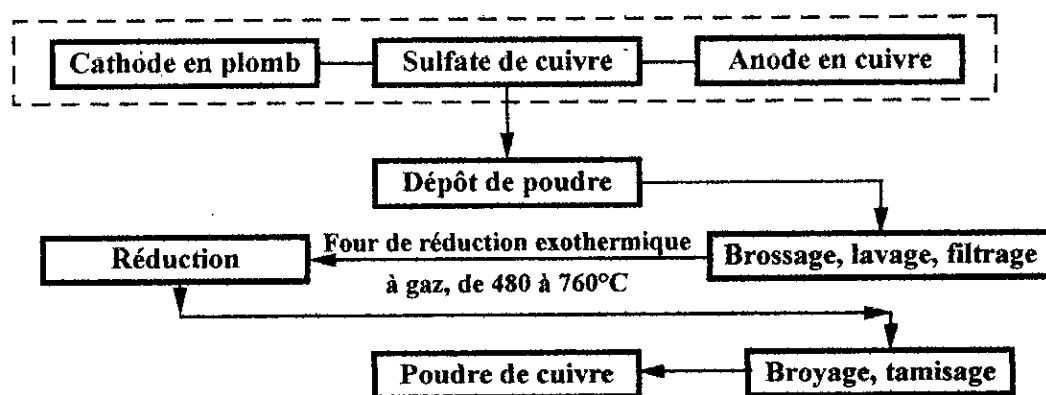


Fig.2.9 : processus de production de la poudre de cuivre par électrolyse [6].

Le tableau 2.2 ci-dessous donne les conditions opérationnelles typiques pour l'obtention d'une poudre électrolytique.

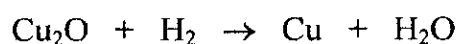
Tableau 2.2 : conditions types d'obtention d'une poudre électrolytique [19].

Paramètres	Conditions typiques
Concentration du cuivre dans l'électrolyte	30g/l
Concentration de H ₂ SO ₄ dans l'électrolyte	150 à 250g/l
Densité de courant anodique	300 à 600A/m ²
Densité de courant cathodique	600 à 4000A/m ²
Température du bain électrolytique	40 à 60°C
Tension du bain électrolytique	1 à 2V
Composition de la cathode	88%Pb-12%Sb

L'obtention d'une poudre spongieuse ou pulvérulente après lavage, séchage et broyage en poudre fine recuite à 500°C est aussi possible ; celle-ci devient dense, plastique donc plus compressible. En outre, cette poudre se présente généralement sous forme de grains à structure dendritique de diamètre inférieur à 150µm. Cette forme assure un bon mixage avec le graphite, une résistance à l'usure et une conductivité électrique élevées (propriétés dues à la pureté du cuivre obtenu qui est de 99,97 à 99,99%).

2-3-1-3 Influence des impuretés sur le cuivre

Les inclusions qui forment des solutions solides avec le cuivre telles que le nickel, le zinc, l'antimoine, l'arsenic, le fer, ... améliorent la résistance mais altèrent la conductibilité électrique. Les conducteurs électriques sont fabriqués en cuivre (92,95 à 99,9% de cuivre) contenant des pourcentages en antimoine et en arsenic inférieurs ou égaux à 0,002%. Les inclusions telles que le plomb et le bismuth sont insolubles dans le cuivre et forment avec lui des eutectiques facilement fusibles qui précipitent aux joints de grains et rendent difficile le corroyage lorsque la teneur en bismuth est égale à 0,005%. Quand la teneur dépasse 0,005%, le cuivre devient fragile à froid. Ces inclusions influent peu sur la conductibilité électrique. Les inclusions telles que l'oxygène et le soufre forment avec le cuivre des combinaisons fragiles (Cu₂O et Cu₂S). Leur influence est faible sur la conductibilité électrique. Le soufre améliore l'usinabilité, l'oxygène forme avec le cuivre un protoxyde et le fragilise par l'hydrogène qui diffuse en profondeur. Si le cuivre contient des inclusions de Cu₂O, elle réagissent avec l'hydrogène en formant des vapeurs d'eau suivant la réaction :



Cette réaction provoque une augmentation de volume qui est à l'origine d'une pression élevée dans certaines parties de la pièce ; ce qui entraîne des microfissures.

2-3-2 Le graphite

2-3-2-1 Propriétés du graphite

Le graphite, de couleur gris noir, se trouve dans les terrains cristallins sous forme de paillettes. Il peut être microcristallin dit « graphite amorphe » ou parfaitement

crystallisé dit « graphite plombagine » ; ce dernier est le plus pur des graphites naturels contenant 30 à 40% de calcite ou de quartz. Les propriétés du graphite dépendent de la structure de la matière (état de graphitisation) et de sa texture (porosité, degré d'anisotropie). Le graphite est une forme allotropique du carbone. Il cristallise, soit :

- dans le système hexagonal avec des paramètres cristallins : $a=2,4\text{\AA}$ et $c=6,69\text{\AA}$.

La distance entre les atomes d'un même plan est de $1,42\text{\AA}$, celle entre deux plans successifs est de $3,35\text{\AA}$;

- dans le système rhomboédrique avec les paramètres : $a=2,456\text{\AA}$ et $c=10,04\text{\AA}$.

La masse volumique du graphite est de $2,2\text{g/cm}^3$. Les propriétés du graphite varient selon le procédé de fabrication, c'est le cas du graphite polycristallin qui présente toujours une certaine anisotropie. Pour les produits extrudés, on considère toujours la direction de l'axe et la direction perpendiculaire. On fera remarquer également que les propriétés mécaniques augmentent avec la température. Alors qu'à l'ambiante, le graphite présente une faible résistance mécanique dans le sens perpendiculaire aux couches (due à la faible liaison type Van Der Waals entre les couches), il est très solide dans le sens des couches. La température de fusion du graphite est de 3570°C , sa conductibilité thermique évolue avec la température. Le graphite est un matériau réfractaire qui peut être utilisé jusqu'à très haute température (2800°C) en atmosphère neutre ou réductrice. Le graphite est un semi-métal ; c'est donc un bon conducteur d'électricité, son coefficient de résistivité lorsqu'il est parfait est :

- sens parallèle, est $\rho=5.10^{-2}\mu\Omega\text{m/K}$;

- sens perpendiculaire, est $\rho=10^{-3}\Omega\text{m/K}$;

à la température variant de 0 à 400°C .

2-3-2-2 Production de la poudre de graphite

Plusieurs procédés permettent d'avoir du graphite plus ou moins pur selon son domaine d'utilisation. Dans notre cas, on décrira brièvement deux procédés qui permettent d'avoir un graphite naturel enrichi et du noir de carbone :

- **Enrichissement du graphite naturel** : un premier tri manuel suivi d'un tamisage permet la concentration du minerai de graphite. Il est conseillé de choisir les plus gros morceaux pour obtenir un graphite le plus pur possible. On peut ainsi

diminuer les impuretés jusqu'à 5 ou 10%. Les minerais de graphite en paillettes contiennent des quantités beaucoup plus importantes en impuretés minérales (mica, quartz, calcite, feldspath, pyrite). Le graphite microcristallin a des teneurs en carbone très variables. Il provient toujours de l'évolution métamorphique de dépôts de carbone ou de schistes carbonifères. Le graphite destiné à l'industrie des charbons artificiels est ensuite purifié chimiquement par l'acide chlorhydrique (HCl), l'acide fluorhydrique (HF), l'acide sulfurique (H₂SO₄) et la soude caustique (NaOH) à chaud. Il contient alors moins de 1% de cendres et une grande partie de silice.

- **Combustion incomplète** : le noir de carbone est une forme de carbone obtenue à l'état divisé, en phase gazeuse, au cours de la combustion incomplète ou la décomposition thermique des matières carbonées. Les matières premières utilisées sont des produits naturels tels que : huile de résine, bois résineux, ... Dès 1864, aux Etats Unis, le gaz naturel donna un noir très fin appelé « carbon black ». Le noir obtenu par condensation des particules de carbone des flammes est loin d'être du carbone pur mais il renferme toujours de l'hydrogène (H₂) et de l'oxygène (O₂). Purifié à plus de 2000°C, le noir de flammes ou noir de fumée est de couleur foncée et est moins fin. Le noir de carbone préparé à partir de la décomposition de l'acétylène a des propriétés spéciales notamment une bonne conductibilité électrique.

2-3-3 Le plomb

2-3-3-1 Propriétés du plomb

Le plomb et ses alliages étaient déjà employés il y a plusieurs millénaires. Si le plomb n'est pas à l'état natif dans la nature, il se laisse facilement extraire de ses minerais (galène PbS). La production mondiale est d'environ quatre (04) millions de tonnes par an. Le plomb est toxique car il provoque le saturnisme (altération de l'état général du manipulateur). Le plomb cristallise dans le réseau cubique à faces centrées avec un paramètre cristallin $a=4,9\text{\AA}$. Sa masse volumique à l'ambiante est de 11,35g/cm³. Le plomb pur est très malléable, peu tenace et très mou d'autant plus que la température s'élève. Il est facilement mis en forme par déformation car il cristallise aux températures ordinaires mais il est exposé aux risques de fragilité par vibration

même à faible fréquence. Son module de Young vaut 16700MPa, sa dureté vaut 4HB (bille de 10mm chargée à 100Kg pendant 30 secondes) et sa résistance est faible et vaut 2Kg/mm². La température de fusion du plomb est de 327,42°C. Le plomb a une résistivité électrique élevée de 20.10⁻⁸Ωm à 20°C soit dix fois celle du cuivre.

2-3-3-2 Production de la poudre de plomb

La production de la poudre de plomb se fait, soit :

- par électrolyse : dans ce cas, un plomb pur de 99,99% de pureté est obtenu. Le plomb d'œuvre constitue l'anode, l'électrolyte est une solution de fluosilicate de plomb et la cathode est en argent. Tandis que le zinc, le nickel, le cobalt et le fer passent en solution, l'argent, l'or, le cuivre, l'antimoine, l'arsenic et le bismuth se rassemblent dans les boues ;
- par atomisation à l'eau.

2-4 Composition chimique type des alliages étudiés

Le tableau 2.3 ci-dessous indique une variété de compositions chimiques et certaines caractéristiques types des alliages cuivre - graphite, selon la norme ASTM. On fera remarquer que dans le tableau 2.3, la densité et la densité de courant augmentent alors que la résistance spécifique et la dureté diminuent quand la teneur en cuivre dans l'alliage cuivre - carbone croît.

Tableau 2.3 : caractéristiques types des alliages cuivre - graphite [20].

Grade n°	Composition nominale	Densité (g/cm ³)	Résistance spécifique (Ω.m)	Densité de courant max. (A/m ²)	Voltage (V)	Dureté HRF
261C	21Cu-79C	2,20	0,024	125000	< 72	38
261D	35Cu-65C	2,50	0,016	125000	< 72	38
FQ	50Cu-50C	2,75	0,006	130000	< 36	38
179P	65Cu-35C	3,50	0,0016	190000	< 18	30
179V	75Cu-25C	4,00	0,0008	235000	< 15	28
GHB	94métal-6C	6,00	0,0008	235000	< 06	16
GD	97métal-3C	6,50	0,0001	235000	< 06	15

Le tableau 2.4 ci-dessous regroupe les structures micrographiques que l'on peut obtenir en faisant varier la teneur en cuivre des alliages.

Tableau 2.4 : influence de la teneur en cuivre sur la structure [21].

Composition (%poids)	Cu 30-95	P ≤10	Sn ≤10	C 5-70
Teneur en cuivre (%)	< 80		> 80	
Structure	Matrices de graphite entreposées contenant des particules de cuivre enrobées de particules de graphite		Matrice continue de cuivre contenant du graphite enrobé par le squelette des particules de cuivre	

Le tableau ci-dessus montre que la structure change chaque fois qu'il y a variation de la teneur en cuivre. On fera également remarquer que le squelette de cuivre permet une bonne conductivité électrique. Des micrographies types sont présentées dans la figure 2.10 ci-dessous [22].



G100

a) : 80Cu-20Graphite



G100

b) : 40Cu-60Graphite



G100

c) : 30Cu-70Graphite

Fig.2.10 : variation de la structure des balais avec la teneur en graphite [22].

2-5 Propriétés mécaniques et électriques des alliages cuivre - graphite étudiés

Les propriétés mécaniques et électriques typiques des alliages spécifiques étudiés, selon les recommandations de CEI 413, sont indiquées dans le tableau 2.5 ci-dessous. On fera remarquer que l'un des avantages de ces alliages est la combinaison entre un module d'élasticité élevé et un coefficient de frottement faible.

Tableau 2.5 : propriétés mécaniques et électriques des alliages étudiés [23].

Groupes de nuances	Masse volumique apparente (g/cm ³)	Résistivité (μΩ . cm)	Dureté HRF
Cu-G (<65% de métal)	2 à 3,9	18 à 2000	25 à 40
Cu-G (>65% de métal)	4 à 6	6 à 100	20 à 35

Ces propriétés mécaniques et électriques dépendent de la structure micrographique obtenue après frittage. D'après le tableau 2.5 ci-dessus, une matrice à base de cuivre (%Cu ≥ 65%) provoque une élévation du module d'élasticité et de la charge à la rupture alors que la dureté, la chute de tension et la résistivité diminuent par rapport à un alliage ayant une teneur en cuivre inférieure à 65%. Les conductivités thermique et électrique des composants de poudres métalliques sont réduites par la présence de pores ou d'autres inclusions non conductrices. Durant le frittage, la faible conductivité thermique de la structure poreuse exige un contrôle judicieux de la vitesse de chauffage afin d'éviter les contraintes thermiques. La conductivité est nettement affectée par la forme des pores et le degré d'interconnectivité. Pour une structure isolée des pores, la conductivité thermique diminue avec le chauffage, l'effet opposé est observé dans le cas de la structure de pores connectés. Comme le montre la figure 2.11, si les pores sont connectés et contiennent du gaz, le matériau peut avoir une conductivité thermique qui croît avec l'élévation de la température ; ce qui est dû à la contribution de la phase continue de gaz.

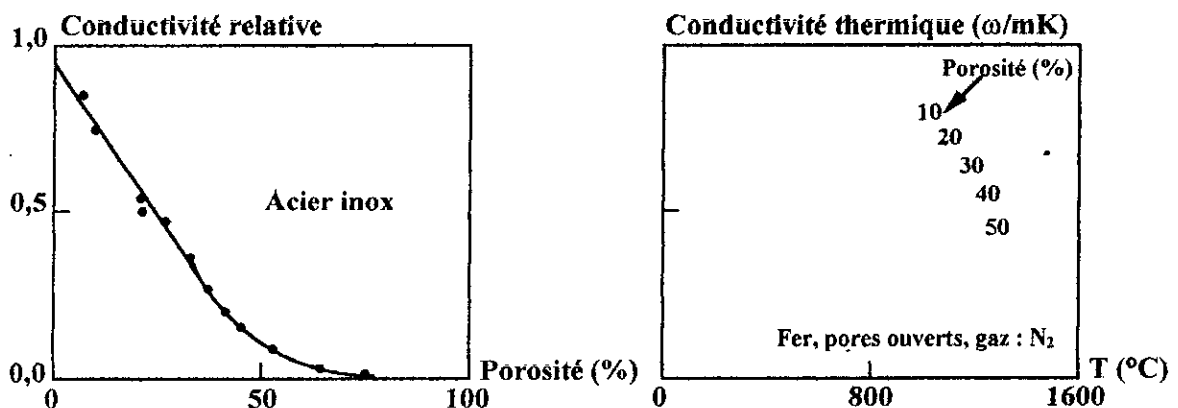


Fig. 2.11 : contrainte relative en fonction de la porosité et contrainte thermique en fonction de la température [24].

Un modèle mathématique donnant la variation de la conductivité en fonction de la porosité a été élaboré par certains auteurs [24] ; il est basé sur la formule suivante :

$$\frac{K}{K_0} = \frac{(1-\varepsilon)}{(1+\chi.\varepsilon^2)} \quad (2.7)$$

Avec : K/K_0 : ratio de la conductivité du métal poreux à celle du métal compact ;
 ε : fraction de porosité ;
 χ : coefficient de sensibilité en présence des pores.

L'équation 2.7 dépend des paramètres de la structure. L'analyse d'un échantillon d'une poudre comprimée d'un acier inoxydable représente une variété de tailles et de formes de pores ; elle donne un bon ajustement de la valeur de χ qui est de 11. La représentation schématique est donnée dans la figure 2.10. Pour une région de faible porosité, la contrainte relative évolue linéairement avec ε comme suit :

$$\frac{K}{K_0} = 1 - \omega.\varepsilon \quad (2.8)$$

Avec : ω : constante comprise entre 1 et 2.

On fera remarquer que ω est très approprié à une porosité inférieure à 30% pour les conductivités électrique et thermique. Le tableau 2.6 montre, pour de faibles porosités, la conductivité électrique évolue proportionnellement avec la conductivité thermique.

Tableau 2.6 : conductivités électrique et thermique et résistance à la traction du cuivre en fonction de la porosité [24].

Porosité ε (%)	Conductivité électrique IACS* (%)	Conductivité thermique (ω /mK)	Contrainte de traction R_{traction} (MPa)	Allongement A(%).
0	100	388	220	45
1,3	99	384	209	38
3,6	96	372	200	36
5,8	94	361	190	32
8,1	91	353	180	27
10,3	88	341	162	21

* IACS : International Annealed Copper Standard.

CHAPITRE 3 : TECHNIQUES EXPERIMENTALES ET MATIERES PREMIERES

La caractérisation des poudres, des compactés et des frittés a nécessité l'utilisation de certaines techniques que nous énumérons dans le présent chapitre.

3-1 Techniques expérimentales

3-1-1 Microscopie optique

L'observation microscopique a été effectuée sur un microscope optique de type ZEISS axioplan. Il est composé de :

- quatre (04) objectifs et deux (02) oculaires ;
- un polariseur de lumière permettant l'observation de la microstructure ;
- une platine mobile suivant les trois (03) directions de l'espace, facilitant ainsi le balayage de toute la surface de l'échantillon ;
- un appareil photographique permettant des prises de photos des microstructures identifiées.

Afin de mettre en évidence la microstructure et les différentes phases en présence, l'échantillon doit subir la préparation suivante :

- un enrobage à chaud ($T=150^{\circ}\text{C}$ et $P=3\text{MPa}$) dans de la bakélite pour faciliter sa manipulation durant les opérations ultérieures de polissage ;
- un polissage à l'aide d'une polisseuse de type STRUERS-PEDEMAX2 équipée d'un disque tournant à deux vitesses (150 et 300tours/minute). Les papiers abrasifs EMERI utilisés ont les granulométries suivantes : 800, 1000, 1200 et 4000. Le refroidissement de l'échantillon est assuré par un filet d'eau. La finition est réalisée par un feutre imbibé d'une suspension d'alumine. Après cela, l'échantillon est lavé à l'eau par traitement aux ultrasons. Il est ensuite séché, nettoyé à l'alcool et enfin attaqué, pendant quelques secondes, à l'aide de la solution chimique, de composition suivante :

*10 à 20ml d'acide nitrique (NH₄OH) ;

* 10 à 20ml d'eau oxygénée (H₂O₂ concentré à 30%) ;

* 100ml d'eau (H₂O) ;

Après l'attaque, l'échantillon est lavé à l'eau par traitement aux ultrasons afin d'éliminer les impuretés dues à l'attaque chimique puis séché ; il est alors prêt pour les observations microscopiques.

3-1-2 Microscopie électronique à balayage (M.E.B.)

Les observations microscopiques sont assurées par un microscope électronique à balayage de type PHILLIPS XL30, numérique et automatique très performant puisqu'il permet de mettre en évidence la présence de l'oxygène dans la poudre. La bonne conduction électronique du cuivre permet le déplacement d'électrons de l'échantillon qui est soumis à un bombardement d'un faisceau d'électrons.

3-1-3 Diffraction de rayons X (D.R.X.)

La caractérisation des poudres par analyse radiocristallographique est réalisée grâce à un diffractomètre linéaire de type SIEMENS D5000 à anticathode en cuivre, couplée à un monochromateur arrière qui filtre la fluorescence, et est piloté par un ordinateur. Ce dernier est équipé d'un logiciel de type DIFFRACT ATV3.0 qui fournit les diffractogrammes et permet l'indexation des raies et l'identification des phases. Après broyage et tamisage, l'échantillon est réparti de manière homogène sur une plaque circulaire en Plexiglas. Le principe consiste à envoyer un faisceau monochromatique de rayons X qui filtre le rayonnement de la fluorescence provenant de l'échantillon et est défini par la relation de BRAGG suivante :

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d_{hkl} \cdot \sin\theta \quad (\text{pour } n=1) \quad (3.1)$$

Avec : n : nombre entier ;

λ : longueur d'onde de la raie, en Å ;

d_{hkl} : distance interréticulaire, en Å ;

θ : angle de diffraction.

3-1-4 Compression uniaxiale

Les mélanges Cu-G et Cu-G-Pb réalisés sont mis en forme dans une matrice en acier allié de forme cylindrique, de 13 millimètres de diamètre et dont les poinçons sont amovibles. La presse uniaxiale utilisée est de marque BECKMAN. Elle fournit une force maximale de 16 tonnes. Nos poudres ont été comprimées avec des pressions de : 295, 443 et 590MPa. Leur lecture se fait sur un manomètre gradué.

3-1-5 Frittage des comprimés

Le frittage a été réalisé dans un four sous vide secondaire (0,01mbar) dans un four de marque MICHELIN dont les caractéristiques sont les suivantes :

- température maximale admissible dans la chambre de chauffe : 1320°C ;
- éléments chauffants en graphite ;
- pression de service : 0,1mbar environ ;
- tension raccordée : 380V, 50Hz ;
- dimensions extérieures du panier de charge :
 - * largeur : 600mm ;
 - * hauteur : 500mm ;
 - * profondeur : 900mm.

3-1-6 Dureté

Selon la norme ISO R80, la mesure de la dureté Rockwell superficielle (HRF) a été effectuée sur une machine universelle de Wolpert dont les caractéristiques :

- bille en acier trempé et poli de diamètre égal à 1,5875mm ;
- la charge initiale de pénétration F_0 est de $98,4N \pm 2,1$;
- la surcharge F_1 est égale à $49N \pm 4,5$ avec : $F_0 = K \cdot 9,81 \cdot D^2$ et $K = 5, 10, 30$ pour le cuivre et ses alliages ;
- l'épaisseur H de la pièce supérieure ou égale à 10 fois la hauteur de l'empreinte, à savoir : $HRF = 130 - e_1$ et $e_1 = e/0,002$ mm.

Toutes les mesures ont été effectuées sur des échantillons préalablement polis à l'aide de papier EMERI de granulométrie variant de 400 à 1400. Une finition au feutre et

pâte diamantée de 3 microns clôture cette préparation. On fera remarquer que ces échantillons ont été enrobés dans de la résine sous une pression de 3MPa et à une température de 150°C. Vu les dimensions des échantillons, seules trois (03) mesures par échantillon ont été effectuées afin d'avoir une valeur représentative. Pour notre essai, nous avons fixé les conditions suivantes :

- D = 10mm ;
- F₀ = 10Kgf ;
- F₁ = 50 Kgf ;
- F₁ = 60Kgf.

3-1-7 Conductivité électrique

La mesure de la résistance électrique de nos frittés se fait selon les recommandations de la Commission Internationale d'Electrotechnique (CEI) affiliée à l'ISO, qui stipule que la méthode du « pont de KELVIN » est plus fiable pour ce genre de mélanges (Cu-G). Ce pont est constitué par :

- une source de courant continu ;
- un ampèremètre ;
- des électrodes pointues d'acier inoxydable ayant un écartement qui ne soit pas inférieur à 30% et supérieur à 50% de l'épaisseur de l'éprouvette dont la tolérance est de ±1% de sa valeur nominale ;
- des contacts élastiques (en toile de cuivre) ;
- un « pont de KELVIN » mesurant de 10μΩ à 1Ω ;
- un galvanomètre d'une sensibilité de 1μA par division de l'échelle ;
- un interrupteur dans le circuit de l'éprouvette ;
- une éprouvette normalisée de dimensions (4x8x32)mm ;

Les mesures doivent être prises à une température de 25±10°C. On utilisera, pour le calcul de la résistivité, la formule suivante :

$$\rho = \frac{R \cdot p \cdot \omega}{L_u} \quad (3.2)$$

Avec : ρ : résistivité du fritté, en Ωm ;

R : résistance de l'éprouvette entre les électrodes, en Ω ;

- p : épaisseur de l'éprouvette, en m ;
- ω : largeur de l'éprouvette, en m ;
- L_u : distance entre les électrodes, en m.

Le principe de mesure de la résistivité consiste à :

- mesurer et noter les dimensions du fritté avec une précision d'au moins 0,5% ;
- placer le fritté en long entre les deux contacts ;
- appuyer les électrodes de prise de tension contre une des surfaces ($\omega \times l$) du fritté. La pression de contact de ces électrodes est considérée comme suffisante lorsque l'aiguille du galvanomètre est stable ;
- vérifier que les électrodes sont positionnées systématiquement par rapport aux axes de la surface ($\omega \times l$) ;
- noter l'écartement des électrodes ;
- au moyen de l'interrupteur, établir par intermittence le courant dans le circuit d'essai. Quand le courant passe, ajuster les résistances du pont successivement jusqu'à ce que le galvanomètre indique une déviation nulle, lire la résistance R de l'éprouvette entre les électrodes ;
- retirer les électrodes de prise de tension de la surface de l'éprouvette ;
- refaire le même travail pour la deuxième surface ;
- prendre la moyenne arithmétique des résistances mesurées sur les deux surfaces, pour calculer la résistivité.

Une autre méthode de mesure est celle du « pont de WHEASTONE » (cf. figure 3.1) ; ce dernier sert à mesurer les faibles et moyennes résistances.

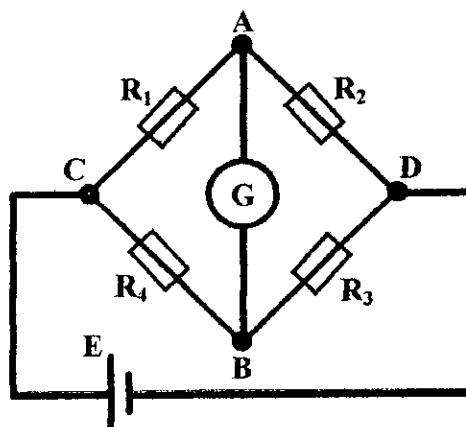


Fig.3.1 : Schéma du pont de WHEASTONE [25].

Le « pont de WHEASTONE » est constitué de :

- quatre (04) résistances R_1 , R_2 , R_3 et R_4 formant une maille fermée ;
- une source de courant continu alimentant la diagonale CD (cf. figure 3.1) ;
- un détecteur qui est généralement un galvanomètre connecté aux bornes AB de sensibilité de $1\mu\text{A}$ par division de l'échelle.

La lecture de ρ se fait directement et le calcul de la résistivité selon la formule :

$$\rho = \frac{R \cdot S}{L} \quad (3.3)$$

Avec : ρ : résistivité du fritté, en Ωm ;

R : résistance du fritté, en Ω ;

L : épaisseur du fritté, en m ;

S : section du fritté, en m^2 .

La mesure de la conductivité électrique σ , en Ωm^{-1} , est donnée par :

$$\sigma = \frac{1}{\rho_e} \quad (3.4)$$

3-2 Matières premières

Dans le cadre de notre investigation, nous avons recouru aux poudres suivantes : le cuivre, le graphite et le plomb. Leurs caractéristiques physico-chimiques ainsi que le mode de leur élaboration sont détaillés dans ce qui suit.

3-2-1 Le cuivre

Le cuivre constitue l'élément de base des alliages étudiés ; nous en avons utilisé deux (02) sortes de natures différentes :

- du cuivre électrolytique commercialisé par la firme NORDDEUTSCHE et fourni par l'Ecole Nationale Polytechnique. Sa pureté est de 99,70%, sa densité apparente vaut 1,2 à 1,3g/cm³ et sa surface spécifique est de 1490cm²/g. Sa répartition granulométrique est donnée par la figure 3.2 ci-dessous.

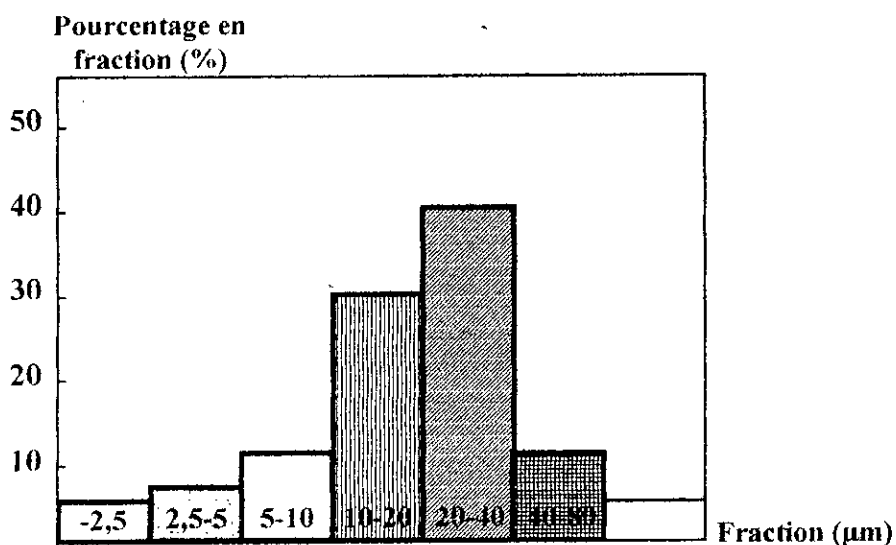
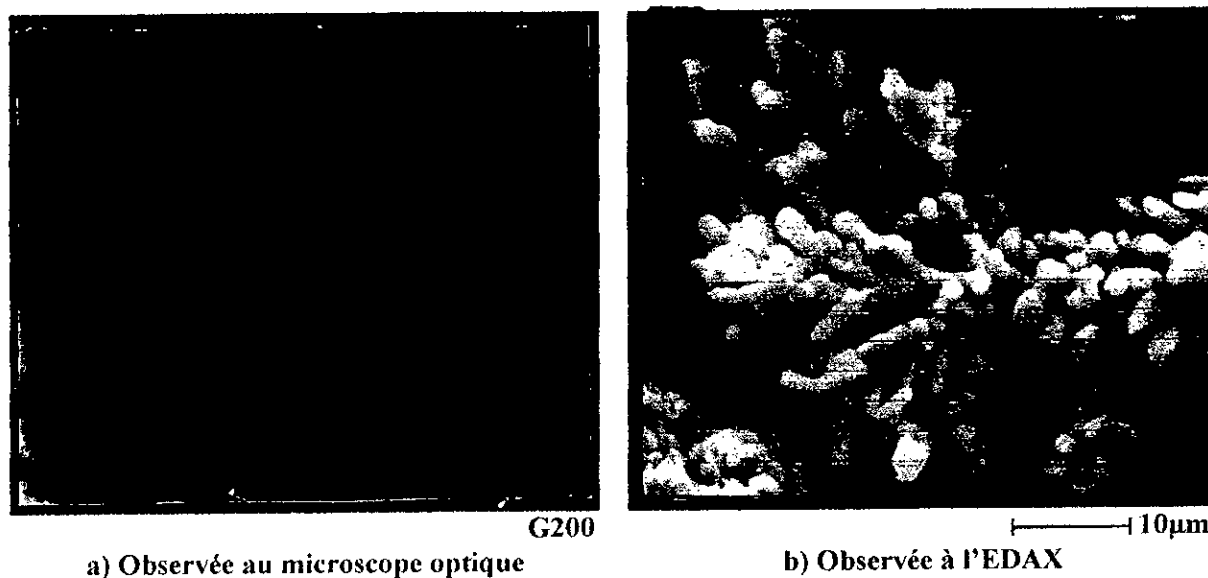


Fig.3.2 : répartition granulométrique de la poudre de cuivre.

La figure 3.3.a révèle la forme générale de la poudre et la taille variable des particules de cuivre tandis que la figure 3.3.b montre la forme dendritique d'un grain de cuivre.



a) Observée au microscope optique

b) Observée à l'EDAX

Fig.3.3 : morphologie de la poudre de cuivre électrolytique.

La poudre de cuivre électrolytique est très pure car elle permet d'éviter la diminution de la conductivité électrique et, les dendrites permettent d'avoir une grande surface de contact par un enchevêtrement des branches entre elles et ce, dans le but d'augmenter la densification (diminution de la porosité), en plus de la ductilité du cuivre qui diminue la dureté des balais. Le graphite ne réagit pas avec le cuivre d'où l'utilité des mélanges Cu-G dans la fabrication des balais électriques. Les résultats de la diffraction de rayons X révèlent l'existence de poudre de cuivre uniquement (cf. figure 3.4).

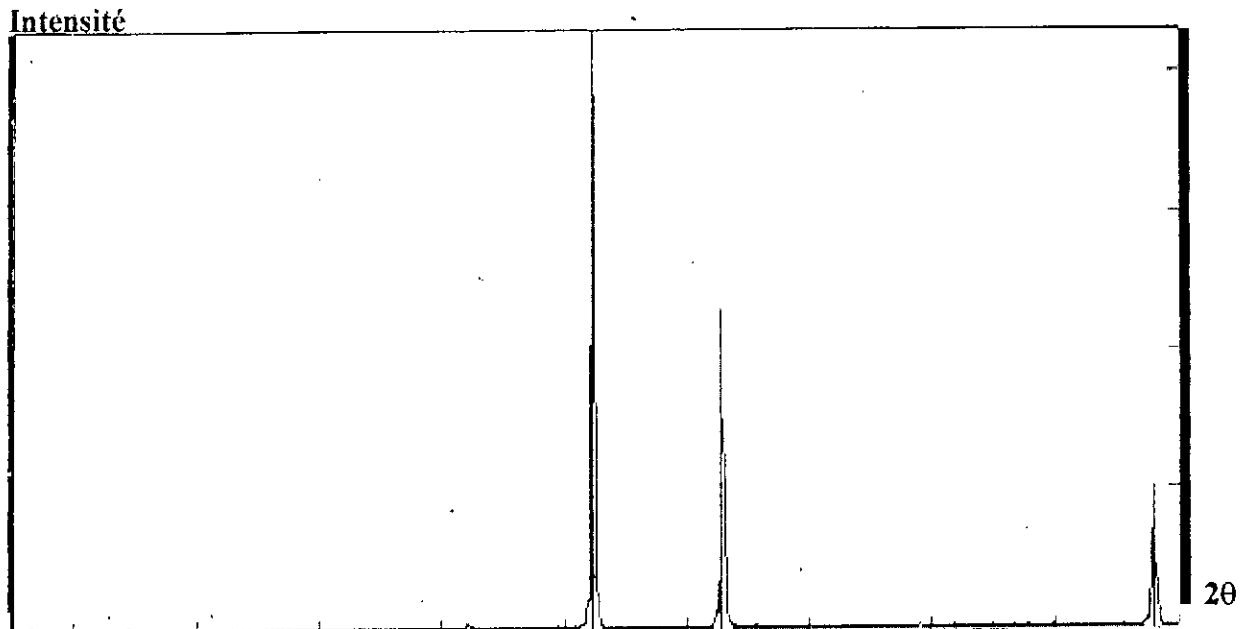
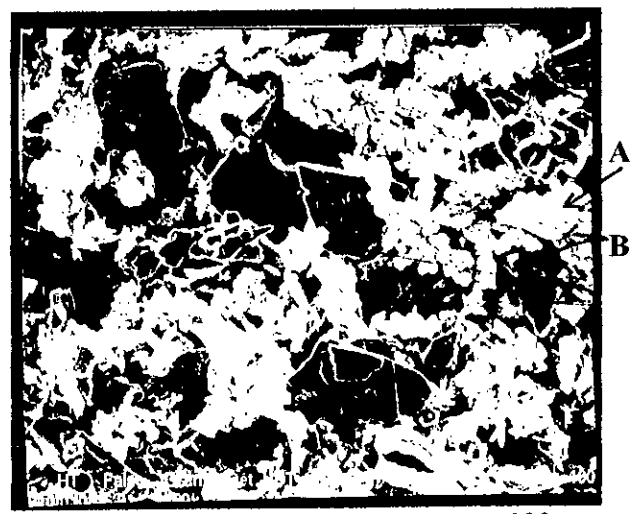


Fig.3.4 : diffractogramme de la poudre de cuivre électrolytique.

- du cuivre électrolytique allié au graphite commercialisé par NORDDEUTSCHE et fourni par l'Entreprise de Fabrication de Balais Electriques FACIA ; elle utilise des mélanges prêts pour le compactage, ce qui permet d'éviter le phénomène de ségrégation du à la différence de densité entre les constituants. Observée au microscope optique (cf. figure 3.5.a), la poudre préalliée est grossière et de dimension très variable mais est plus fine que la précédente. On devine également sa structure dendritique par EDAX (cf. figure 3.5.b) qui révèle les phases blanche (A) et noire (B).



a) Observée au microscope optique



b) Observée à l'EDAX

Fig.3.5 : morphologie de la poudre de cuivre préalliée au graphite.

La phase A est une poudre électrolytique de cuivre de forme dendritique et la phase B est une poudre de graphite ; leur analyse est donnée par les figures 3.6 et 3.7.

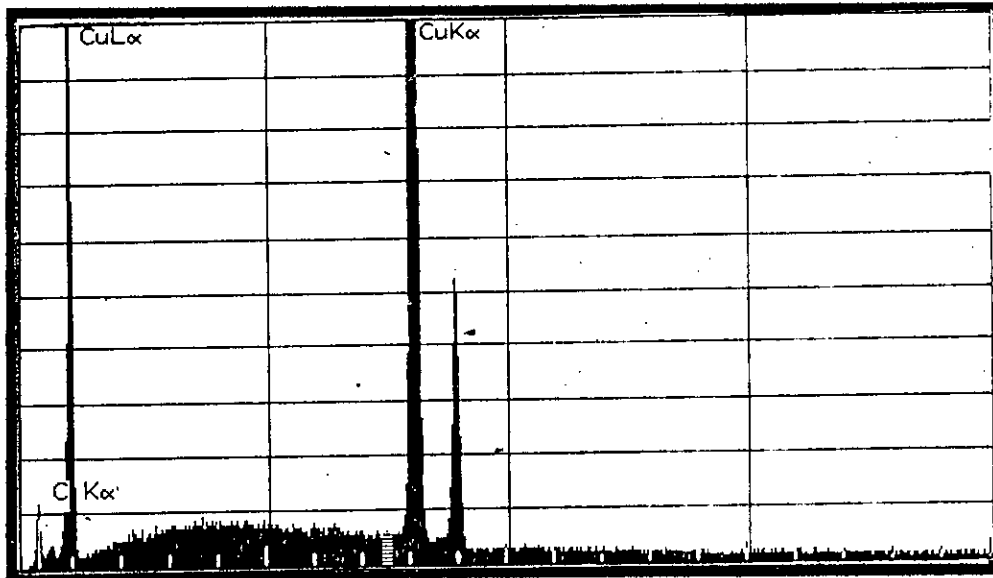


Fig.3.6 : analyse ponctuelle en A de l'échantillon.

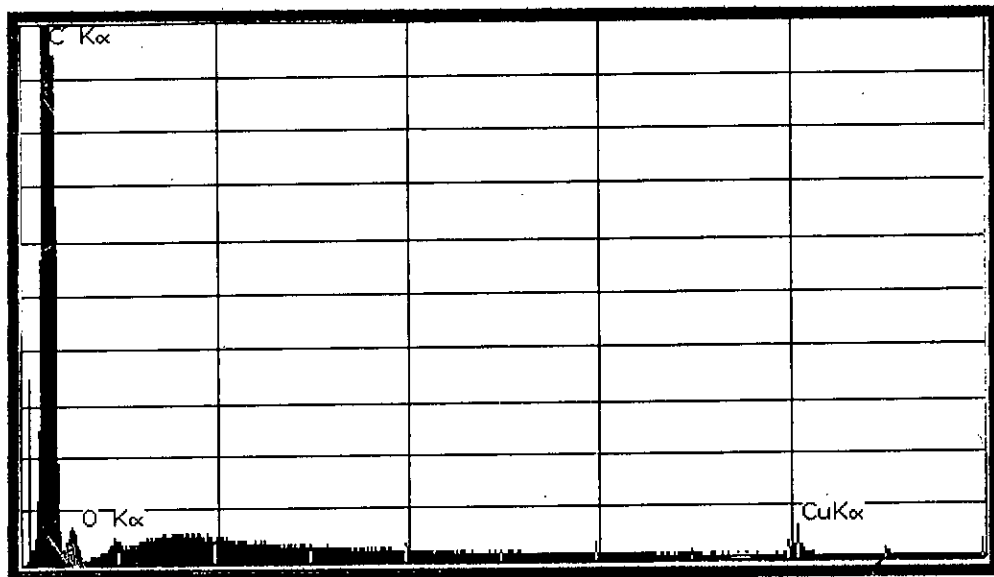


Fig.3.7 : analyse ponctuelle en B de l'échantillon.

On remarque dans la figure 3.7 ci-dessus que la quantité de carbone en A est très importante par rapport à celle du cuivre. On note également une faible quantité d'oxygène due à l'oxydation de la poudre. La composition chimique des points A et B est donnée dans le tableau 3.1 ci-après. Ce tableau confirme les observations faites sur la figure 3.7. On remarque un taux élevé en carbone au point A, donc une répartition non homogène des éléments. Au point B, le grain est du cuivre dendritique (CuK, CuL) et une faible teneur de carbone (cas du point B).

Tableau 3.1 : composition chimique des points A et B.

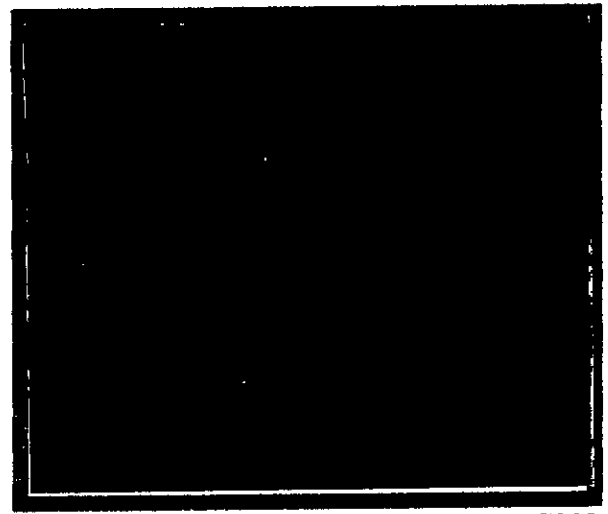
Elément	AT% éléments du point A	AT% éléments du point B
Cu K ou C K	98,80	65,34
O K (point A) ou Cu L (point B)	1,17	7,67
C K ou Cu K	0,03	26,99
TOTAL	100,00	100,00

3-2-2 Le graphite

La poudre de graphite naturel est purifiée dans le chlore à 2500/2700°C. Sa densité est égale à 1,75g/cm³, sa granulométrie d'environ 25µm et sa pureté de 99,999%. La poudre de graphite ainsi que la poudre préalliée sont fournies par l'Entreprise FACIA. La micrographie de la figure 3.8.a montre une poudre de graphite grossière dont la taille des grains est variable.



a) Graphite observé au microscope optique



b) Plomb observé au microscope optique

Fig.3.8 : morphologie de la poudre de graphite et de plomb.

Le graphite est un bon lubrifiant lors du compactage et est aussi un bon conducteur électrique et thermique ; les particules de graphite occupant les vides laissés par les dendrites enchevêtrées de cuivre électrolytique.

Par ailleurs, nous avons analysé la poudre de graphite au diffractomètre à rayons X ; les résultats de cette analyse sont réunis dans la figure 3.9.

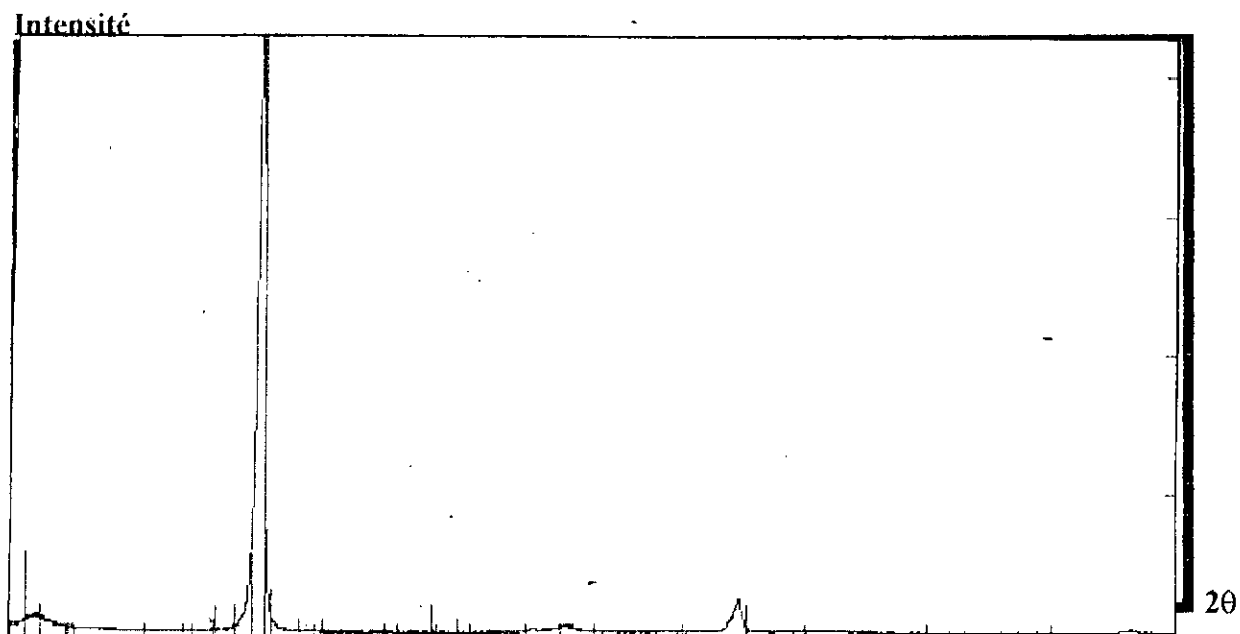


Fig.3.9 : diffractogramme de la poudre de graphite.

3-2-3 Le plomb

Le plomb est fourni par l'Entreprise FACIA et commercialisé par la firme NORDDEUTSCHE. Cette poudre est atomisée à l'air et est de forme sphéroïdale. Sa densité apparente est comprise entre 3,5 et 5,5g/cm³ et sa pureté de 99,7%. Sa répartition granulométrique est donnée par la figure 3.10 ci-dessous.

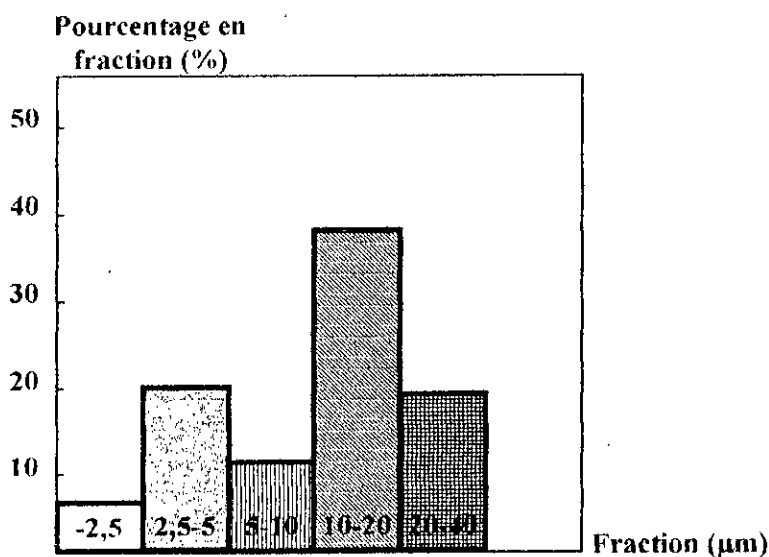


Fig.3.10 : répartition granulométrique de la poudre de plomb.

La figure 3.8.b montre une poudre presque complètement sphérique. Elle est poreuse et est ajoutée au mélange Cu-G afin d'augmenter la densité de courant pour une très courte période (starters de moteurs) et diminuer la conductivité électrique.

Les résultats de diffractométrie sont illustrés par la figure 3.11 ci-dessous qui montre l'existence d'un seul élément : le plomb (pics de grande intensité).

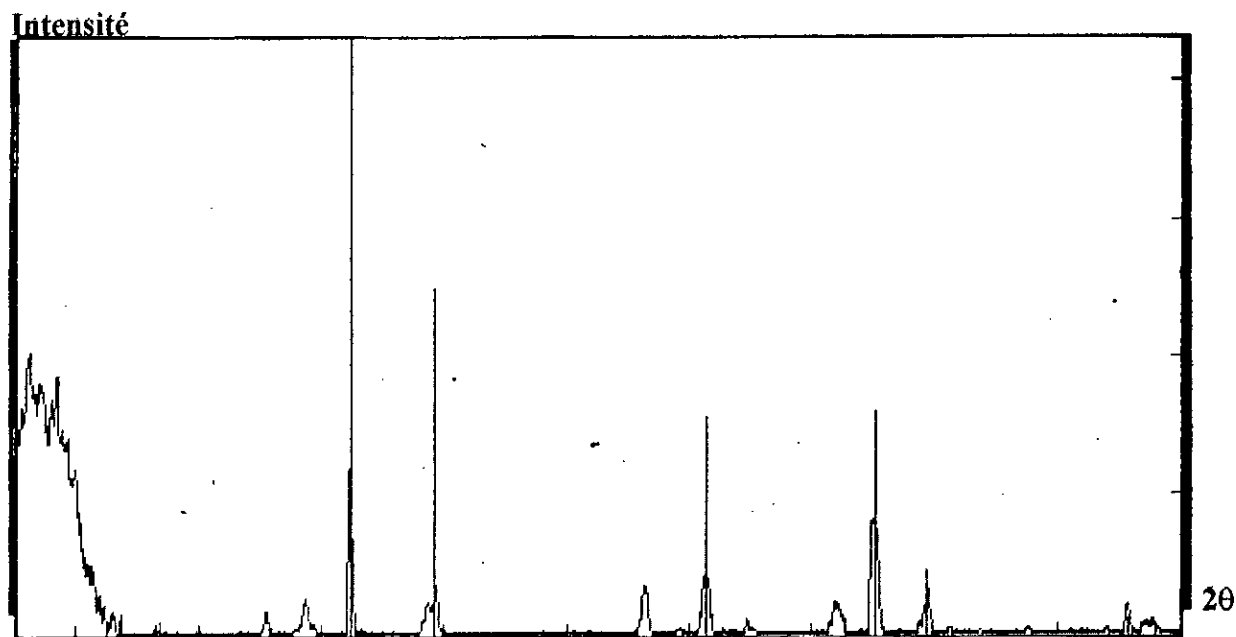


Fig.3.11 : diffractogramme de la poudre de plomb.

CHAPITRE 4 : COMPRESSIBILITE DES MELANGES CUIVRE - CARBONE ET CUIVRE - CARBONE - PLOMB

L'étude du comportement des mélanges de poudres Cu-C et Cu-C-Pb a été menée. Son objectif est la compréhension des phénomènes mis en jeu lors de la compression des mélanges de poudres mais également la mise en évidence des différents stades de la compression. A cet effet, nous avons dans un premier temps tracé les courbes « densité relative - pression » puis considéré le modèle de Heckel qui traduit les divers domaines de la compression de ces mélanges de poudres.

4-1 Courbes « densité relative - pression »

La masse volumique théorique est calculée en connaissant les masses volumiques des poudres et leurs pourcentages volumiques alors que la densité relative est obtenue après pesée et mesure des dimensions des comprimés à vert à l'aide d'un palmer de précision. L'équation 3.1 a permis le calcul de la densité relative des comprimés :

$$d_R = \frac{M}{H \cdot \left(\frac{\pi D^2}{4} \right) \cdot \rho_T} \quad (4.1)$$

Avec : d_R : densité relative, en % ;

M : masse du comprimé, en g ;

H : hauteur du comprimé, en mm ;

D : diamètre du comprimé, en mm ;

ρ_T : masse volumique théorique des mélanges, en g/mm³.

Les résultats de ce calcul sont présentés dans le tableau 4.1 ci-dessous. On fera remarquer que ces résultats ont été calculés sur la base des pressions suivantes : 295, 443 et 590MPa. Il est également à signaler que les comprimés sont plus facilement manipulables à la pression de 590MPa d'où un risque de perte de masse minimal. Au delà, on remarque un phénomène de feuilletement.

Tableau 4.1 : caractéristiques des comprimés.

N° du mélange	Pression (MPa)	Composition du mélange	Masse (g)	Hauteur (mm)	d _R (%)
Mélange A	295	Cuivre pur	1,7125	1,5222	89,36
	443				94,96
	590				94,96
Mélange B	295	97%Cu-3%C	1,9464	2,2260	90,96
	443				92,50
	590				93,35
Mélange B'	295	97%Cu-2%C-1%Pb	1,9541	2,2200	75,99
	443				78,25
	590				78,68
Mélange C	295	90%Cu-10%C (préalliée)	1,9346	2,3430	91,02
	443				93,05
	590				93,59
Mélange C'	295	90%Cu-10%C	1,8600	3,3140	74,63
	443				75,99
	590				77,78
Mélange D	295	90%Cu-5%C-5%Pb	1,8600	3,000	73,02
	443				74,96
	590				75,89

La représentation graphique de la densité relative des comprimés en fonction de la pression de compression est illustrée dans les figures 4.1 à 4.6 ci-dessous. La figure 4.7 englobe les courbes de variation de la densité relative en fonction de la pression des mélanges étudiés. Ces courbes montrent une croissance importante dans le cas des mélanges B, B' et C et une faible croissance dans le cas des mélanges C' et D. Par rapport au mélange A (cuivre pur), ces densités relatives sont basses ; ce qui est probablement dû aux erreurs de manipulation ainsi qu'au mélange des poudres de cuivre et de carbone qui s'est très probablement mal déroulé ; autrement dit, le mixage de ces mêmes poudres est un facteur très important quant à l'étape ultérieure de compression. On rappelle que l'objectif de ce travail est l'étude de l'influence des ajouts de graphite et de plomb sur la densité relative des alliages cuivre - graphite.

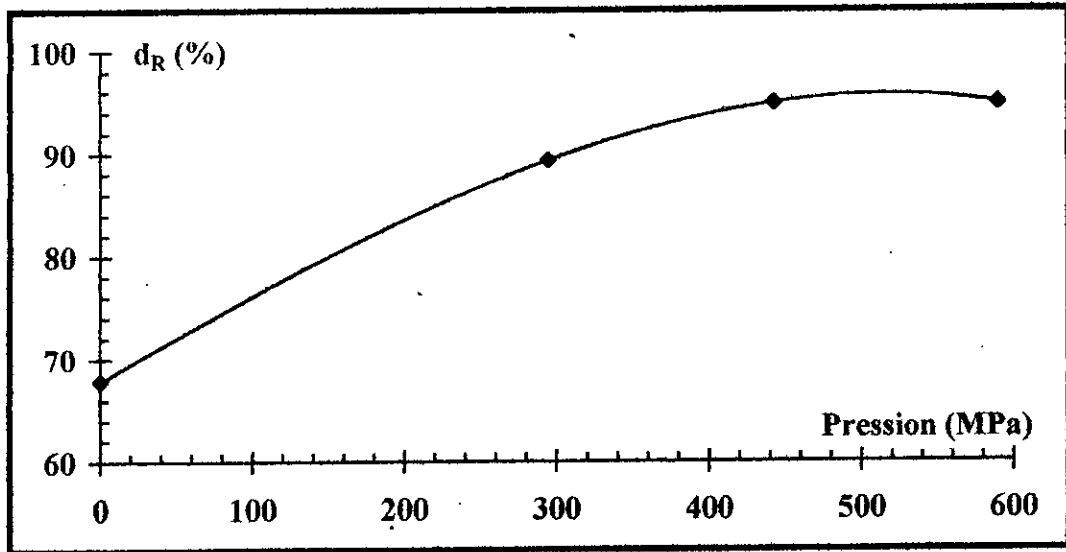


Fig.4.1 : densité relative en fonction de la pression du mélange A.

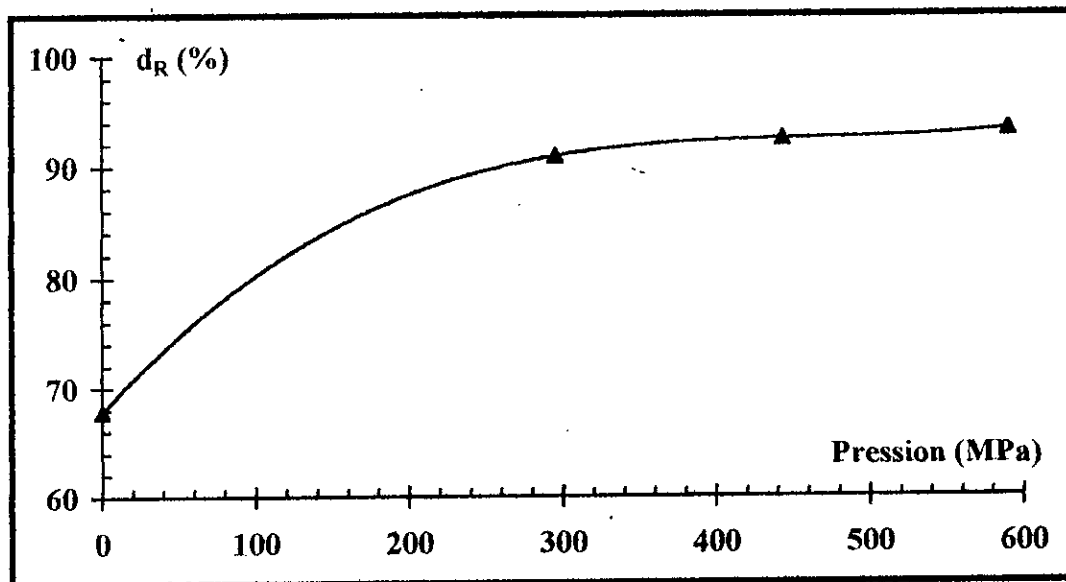


Fig.4.2 : densité relative en fonction de la pression du mélange B.

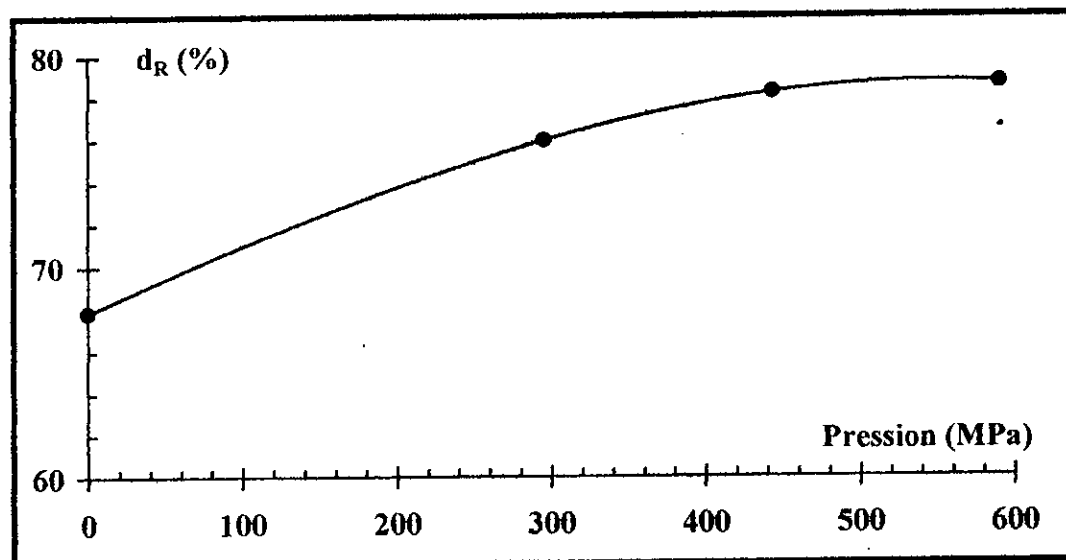


Fig.4.3 : densité relative en fonction de la pression du mélange B'.

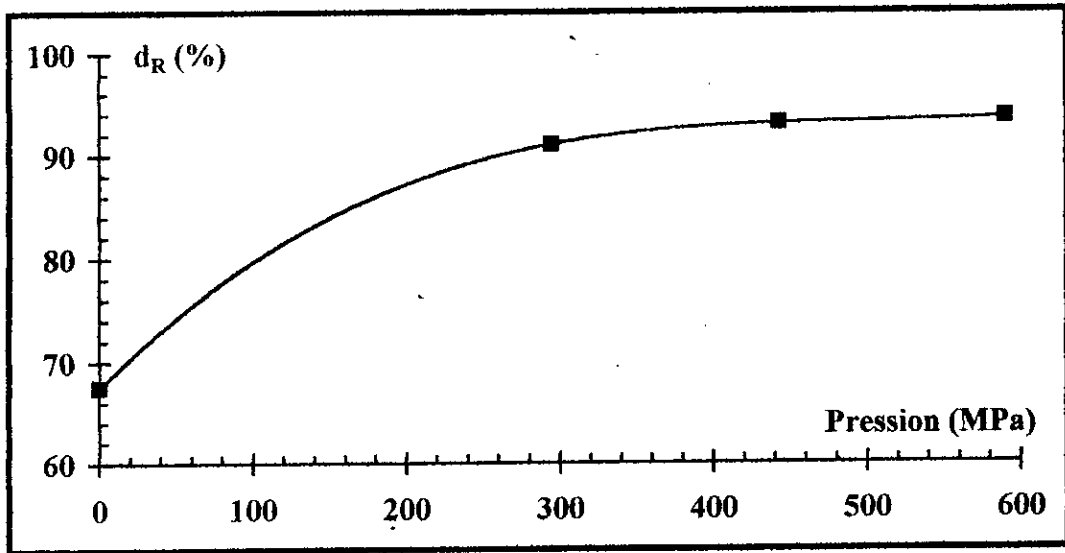


Fig.4.4 : densité relative en fonction de la pression du mélange C.

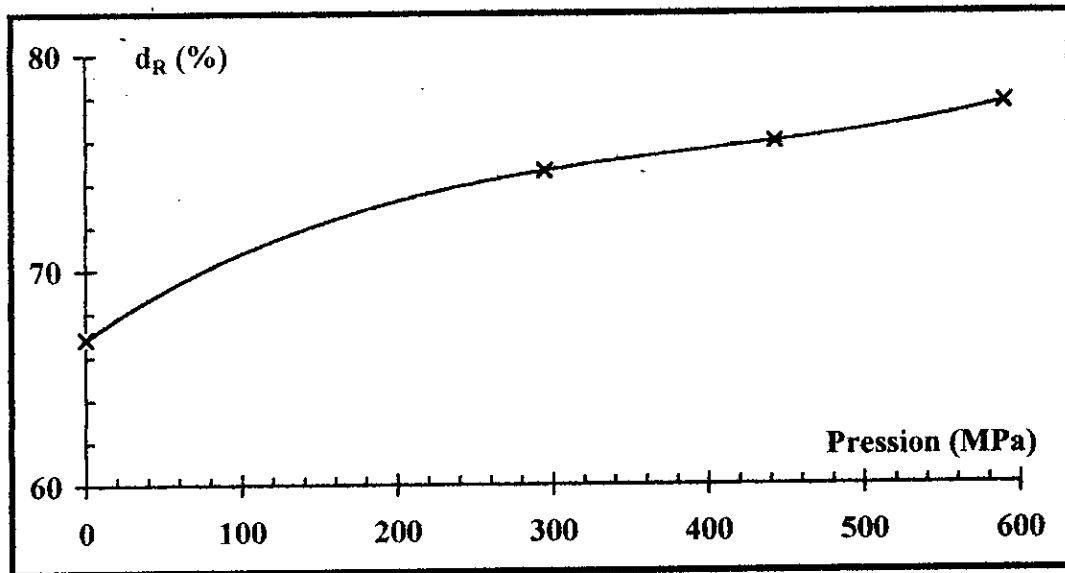


Fig.4.5 : densité relative en fonction de la pression du mélange C'.

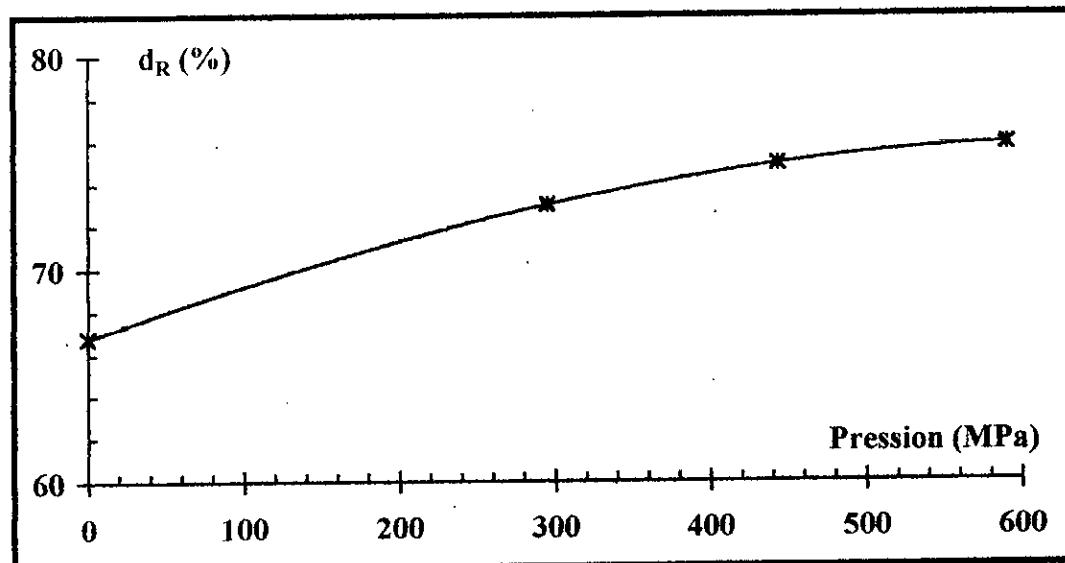


Fig.4.6 : densité relative en fonction de la pression du mélange D.

La figure 4.7 ci-dessous révèle une densité relative assez faible par rapport aux valeurs enregistrées dans le cas du cuivre pur (ajouts de graphite et/ou de plomb, phénomène de ségrégation, ...).

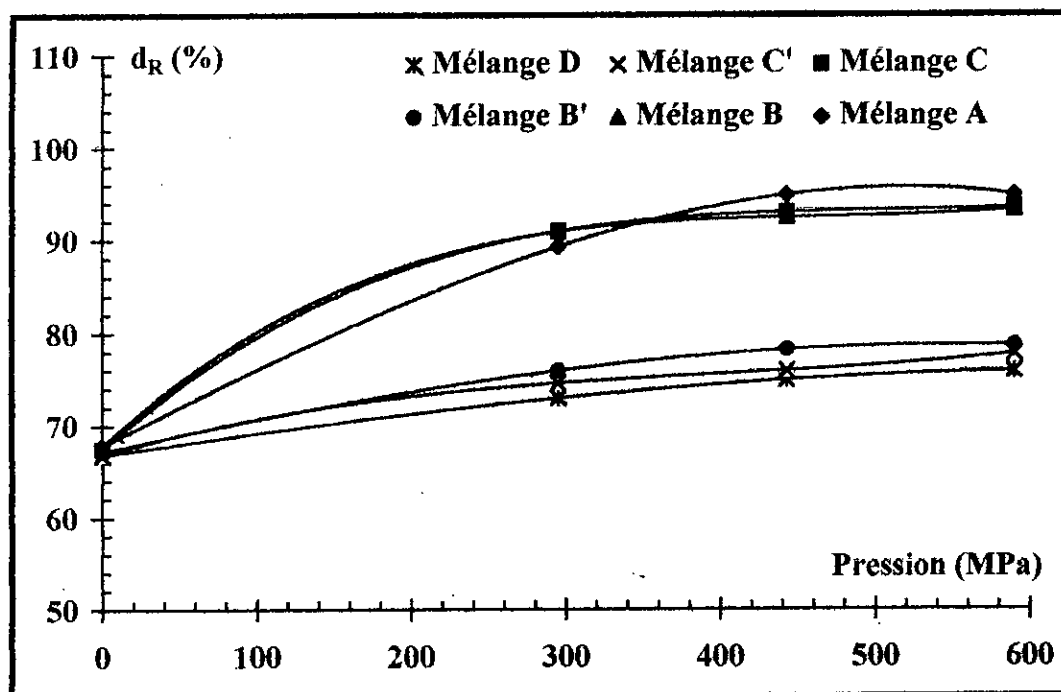


Fig.4.7 : densité relative en fonction de la pression des mélanges A à D.

De ces courbes, on note l'existence de deux domaines de pression :

- domaine des faibles pressions pour lesquelles la variation de la densité relative est très importante. La densification est le résultat d'un réarrangement des grains entre eux. On rappelle qu'un bon mixage et une distribution homogène des grains améliorent leur réarrangement ;
- domaine des pressions élevées pour lesquelles la densification devient plus lente et difficile ; ce qui est dû au fait que les particules interconnectées développent une résistance d'autant plus importante que la force de compression est élevée.

Cette figure montre également que tous les ajouts diminuent la densité relative du cuivre. Il est également impératif de signaler qu'une teneur en graphite supérieure à 5% diminue considérablement la valeur de la densité relative lorsque la pression de compression augmente (cas des mélanges C' et D). A cet effet, le tableau 4.2 montre l'influence des ajouts de graphite et de plomb sur la densité apparente d_0 de la poudre de cuivre ; celle-ci varie de 67,84 à 66,78% lorsque l'on passe du mélange A (cuivre pur) au mélange D (cuivre à 5% de graphite et 5% de plomb).

Tableau 4.2 : densité apparente d_0 des mélanges obtenus.

N° du mélange	Densité apparente (%)
Mélange A	67,84
Mélange B	67,84
Mélange B'	67,19
Mélange C	67,48
Mélange C'	66,82
Mélange D	66,78

De ce tableau, qui représente la densité apparente des mélanges non tassés, on peut imaginer que le graphite, poudre très fine, occupe les vides laissés par la forme dendritique de la poudre de cuivre alors que le plomb, de forme sphérique, diminue la valeur de la densité. Par ailleurs, comme il a été expliqué auparavant, le graphite en teneur très élevée (supérieure à 1%) entraîne une mauvaise densification des mélanges de poudres étudiés. Cela étant dû à son effet plastique, qui contrecarre le stade de réarrangement des particules de cuivre.

4-2 Courbes $1/\{1-\text{Ln}[1-(d/d_t)]\}$ - P

Nous avons choisi le modèle de Heckel pour expliquer le comportement des poudres à la compression car les conditions de travail (poudres métalliques, domaine de pressions utilisées) correspondent à l'étude faite par cet auteur. Il a montré qu'il est possible de linéariser la courbe de compression dans le domaine des hautes pressions :

$$\text{Ln} \left[\frac{1}{1-D} \right] = AP + B \quad (4.2)$$

Avec : A et B : constantes ;

1-D : fraction poreuse du comprimé vert.

La relation ci-dessus donne la proportionnalité existant entre le taux de changement de la densité relative « D » et le taux de compression « 1-D » du comprimé vert, représenté dans la relation (4.3) ci-après. En effet, on remarque que le taux de compression est inversement proportionnel à la pression de compression.

$$\left(\frac{dD}{dP}\right) \propto (1-D)$$

$$\left[\frac{dD}{(1-D)}\right] = A \cdot dP \quad (4.3)$$

Les transformées de Heckel des différents mélanges étudiés sont représentées dans les figures 4.8 à 4.13 ci-dessous. Elles révèlent deux demi droites de pentes différentes ; la pente y est plus importante aux basses pressions qu'aux plus hautes. Par ailleurs, elles montrent une porosité qui s'élimine plus rapidement au début de la compression. Ce résultat s'explique par le réarrangement qui est facilité aux basses pressions.

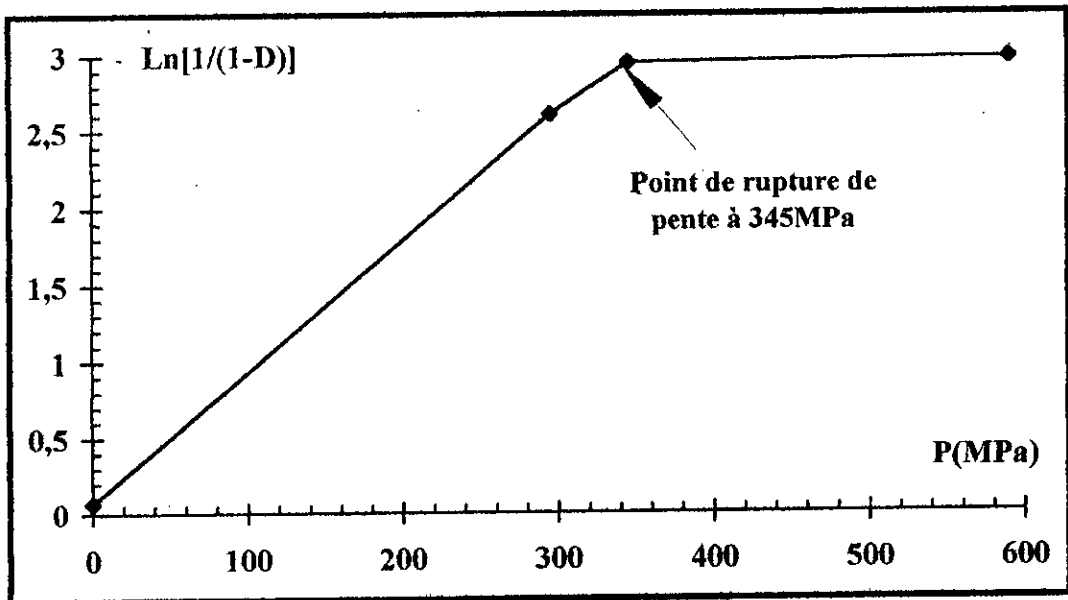


Fig.4.8 : transformées de Heckel du mélange A.

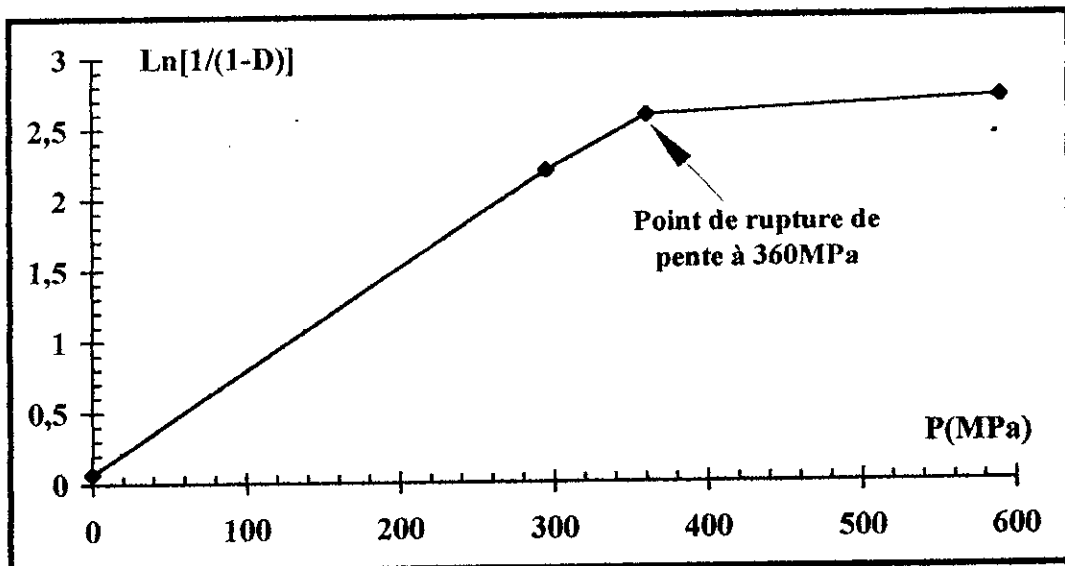


Fig.4.9 : transformées de Heckel du mélange B.

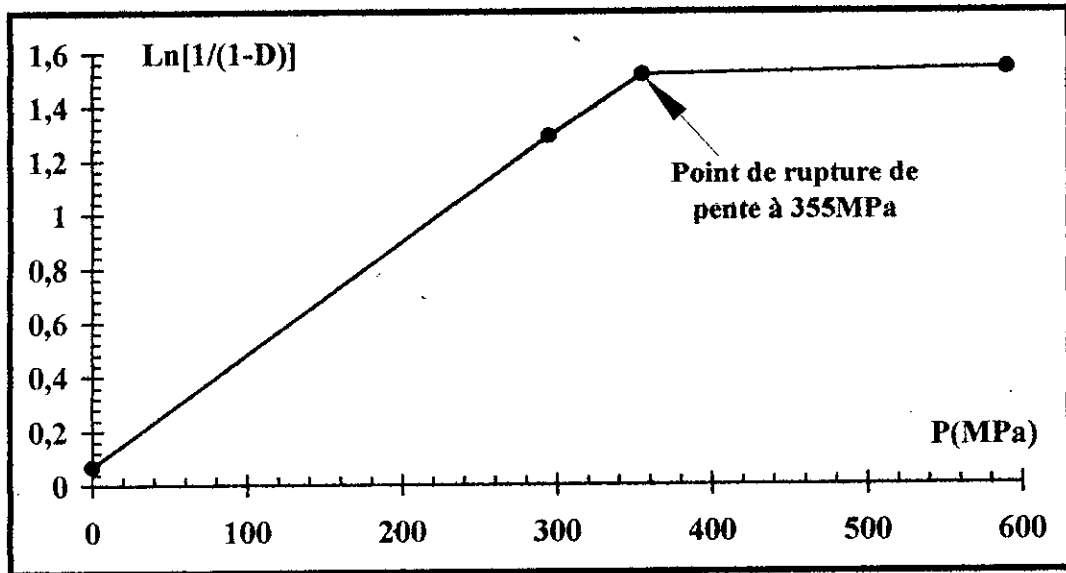


Fig.4.10 : transformées de Heckel du mélange B'.

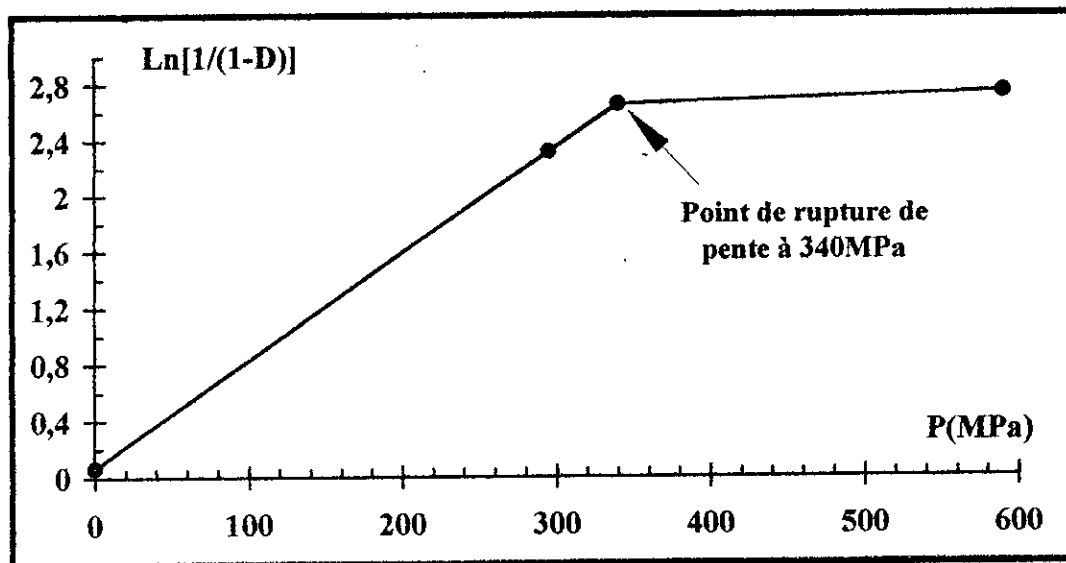


Fig.4.11 : transformées de Heckel du mélange C.

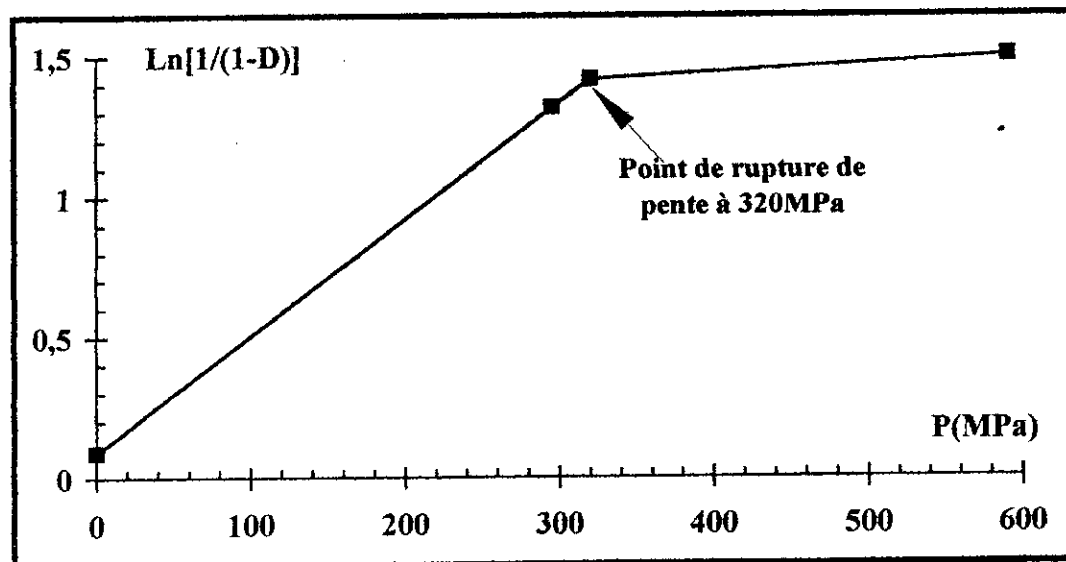


Fig.4.12 : transformées de Heckel du mélange C'.

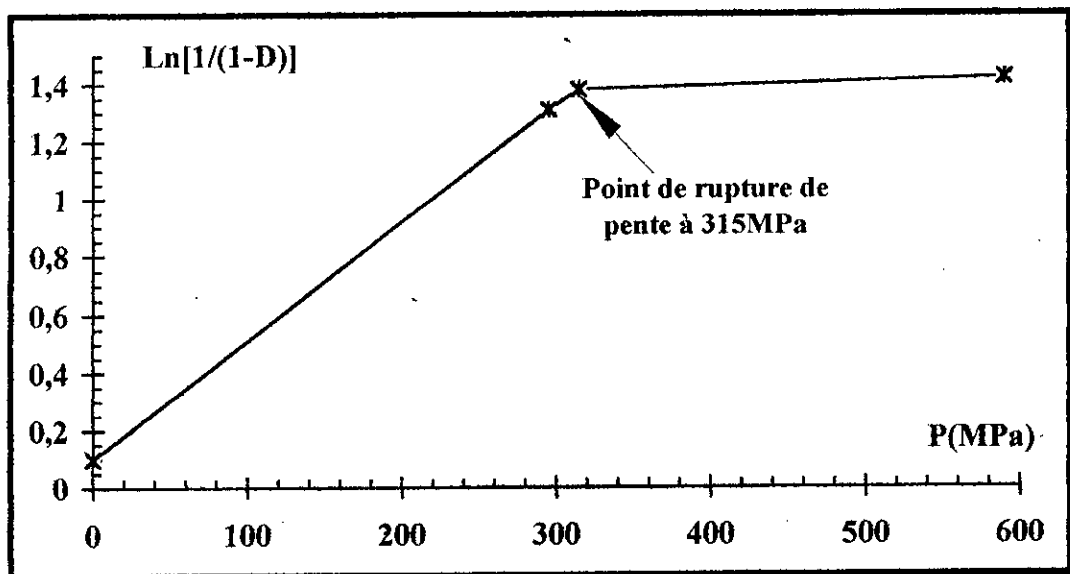


Fig.4.13 : transformées de Heckel du mélange D.

La figure 4.14 ci-dessous englobe les transformées de Heckel des mélanges étudiés.

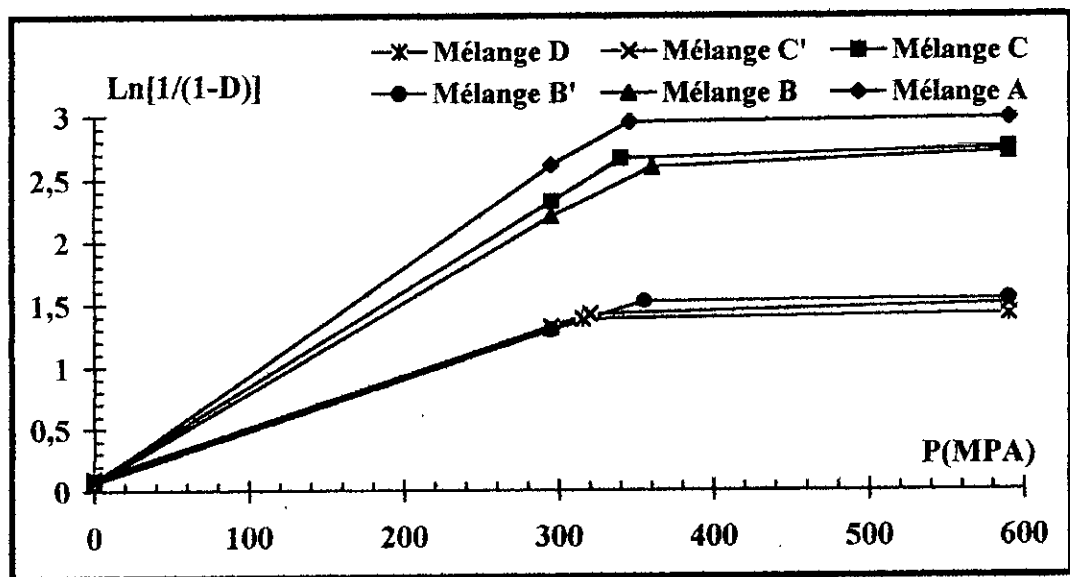


Fig.4.14 : transformées de Heckel des mélanges A à D.

On remarque que les courbes présentent deux demi droites de pentes différentes. Le point de flexion tend vers les basses pressions quand la quantité des différents ajouts augmente. A gauche du point de flexion (faibles pressions), la pente est très importante car, d'après Heckel, la densification est maximale lors du réarrangement des particules. Alors qu'à droite de ce point, la pente est plus faible (résistance des particules interconnectées). Les valeurs des points de rupture de pente sont les suivantes :

- mélange A : 345MPa ; mélange B : 360MPa ; mélange B' : 355MPa
- mélange C : 340MPa ; mélange C' : 320MPa ; mélange D : 315MPa.

Les pentes à basses pressions sont des droites à cause de l'aptitude du cuivre à se déformer facilement et de sa forme dendritique. Les courbes de la figure 4.14 nous permettent de calculer les constantes A et B des différents mélanges comme le montre le tableau 4.3 ci-après.

Tableau 4.3 : valeurs des constantes A et B des comprimés.

N° du mélange	$10^{-3} A$ (MPa)	B
Mélange A	4,408	0,0702
Mélange B	3,74	0,0702
Mélange B'	4,13	0,0745
Mélange C	9,002	0,0927
Mélange C'	2,902	0,1078
Mélange D	2,335	0,1013

On peut également avoir une idée sur l'évolution du point de rupture de pente en fonction de la teneur en graphite et/ou en plomb comme le montre la figure 4.15.

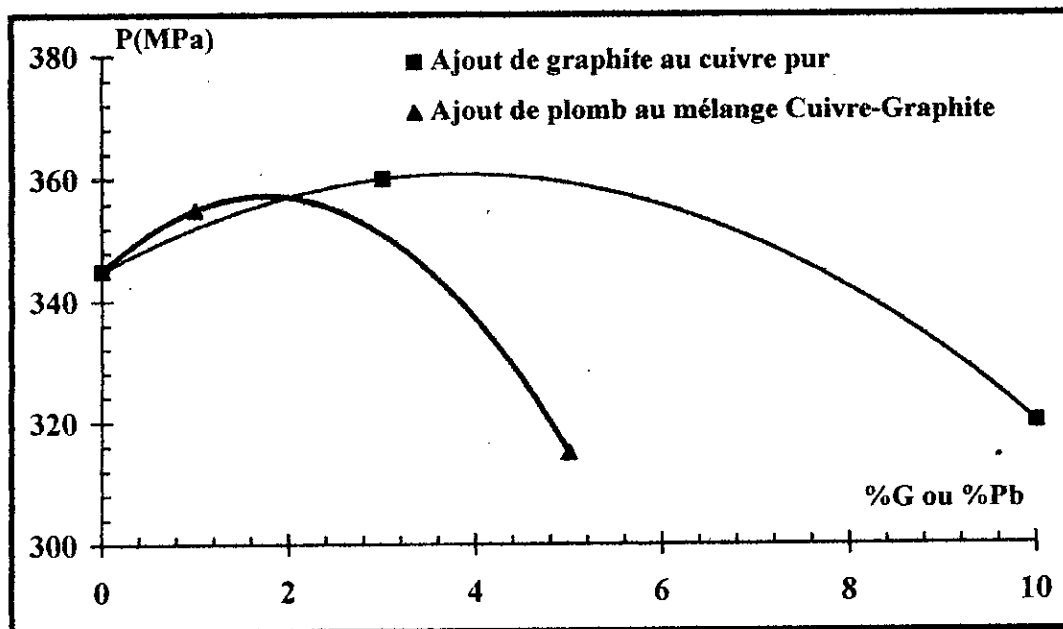


Fig.4.15 : point de rupture de pente en fonction de la teneur en graphite et/ou en plomb.

L'ajout de graphite et/ou de plomb au cuivre suit une fonction parabolique. Ce phénomène est plus accentuée dans le cas du graphite ; ce qui est évident lorsque l'on sait que le graphite est très plastique et donc se déforme plus difficilement.

CHAPITRE 5 : FRITTAGE ET CARACTERISATION DES COMPRIMÉS CU-C ET CU-C-PB

Dans ce chapitre, nous allons étudier le traitement thermique des comprimés obtenus en faisant varier la température et le temps de frittage.

5-1 Frittage des comprimés

Le mode opératoire suivi pour réaliser le frittage des comprimés précédemment obtenus est le suivant : une plaque en acier réfractaire dont les dimensions sont les suivantes :

- longueur : 200mm ;
- largeur : 30mm ;
- hauteur : 20mm ;

sert à déposer les échantillons. Nous plaçons six (06) pastilles par fournée. Afin d'éviter toute réaction avec l'intérieur du four, les pastilles sont recouvertes avec de l'alumine (Al_2O_3) et d'une autre tôle en acier réfractaire. L'ensemble bien fermé est placé dans le four ; une pompe est actionnée pour faire un vide poussé de l'ordre de 0,1mbar à l'intérieur du four pendant 30 minutes. Après cela, le four est réglé pour monter en température jusqu'à 950°C ou 1000°C selon le cycle choisi, tout en maintenant le vide (temps de maintien : 30 minutes). Quand la température de la zone chaude, contrôlée par pyrométrie, atteint 950 ou 1000°C, on arrête le vide et on envoie un courant d'azote sous une pression de 1 bar avec un débit de 7,3m³/cycle. La mise en régime du four se fait à une vitesse de 1000°C/h.

Les conditions de travail correspondant à chaque cycle thermique sont les suivantes : influence de la température et du temps de maintien sur les propriétés mécaniques (dureté), physiques (conductivité) et la microstructure des produits frittés.

Pour ce faire, chaque lot de mélanges étudiés subit un des cycles thermiques du tableau 5.1 ci-dessous.

Tableau 5.1 : cycles thermiques de frittage.

Température de frittage (°C)	Temps de maintien (h)	Type de mélange
950	1	A, B, B', C, C' et D
950	2	A, B, B', C, C' et D
1000	1	A, B, B', C, C' et D
1000	2	A, B, B', C, C' et D

La température maximale de frittage est fixée à 1000°C afin d'éviter la fusion du cuivre (Température de fusion du cuivre=1083°C) alors que pour les mélanges contenant du plomb, la présence d'une phase liquide est observée (température de fusion du plomb=327°C).

On calcule une nouvelle fois la densité relative, qui est obtenue après pesée et mesure des dimensions des comprimés frittés à l'aide d'un palmer de précision. L'équation 4.1 (cf. chapitre 4.1, page 38) permet ce calcul. Les résultats de ce calcul sont présentés dans le tableau 5.2 ci-dessous.

Tableau 5.2 : résultats du calcul de la densité relative des frittés.

N° du mélange	Densité du comprimé (%)	Densité du fritté à 950°C (%)	Densité du fritté à 1000°C (%)	Temps (h)
Mélange A	95,11	Boursoufflé	Boursoufflé	1
	95,11	Boursoufflé	96,34	2
Mélange B	80,58	77,90	78,30	1
	80,58	95,78	96,25	2
Mélange B'	78,62	80,34	82,15	1
	78,62	84,51	86,86	2
Mélange C	90,80	95,16	90,00	1
	90,80	97,90	98,00	2
Mélange C'	61,87	66,49	88,23	1
	61,87	69,48	96,89	2
Mélange D	59,78	63,97	72,45	1
	59,78	64,64	64,60	2

Dans ce qui suit, nous allons étudier les paramètres essentiels du frittage tels que : la température, le pourcentage de la phase liante et le temps de maintien.

5-1-1 Influence de la teneur en éléments d'alliage (graphite et plomb) sur la densité relative

La variation de la densité relative en fonction de la teneur en éléments en graphite et en plomb est illustrée par les figures 5.1 et 5.2 ci-dessous.

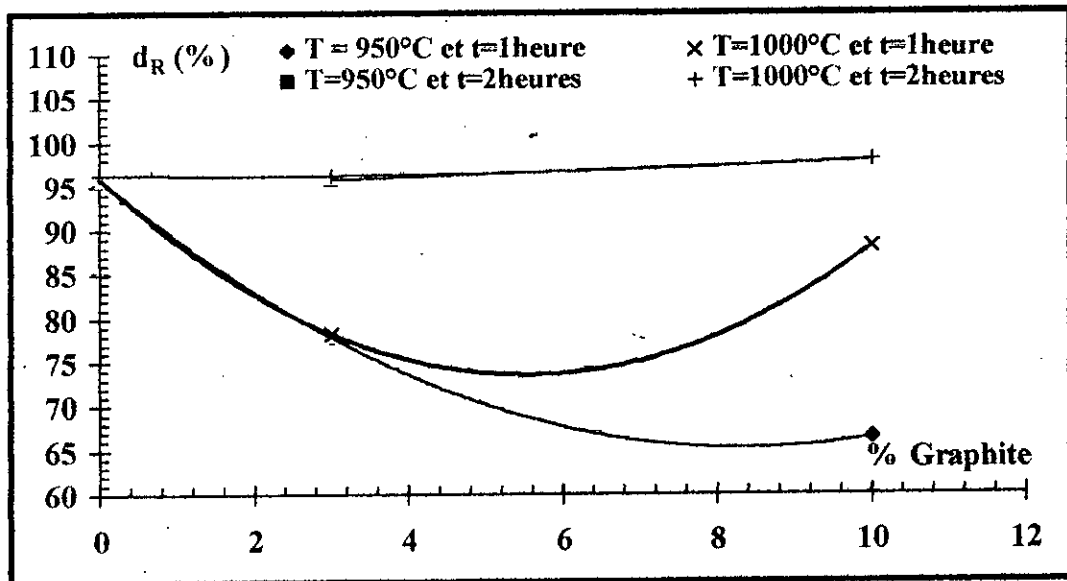


Fig.5.1 : densité relative en fonction de la teneur en graphite (0, 3 et 10%) des mélanges A, B, C et C'.

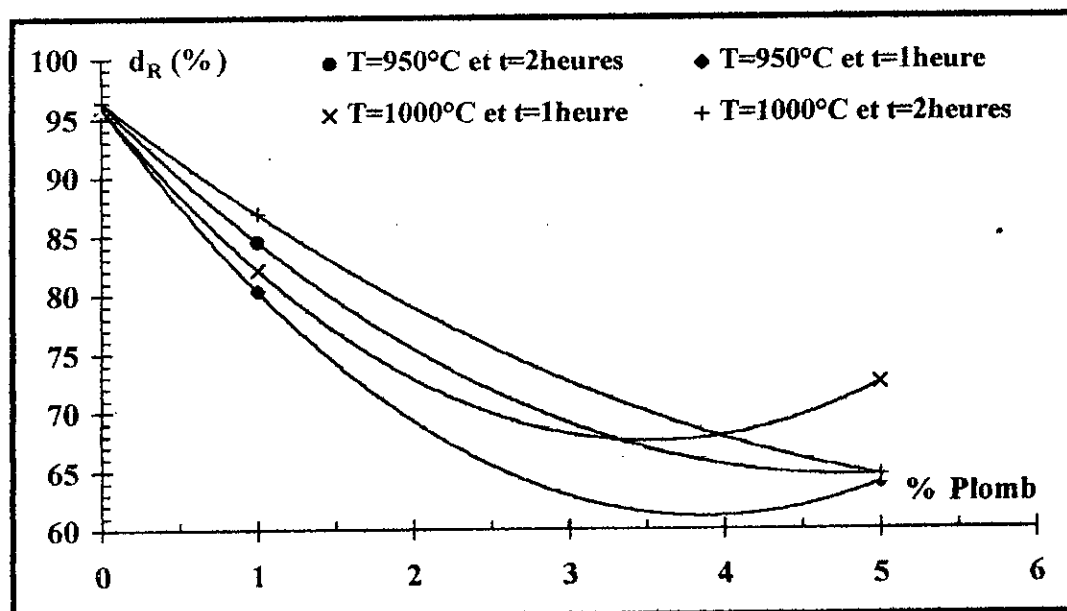


Fig.5.2 : densité relative en fonction de la teneur en plomb (0, 1 et 5%) des mélanges A, B' et D.

5-1-1-1 Mélanges Cu-C frittés à 950°C et 1000°C pendant t=1h puis t=2

La densité relative des frittés décroît pour tous les cas comme le montre la figure 5.1, exception faite pour le cas T=1000°C et t=1heure, où l'on remarque une légère augmentation de la densité. Ce résultat n'explique en rien un quelconque phénomène mais est probablement dû à des erreurs de manipulation qui provoqueraient des soufflures dans l'échantillon. On rappelle l'influence néfaste du graphite qui est très plastique et donc difficilement fritté ainsi que sa solubilité presque nulle dans le cuivre.

5-1-1-2 Mélanges Cu-C-Pb frittés à 950°C et 1000°C pendant t=1h et t=2h

L'ajout du plomb ne fait qu'accentuer la décroissance de la densité relative du mélange Cu-C (cf. figure 5.2). On rappelle la faible température de fusion du plomb ainsi que sa solubilité presque nulle qui diminueraient la valeur de la densité relative.

5-1-2 Influence de la température sur le retrait volumique

Les résultats du calcul de la variation relative du retrait ($\Delta V/V$) en fonction de la température de frittage sont regroupés dans le tableau 5.3 ci-dessous.

Tableau 5.3 : variation relative du retrait en fonction de la température de frittage.

Type de mélange	Temps de maintien (h)	T=950°C	T=1000°C
Mélange A	1	0,4602	0,4577
	2	0,5688	0,4003
Mélange B	1	0,2496	-0,1080
	2	0,3980	0,0334
Mélange B'	1	0,0453	0,2598
	2	0,0508	-0,1100
Mélange C	1	-0,0284	-0,1302
	2	0,0284	0,0000
Mélange C'	1	0,0207	-0,4861
	2	0,2688	-0,5093
Mélange D	1	0,2952	-0,0039
	2	0,2214	0,2784

Les courbes des figures 5.3 et 5.4 ci-dessous représentent les résultats du tableau ci-dessus. Elles montrent l'influence de la composition chimique en éléments (graphite et plomb), plus que tout autre élément, sur le retrait volumique.

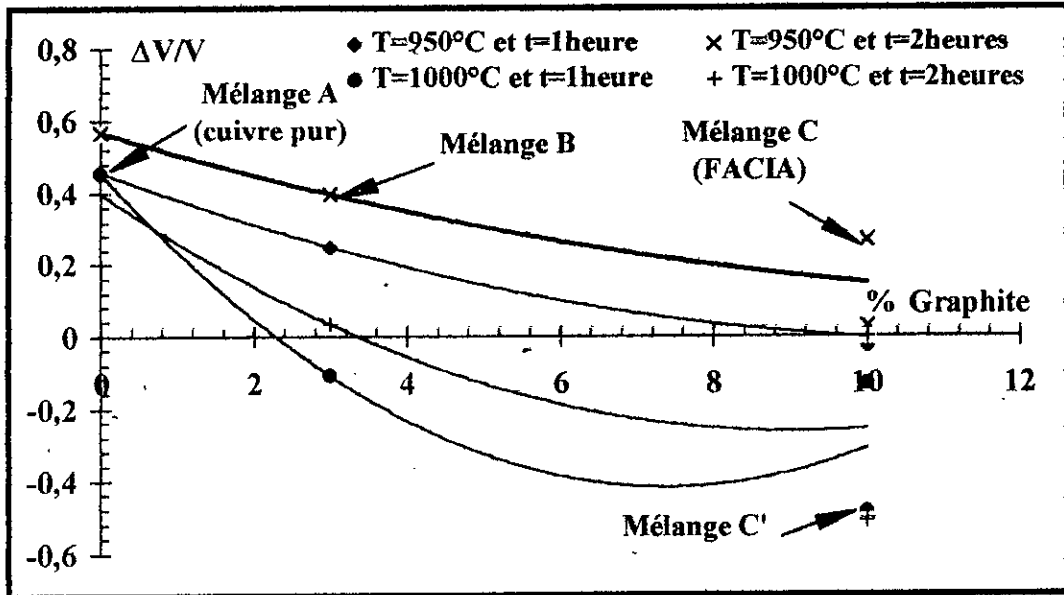


Fig.5.3 : retrait volumique en fonction de la teneur en graphite des mélanges A, B, C et C'.

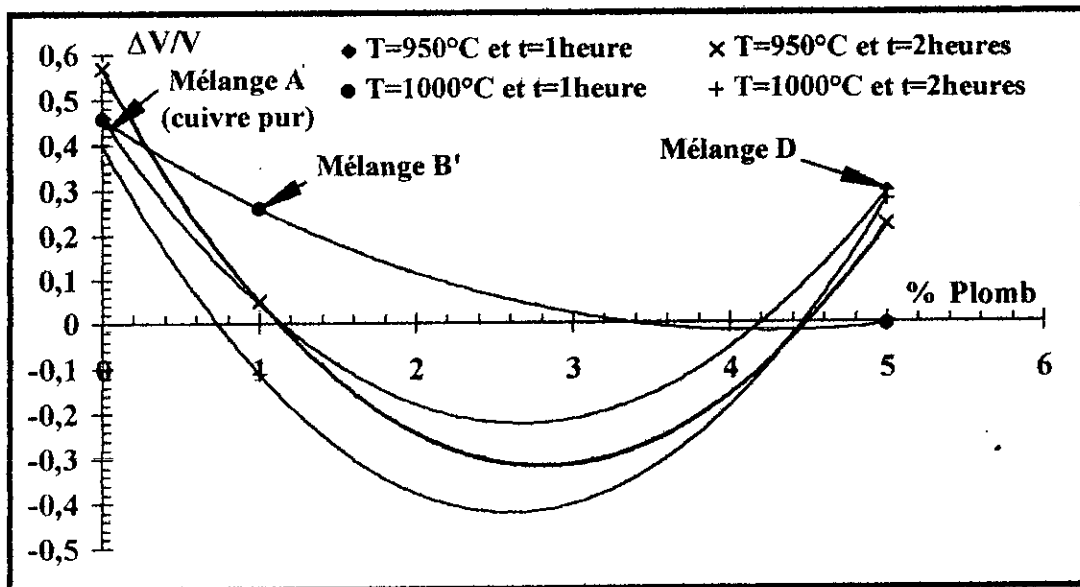


Fig.5.4 : retrait volumique en fonction de la teneur en plomb des mélanges A, B' et D.

5-1-2-1 Mélanges frittés à T=950°C pendant t=1h puis t=2h

Le retrait volumique est décroissant avec le temps de maintien lorsque l'on passe du mélange A au mélange C' (ajout de graphite au cuivre pur) ; alors qu'il présente un minimum lorsque l'on passe du mélange A au mélange D (ajout de plomb au mélange

Cu-C). Sachant que ces mélanges ont été soumis aux mêmes conditions de traitements thermiques, on remarque une diminution du retrait volumique du cuivre électrolytique due à la présence d'une quantité de plus en plus croissante de graphite ; ce dernier étant de taille plus petite que le cuivre et de nature lubrifiante. La présence de la phase liquide, en l'occurrence le plomb, augmente légèrement la valeur du retrait.

Après solidification, les alliages se composent de cristaux de cuivre et d'inclusions de plomb ; ces dernières se déposent aux joints de grains et remplissent les espaces interdendritiques. Le grossissement des grains de graphite par la diffusion des atomes de carbone, des petits grains de graphite vers les gros grains, le grossissement des grains de cuivre (recristallisation des grains écrouis par compression) et la dilatation thermique du graphite diminuent aussi le retrait volumique.

5-1-2-2 Mélanges frittés à $T=1000^{\circ}\text{C}$ pendant $t=1\text{h}$ puis $t=2\text{h}$

La décroissance du retrait volumique est très marquée dans ce cas exception faite pour le cas $t=1000^{\circ}\text{C}$ et $t=2\text{h}$; cela étant probablement dû, soit :

- au grossissement des grains de cuivre pour cette température ;
- à la quantité de phase liquide plus importante.

5-2 Caractérisation des produits frittés

La caractérisation des produits frittés consistent en :

- la mesure de la conductivité électrique ;
- l'observation par micrographie métallographique ;
- la mesure de la dureté.

5-2-1 Mesure de la conductivité électrique des produits frittés

Les propriétés physiques courantes des métaux frittés sont déterminées généralement en fonction de leurs divers domaines d'application. C'est le cas de nos mixtures qui sont des matériaux de contacts (conjoncteurs et disjoncteurs de courant électrique). Cependant, il existe quelques règles permettant la comparaison et même le calcul des propriétés d'un métal fritté par rapport à celles du même métal coulé et recuit. Le paramètre essentiel à prendre en considération est la porosité du métal fritté

et sa densité relative. Seules quelques propriétés sont indépendantes de la masse volumique ρ et ne dépendent que de la composition, ce sont à titre d'exemple : le coefficient de dilatation, ... Toutes les autres propriétés physiques et mécaniques sont fonction de la masse volumique. Mais en général, il n'existe pas de relation simple entre la valeur de la propriété et celle de la densité relative du fritté. En fait, ce n'est pas seulement le taux de porosité qui influe mais aussi la taille et la forme des pores ainsi que leur répartition. Le calcul de la résistivité « ρ » à partir de la résistance électrique « R » nous permet aussi de calculer la conductivité électrique par rapport à celle d'un cuivre standard recuit international (%IACS) :

$$\sigma = \frac{172,41}{\rho_{\text{mesurée}}} \quad (5.1)$$

Avec : σ : conductivité électrique, en %IACS ;
 ρ : résistivité électrique, en $\mu\Omega\text{cm}$.

Le tableau 5.4 ci-dessous donne les différentes conductivités obtenues pour le frittage à 950°C. Pour le cas de 1000°C, il est impossible de mesurer la résistance électrique avec nos moyens car il y a une augmentation importante de celle-ci.

Tableau 5.4 : résultats du calcul de la conductivité électrique.

Type de mélange	Temps de maintien (minutes)			
	20	40	60	120
Mélange A	105	107,5	107,9	107,9
Mélange B	88	90	91	92
Mélange B'	86	89	89,5	91
Mélange C	96	99	103,5	103,5
Mélange C'	84	86	86	87
Mélange D	81	83	84	85

La représentation graphique de ces valeurs est illustrée par la figure 5.5 ci-dessous. Elle révèle une conductivité électrique du mélange A qui croît de 88 à 92%IACS après un temps de maintien de frittage variant de 20 à 120 minutes. La porosité décroît avec

la densification. D'après Dombroski, Lawley et apellan [26], la plupart des pores sont ronds ou partiellement sphéroïdisés et ils sont localisés initialement aux joints de grains. Avec un temps de frittage plus long, les grains croissent d'une façon anormale. On peut également remarquer des pores longs mais la majorité de la porosité est sphéroïdale. La phase liquide augmente aussi la conductivité et le graphite est meilleur conducteur électrique que les autres formes de carbone. De nombreuses déterminations de résistivité du graphite, telles que celles de Reynolds, Hemstreet et Leinhardt, ont conduit à des résultats très variés allant, à la température ambiante, de $0,4$ à 22.10^{-4} Ωcm . On observe en effet de grandes variations suivant l'origine du graphite et la nature et la proportion des impuretés. En outre, lorsque l'échantillon est pulvérulent, de nombreux facteurs dont l'importance est difficile à préciser viennent compliquer la mesure de la pression exercée sur la poudre, la grosseur du grain, la teneur en humidité, la dimension des pores, ... La résistivité du graphite naturel croît constamment en fonction de la température de frittage.

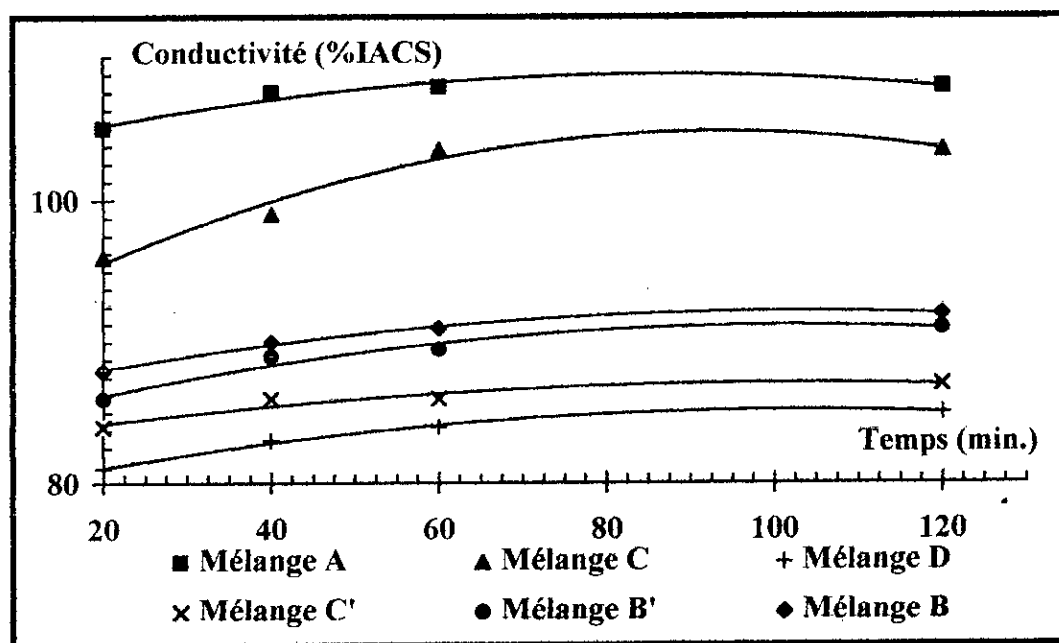


Fig. 5.5 : conductivité en fonction du temps de frittage pour $T=950^{\circ}\text{C}$.

On remarque que les courbes de conductivité des différents mélanges en fonction du temps de frittage évolue dans le même sens que les courbes de densité relative dans le cas de la compression. La présence de plomb diminue la conductivité électrique comme prévu par la théorie [1].

5-2-2 Microscopie métallographique des produits frittés

Après avoir subi toutes les opérations de polissage, les échantillons sont observés au microscope optique, ils permettent ainsi de révéler, soit :

- la forme des pores et la distribution du graphite lorsqu'ils ne sont pas attaqués ;
- la structure métallographique attaquée à l'aide d'une solution de NH_4OH .

Comme la solubilité du graphite dans le cuivre est nulle quelque soit la température, on remarque sur les micrographies attaquées des grains de graphite enrobés par des grains de cuivre ($\% \text{Cu} > 80\%$). En plus, la présence d'inclusions de plomb déposées aux joints de grains de cuivre (cf. figures 5.9 et 5.15) viennent remplir les espaces interdendritiques.

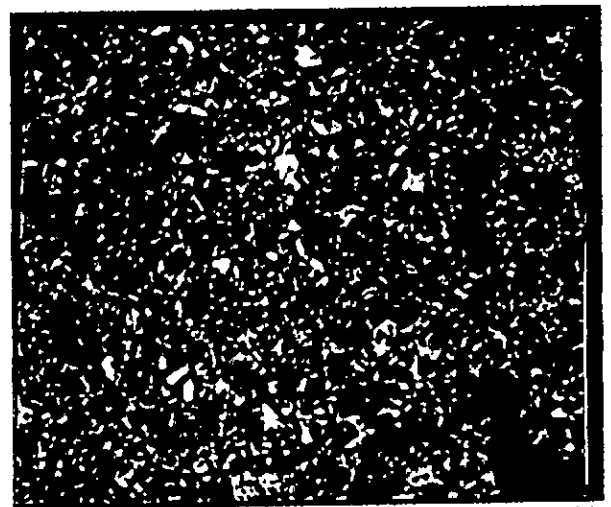
Les résultats de toutes ces observations sont discutés dans les micrographies des figures suivantes.

5-2-2-1 Cas du cuivre pur

Les résultats de l'observation au microscope optique des échantillons du mélange A (cuivre pur) frittés à 950 et 1000°C pendant 1 et 2 heure(s) sont réunis dans les micrographies ci-dessous. On remarque sur ces micrographies la structure d'une matrice de cuivre pur recuit, les joints de grains sont très distincts. On notera cependant la présence de boursouflures et d'une porosité bien répartie sur la surface des échantillons dues probablement aux gaz occlus durant l'étape de frittage.



a) T=950°C et t=1 heure



b) T=1000°C et t=2 heures

Fig.5.6 : mélange A (cuivre pur) attaqué au NH_4OH .

Pour une température de 1000°C et un temps de maintien de 2 heures, le grain de cuivre a subi un grossissement par autodiffusion comme le montre la figure 5.7.b.

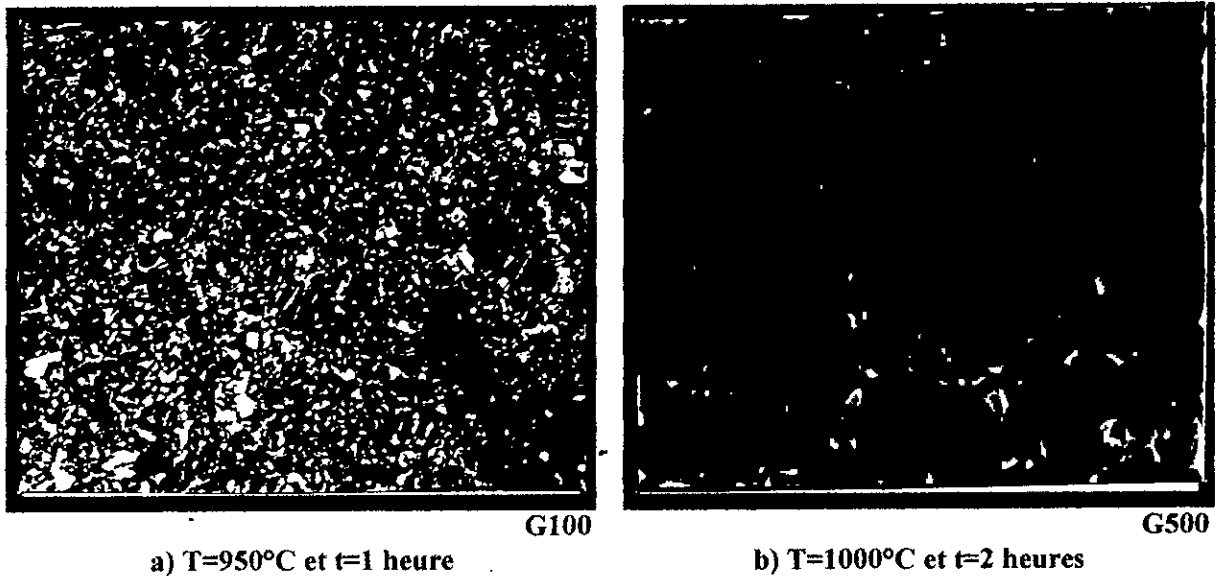


Fig.5.7 : mélange A (cuivre pur) attaqué au NH₄OH.

5-2-2-2 Cas du mélange B (97%Cu-3%C)

Dans le cas du mélange B qui contient 3% de graphite, les micrographies des figures 5.8 et 5.9 révèlent la présence de la matrice de cuivre d'une part et de sphéroïdes de graphite enrobés dans la matrice de cuivre d'autre part. On remarque la différence de taille des sphéroïdes de graphite due probablement à la germination primaire (graphite primaire) et secondaire (graphite secondaire) lors du frittage.

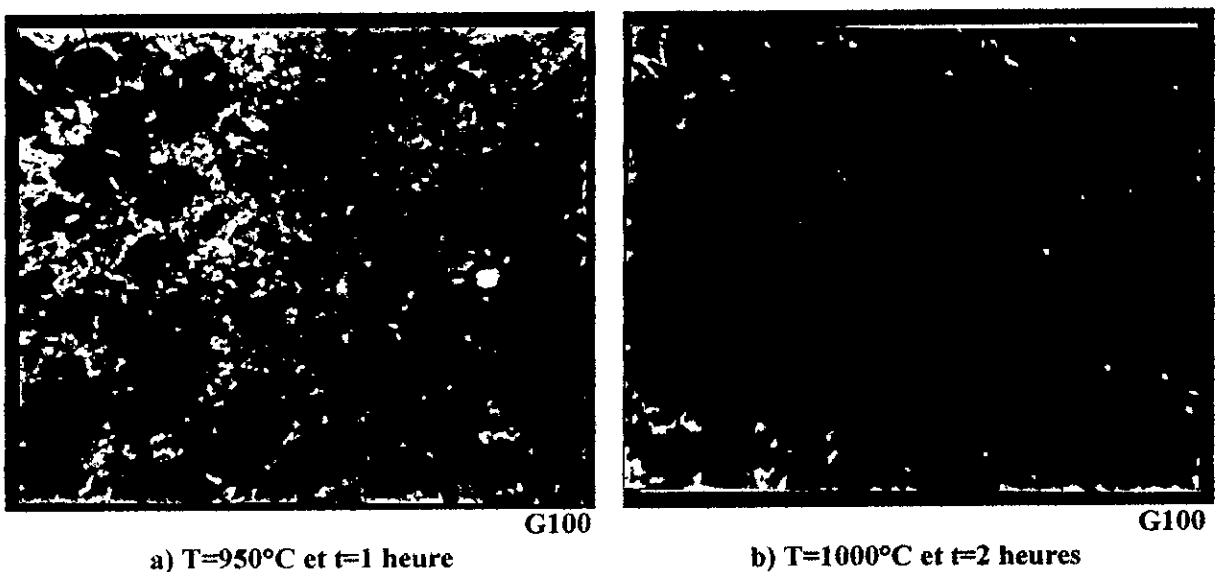


Fig.5.8 : mélange B (Cu-3%C) attaqué au NH₄OH.

On constate également un grossissement des grains de cuivre qui est dû à l'autodiffusion cuivre - cuivre et graphite - graphite.

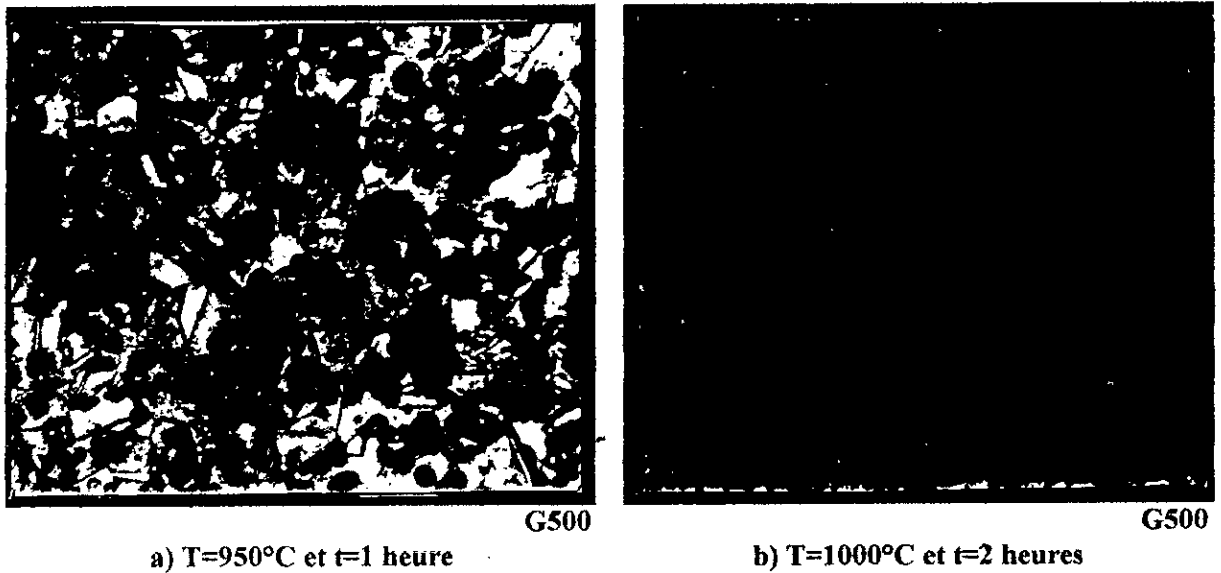


Fig.5.9 : mélange B (Cu-3%C) attaqué au NH₄OH.

5-2-2-3 Cas du mélange B' (97%Cu-2%C-1%Pb)

Dans le cas du mélange B' qui contient 2% de graphite et 1% de plomb, les micrographies des figures 5.10 et 5.11 montrent une matrice de cuivre (grains de forme polygonale), des sphéroïdes de graphite enrobés dans la matrice de cuivre et troisième phase (en clair) qui n'est rien d'autre que la phase liquide due à l'ajout de plomb. On rappelle que la phase liquide coule suffisamment rapidement entre les grains solides de cuivre durant le frittage.

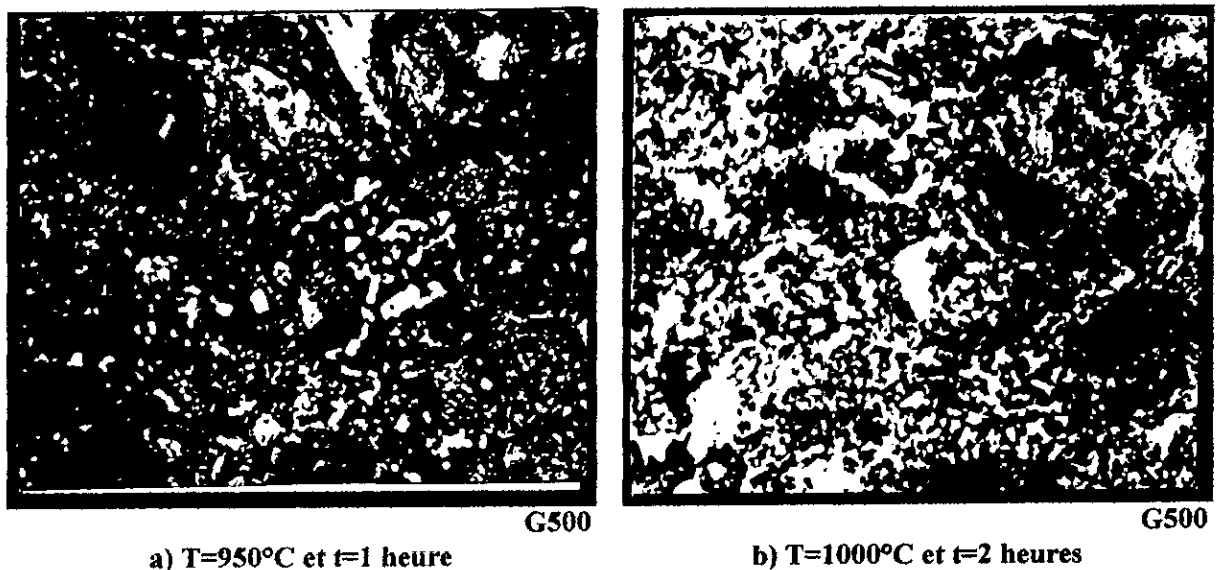


Fig.5.10 : mélange B' (Cu-2%C-1%Pb) attaqué au NH₄OH.

Une autodiffusion est également notée dans ce cas, il s'agira, en plus de l'autodiffusion cuivre - cuivre et graphite - graphite, de l'autodiffusion plomb - plomb.

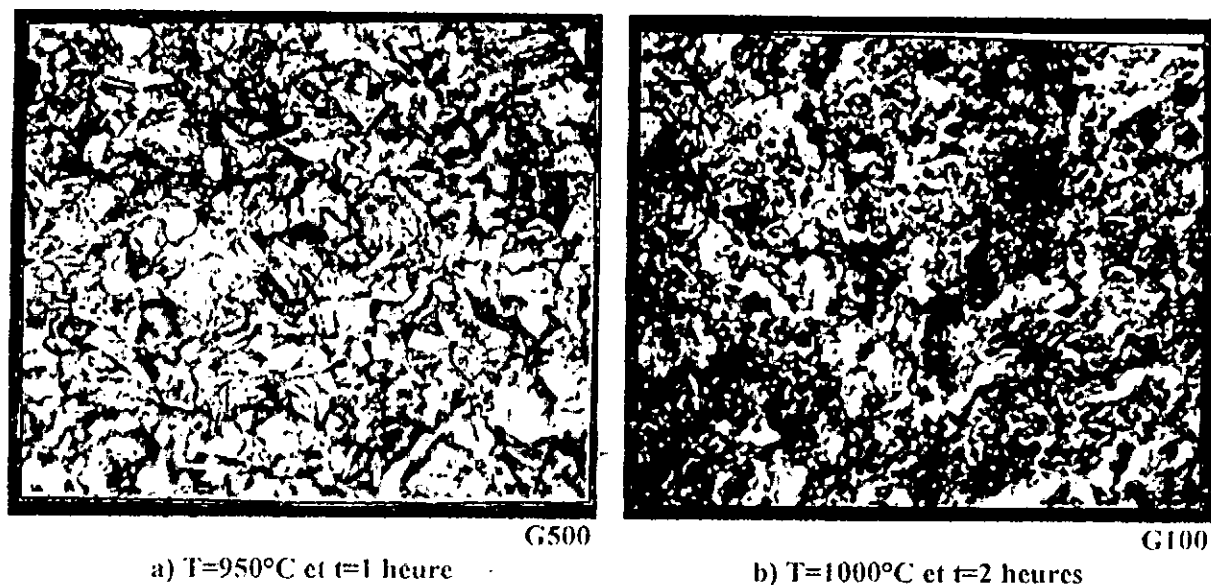


Fig.5.11 : mélange B' (Cu-2%C-1%Pb) attaqué au NH₄OH.

5-2-2-4 Cas du mélange C (90%Cu-10%C, FACIA)

En observant les différentes micrographies des figures 5.12 et 5.13, on remarque la présence distincte de la matrice de cuivre et du graphite, notamment pour la température de 1000°C : dans ce cas le cuivre enrobe complètement les grains de graphite (cf. figure 5.13). On remarque également la présence d'une porosité (contraste flou) dans les grains de graphite : il s'agit d'une porosité fermée.

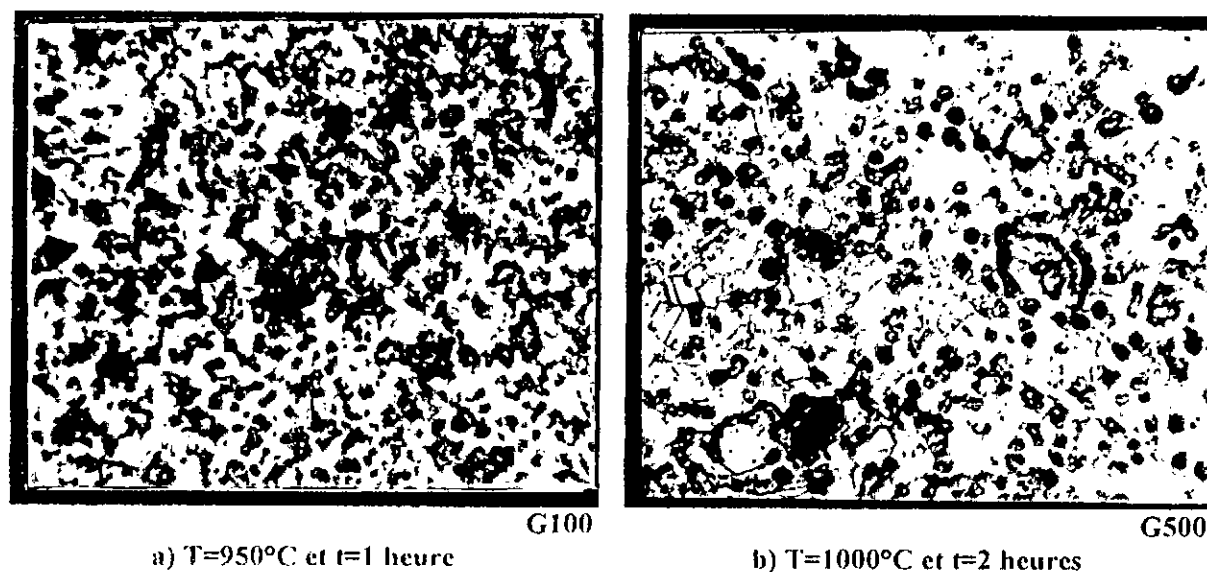


Fig.5.12 : mélange C (Cu-10%C, FACIA) attaqué au NH₄OH.

On rappelle également que le mélange C correspond à la poudre préalliée ; cette poudre de cuivre étant importée alliée au graphite donc bien homogénéisée.

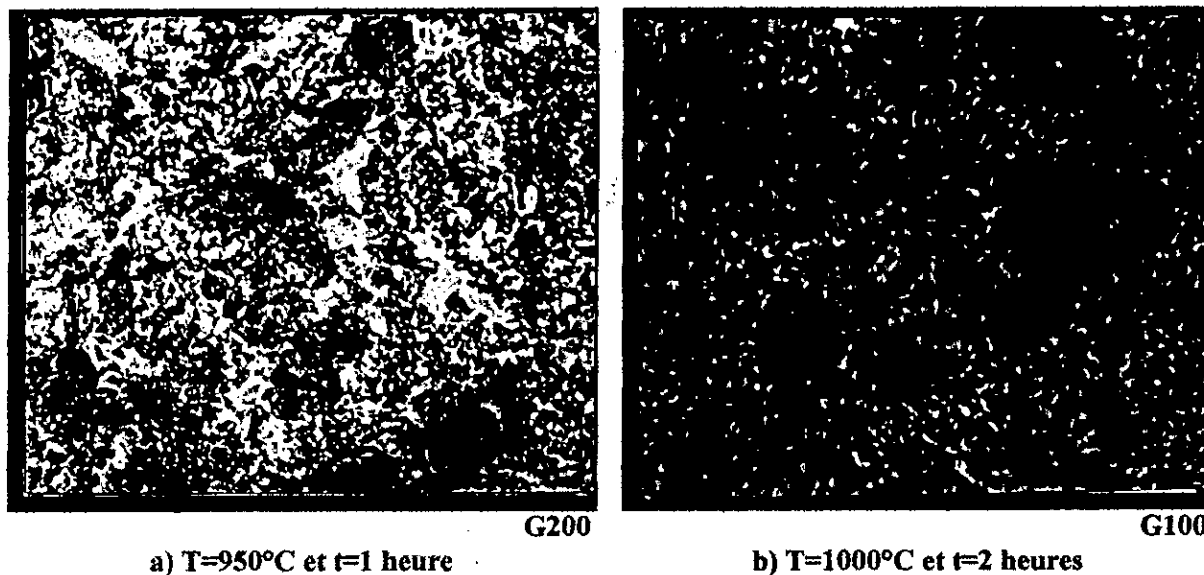


Fig.5.13 : mélange C (Cu-10%C, FACIA) attaqué au NH_4OH .

5-2-2-5 Cas du mélange C' (90%Cu-10%C)

Pour un cycle thermique de frittage de 1000°C et 2 heures, les micrographies des figures 5.14 et 5.15 révèlent la présence de porosité, de graphite coalescé (la coalescence est probablement due à l'autodiffusion des petits grains de graphite vers les plus gros) ; ces grains sont enrobés dans une matrice de cuivre recuit. La structure dans ce cas est plus homogène que celles des autres cycles.

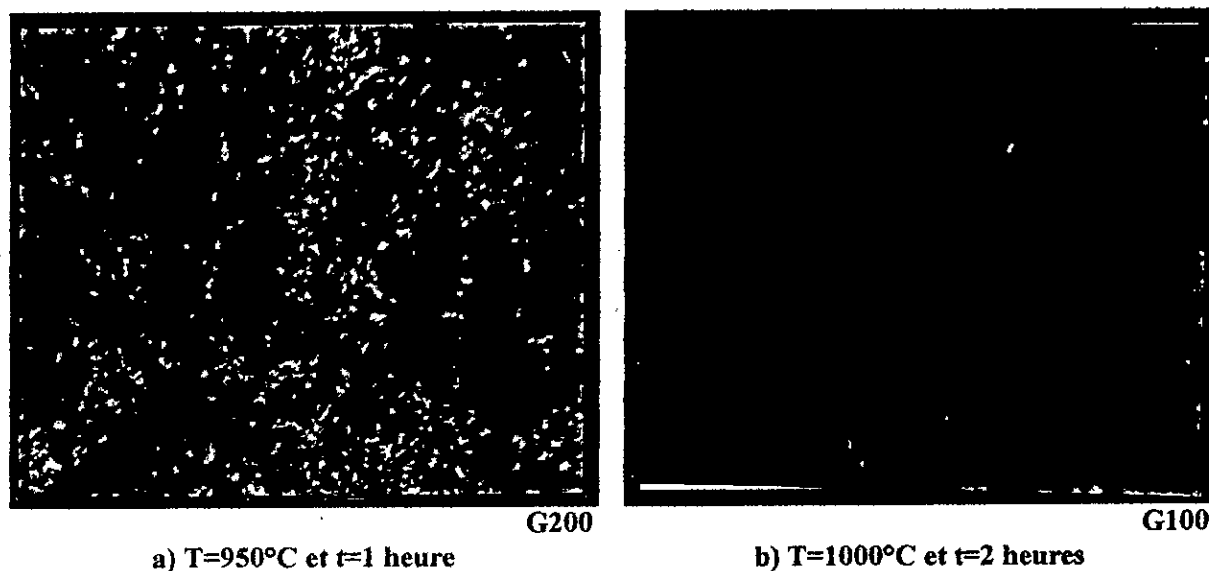


Fig.5.14 : mélange C' (Cu-10%C) attaqué au NH_4OH .

Comparé au mélange C, ce mélange, qui contient la même teneur en graphite, est moins homogène ; ce qui entraîne d'ailleurs les mauvaises valeurs de densité.

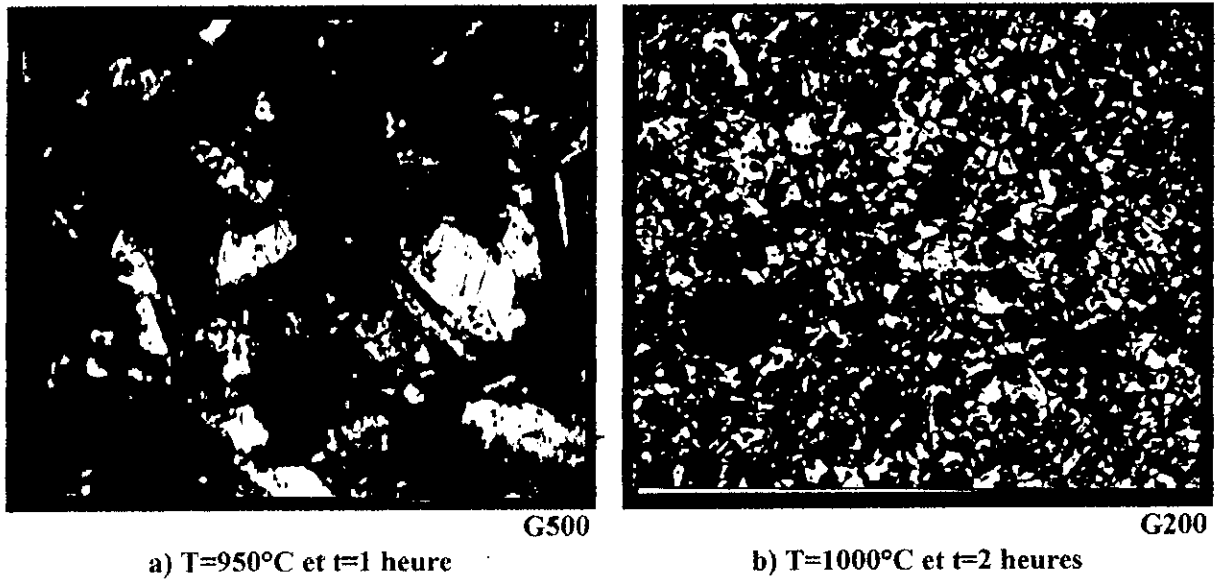


Fig.5.15 : mélange C' (Cu-10%C) attaqué au NH_4OH .

5-2-2-6 Cas du mélange D (90%Cu-5%C-5%Pb)

On remarque sur les micrographies des figures 5.16 et 5.17 une autodiffusion cuivre - cuivre, graphite - graphite et plomb - plomb par homogénéisation de la structure ; les gros grains de graphite étant enrobés par la matrice de cuivre (en clair). Comme on observe un dépôt de plomb aux joints de grains de cuivre à cause de la solubilité nulle du graphite et du plomb lui même.

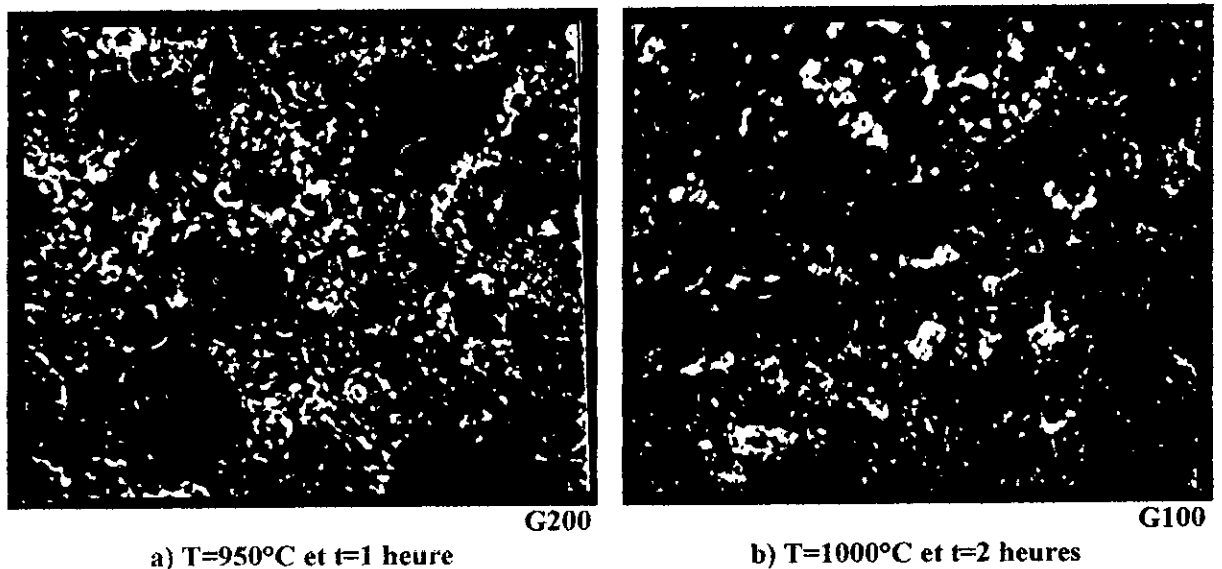


Fig.5.16 : mélange D (Cu-5%C-5%Pb) attaqué au NH_4OH .

La température de 1000°C et le temps de 2 heures (cf. figure 5.17b) sont les conditions favorables pour l'homogénéisation de la structure et la bonne densification.

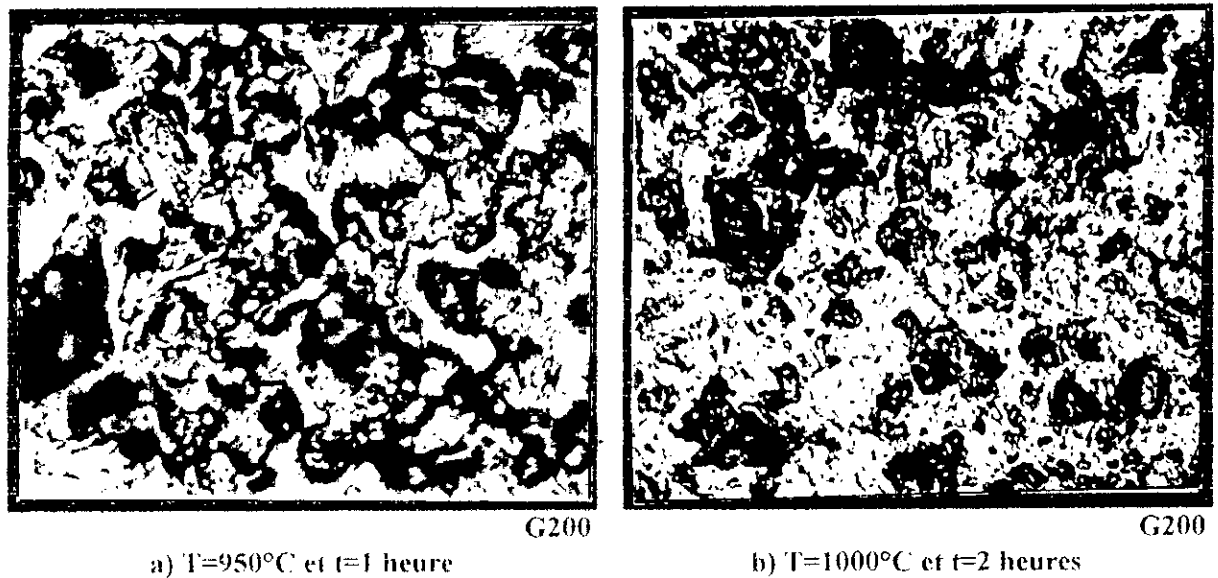


Fig.5.17 : mélange D (Cu-5%C-5%Pb) attaqué au NH₄OH.

5-2-3 Mesure de la dureté des produits frittés

Pour la mesure de la dureté, nous nous sommes référés à la norme ISO R80, qui décrit le principe de mesure de la dureté HRF ; celle a été effectuée sur une machine universelle de Wolpert (cas de tous les mélanges préalablement polis à l'aide de papier EMERI)

Le tableau 5.5 ci-dessous donne les valeurs de la moyenne arithmétique de trois (03) mesures effectuées dans les conditions citées en chapitre 3.1.6., page 26.

D'après les résultats de ce tableau, l'augmentation de la température de frittage et du temps de maintien diminuent les valeurs de la dureté pour un même mélange (cas de tous les mélanges). D'est tout évident lorsque l'on sait que les facteurs température et temps affectent la valeur de la dureté.

Cependant, lorsque l'on fait varier la teneur en graphite, la dureté augmente ; le graphite ayant une dureté assez élevée contribuerait à l'élévation de la dureté HRF. Dans le cas du plomb, la valeur de la dureté ne s'affaiblit qu'à une teneur de 5%de plomb ; celui-ci étant ductile

Par ailleurs, on rappelle que les faibles dimensions des pastilles frittées entraîneraient des résultats quelque peu erronés. Cela étant probablement dû :

- aux problèmes de fissuration et de déformation lors de l'essai ;
- aux caractéristiques particulières du graphite (plasticité et solubilité presque nulle) ;
- à la présence de pores ;
- à la structure du cuivre recuit.

Tableau 5.5 : résultats de la dureté HRF des produits frittés.

N° du mélange	Température de frittage (°C)	Dureté HRF	Temps (h)
Mélange A 100%Cu	950	10	1
	1000	5	2
Mélange B 97%Cu-3%C	950	15	1
	1000	13	2
Mélange B' 97%Cu-2%C-1%Pb	950	10	1
	1000	8,5	2
Mélange C 90%Cu-10%Cu	950	28	1
	1000	25	2
Mélange C' 90%Cu-10%C	950	20	1
	1000	22,5	2
Mélange D 90%Cu-5%C-5%Pb	950	7,5	1
	1000	5	2

CONCLUSION

Dans ce travail, nous avons élaboré des matériaux de contact à base de « Cu- C » et « Cu-C-Pb » par frittage en phase solide pour le premier mélange et, en phase liquide pour le second (présence de plomb).

L'étude de la compressibilité des mélanges de ces poudres nous a permis d'observer leur comportement en fonction de la variation de la pression. Les courbes obtenues sont tracées selon la loi de Heckel. D'après les résultats obtenus, on déduit que la densification après compression est élevée pour le cuivre et le mélange préallié et est favorisée par :

- les conditions de compression (pression, ...);
- la forme dendritique du cuivre et sa ductilité;
- la lubrification par le graphite;
- la ductilité du plomb.

La deuxième partie de notre travail a porté sur l'étude des paramètres essentiels de frittage. Ces derniers influent sur les caractéristiques du produit fritté; ce sont :

- le pourcentage des ajouts de graphite et de plomb;
- la température de frittage et le temps de maintien;
- le préalliage des poudres (mélange FACIA);
- l'atmosphère de frittage.

Pour clôturer ce travail, nous avons procédé à la caractérisation des frittés obtenus en mesurant :

- leur conductivité électrique;
- leur dureté.

D'après nos résultats, la conductivité électrique des frittés croît proportionnellement avec la densité relative; ces résultats étant conformes à ceux obtenus par Dombroski. En effet, pour obtenir une conductivité électrique élevée, il faut avoir une densité relative élevée après compression (supérieure à 89%). La réussite d'une telle condition réside dans le choix judicieux des paramètres de compression et de frittage.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] : F.V. LENEL. Powder metallurgy, principles and applications. April 1980 ; pp.549-557.
- [2] : THADDENS and B. MASSALSKI. Metals handbook. Volume 1 : Binary alloy phase diagrams. Second printing, august 1987. American Society for Metals, pp.559 and 946.
- [3] : P.J. JAMES. Powder metallurgy. Edition 1972 ; pp.82 et 193.
- [4] : O.D. ESPINOS. Etude de la compression et du frittage de poudres nanométriques de Fe et Cu, propriétés mécaniques de matériaux massifs à structure nanocristalline. Thèse de Docteur en science des matériaux ; Université Paris XI, Orsay ; 1998.
- [5] : I. SHAPIRO et M. KOLTHOFF. J. Phys. Colloid. Chem. ; 1947 ; page 483.
- [6] : Metals handbook. Powder metallurgy ; ninth edition ; 1984.
- [7] : Y. BAL'SHIN. Theory of compacting. Vestnik. Metallo. Prom. ; vol.18 ; 1958 ; pp.127-137.
- [8] : R.W. HECKEL. An analysis of powder compaction phenomena. Transactions of the metallurgical society of AIME ; vol.221 ; october 1961 ; pp.1001-1008.
- [9] : R. M. GERMAN. Powder metallurgy science. Second edition MPIF, 1994.
- [10] : D.R. KIEFFER et D.W. HOTOP. Métallurgie des poudres. DUNOD 1947.
- [11] : H. UNKEL. Arch. Eisenh. Uttenw. Jan-Feb 1945 ; page 19.
- [12] : R.MEYER. Techniques de l'ingénieur. Métallurgie des poudres ; M862. Edition 1991.
- [13] : G. C. KUCZYNSKI. Met. Transactions AIME ; 1949 ; page 169.
- [14] : J. PEYSSOU. Industrie céramique ; 1968-1973 ; page 160.
- [15] : F. THUMMLER et W. THOMMA. Metallurgy revue ; 1969 ; page 69.

[16] : C.A. JOUENNE. Traité de céramiques et matériaux minéraux. Edition SEPTIMA ; 1975 ; pp.559-560.

[17] : W.D. KINGERY, E. NIKI et M.D. NARASEMHAN. Sintering of oxide and carbide-metal composition in presence of a liquid phase. Jour. of AMer. Ceram. Soc. ; vol.44, n°1 ; 1961 ; pp.29-35.

[18] : F.V. LENEL. Sintering in the presence of a liquid phase. American Institute of Mining and Metallurgical Engrs. Trans. ; vol.175 ; 1948 ; pp.878-905.

[19] : RANDALL M. GERMAN. Powder metallurgy science. Second edition ; 1972 ; page 91.

[20] : Metals handbook. Powder metallurgy. Vol.7 ; ninth edition ; 1984 ; page 635.

[21] : N.A. Metal. Powders for powder metallurgy. June 1986.

[22] : Metals handbook. Metallography and microstructures. Vol.9 ; ninth edition ; 1986 ; page 553.

[23] : Techniques de l'ingénieur, D2 : électrotechnique, matériaux, mesures, forme. D297 ; 1970 ; page 66.

[24] : R.M. GERMAN. Powder metallurgy science. Second edition ; 1994 ; pp.390-391.

[25] : C.E.I. n°413 de 1973. Méthodes d'essais pour propriétés physiques des matières de balais pour machines électriques.

[26] : DOMBROSKI and A. LAWLEY. Property control in sintered copper, function of additives. The International Journal of Powder Metallurgy. Vol.28, n°1 ; 1992.

[27] : P. PASCAL. Nouveau traité de chimie minérale, tome VIII ; pp.158-204.

ملخص : لتوليد وانقطاع الكهرباء في أجهزة و محركات صناعية لبد من استعمال مواد بسيطة ظنوة, مركبة أو خليط مصنوع على الطريقة العادية (تصليب) أو على طريقة التلييد. هذه الأخيرة تسهل تحظير خليط من مواد في غالب الأحيان يصعب تحظيرها على الطريقة العادية, و المثل المطابق هو خليط مكون من مسحوق النحاس (CU), مسحوق الكربون (C) و مسحوق الرصاص (pb).

عملنا هذا يخلص بدرجة الأولى, دراسة التغيرات التي تطرأ على سلوك هذه السبائك تحت تأثير التصليب و التلييد بتغيير كميات الكربون و الرصاص, ضغط التصليب, درجة الحرارة و زمن التلييد على الصلابة وقوة إيصال الكهرباء. مختلف وسائل التشخيص مكنتنا من التعرف على العناصر التي تؤثر على خصائص المواد التي صنعناها.

ABSTRACT

Electrical contacts are metal devices that make and break electrical circuits.

Contacts are made of either elemental metals or composite or alloys that are made by the melt cast method or manufactured by powder metallurgy process.

Powder metallurgy facilitate combinations of metals which ordinarily cannot be achieved by alloying.

Our study concerns the effects of various additives on the overall level and uniformity of compacted, sintered and electrical conductivity in alloys based on « Copper – Graphite » and alloys based on « Copper – Graphite – Lead ».

The different methods of investigation (X-rays diffractometry, scanning electronic microscopy, hardness,...) are equally used to characterise the different factors influence of the sintered alloys properties (microstructure, electric conductivity, hardness,...).

RESUME

Les contacts électriques sont des mécanismes qui jouent le rôle de joncteurs – disjoncteurs dans les circuits électriques. Ces contacts sont réalisés à l'aide de métaux simples ou composites ou encore d'alliages obtenus par la méthode classique (coulée) ou élaborés par le procédé de la métallurgie des poudres. Cette dernière permet l'obtention d'une large combinaison d'alliage à base de « Cuivre - Graphite » et de « Cuivre – Graphite – Plomb ».

La présente étude porte sur l'élaboration de ce type d'alliages et l'étude conséquente de l'évolution de leur conductivité électrique en fonction de leur densité relative (d_r %) après compression et à la fin du frittage.

La primauté est donnée à l'influence d'ajouts de graphite et/ou de plomb sur l'évolution de la densité relative après compression et à la fin du frittage.

Les diverses techniques expérimentales de caractérisation utilisées (diffraction de rayons-x, microscopie électronique, dureté HRF,...) ont permis de mettre en évidence les différents facteurs qui influent sur les propriétés des mélanges frittés (microstructure, conductivité électrique, dureté,...).

MOTS-CLES

- poudres de cuivre, de graphite et plomb
- diffractométrie à rayons-X
- microscopie électronique
- compression
- frittage
- microstructure
- conductivité électrique
- dureté HRF