

M0037/00E

République Algérienne Démocratique et Populaire  
MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE D'ALGER

DEPARTEMENT DE METALLURGIE

**Abdelaziz SEHISSEH**

*Ingénieur d'Etat*

Présente Une Thèse De Magister

INTITULEE

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات  
BIBLIOTHEQUE — المكتبة  
Ecole Nationale Polytechnique

CONTRIBUTION A L'ETUDE DU FRITTAGE D'UNE  
POUDRE D'ACIER A OUTILS RAPIDE T15 PAR LE  
PROCEDE «CAP» ET MODELISATION

Soutenue le 13 Novembre 2000 devant le jury composé de :

<b>M. Abdelmadjid KASSER</b>	Rapporteur	Chargé de Cours	ENP-Alger.
<b>M. Mabrouk BOUABDALLAH</b>	Président	Maître de Conférence	ENP-Alger
<b>M. Abderahmanène DAIMALLAH</b>	Examineur	Chargé de Cours	ENP-Alger.
<b>M. Kamel ABADLI</b>	Examineur	Chargé de Cours	ENP-Alger.
<b>M. Saïd HADJI</b>	Examineur	Chargé de Recherche	COMENA-Alger.

Juin 2000

## DEDICACES

*Je dédie ce modeste travail :*

*A*

*ma chère mère*

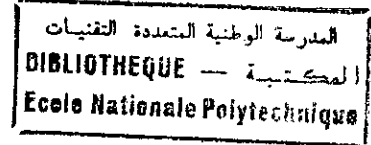
*A*

*mon cher père*

*et à*

*toute la famille.*

## REMERCIEMENTS



Je tiens à exprimer mes plus vifs et sincères remerciements à *M. A. Kasser*, professeur de l'école nationale polytechnique. Je le remercie ainsi de m'avoir encadré et d'avoir été disponible, pour m'écouter et m'orienter à plein temps et en continu, même pendant les congés et les week-ends. Qu'il trouve ici l'expression de ma reconnaissance, mon profond respect et toute mon admiration à son égard.

Je remercie *M. M. Bouabdallah* professeur de l'Ecole Nationale Polytechnique qui a accepté de présider le jury de cette soutenance et je remercie Messieurs *A. Daimallah*, *K. Abadli* professeurs de l'Ecole Nationale Polytechnique et *S. Hadji* chargé de recherche du COMENA, qui ont accepté de participer dans le jury de soutenance.

Je remercie Messieurs *K. Necib* et *A. Britah* de l'EMP. Je les remercie d'avoir bien accueilli dans leur laboratoire.

Je remercie *M. Saada* et *Mme Chabou* qui ont met à ma disposition leurs matériels d'élaboration.

Je remercie tout le personnel de la *DTC/COMENA* et en particulier *M. M. S. Aissat*, *Mme S. Ladjouzi*, *M. N. Nait Ali*, *K. Djemaa* et *M. F. Mernache*, pour leurs aides et leurs encouragements. Je tiens à leur exprimer ma profonde reconnaissance.

Je remercie *M. D. Saïdi*, *M. A. Maghnouche*, *Mme N. Boutarek* et *M. S. Moula* de leurs aides.

A la fin, et pour n'oublier personne, je tiens à remercier tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de cette thèse.

**A. SEHISSEH**

## Résumé

Comme notre objectif vise à étudier le frittage d'une poudre de forme irrégulière d'un acier rapide T15 par le procédé de Consolidation par Pression Atmosphérique CAP, nous avons présenté une étude bibliographique traitant en partie les techniques communes de mise en forme par métallurgie des poudres depuis l'élaboration des poudres jusqu'à l'opération du frittage. L'autre partie porte sur les techniques de la métallurgie des poudres, utilisées pour la fabrication des aciers rapides et en particulier la technique CAP.

Nous avons caractérisé la poudre choisie afin de déterminer les différentes propriétés telles que l'analyse chimique, la morphologie des particules, la granulométrie, la surface spécifique, les densités libre et tassée. Vu la morphologie de cette dernière, le compactage a donné des compacts assez résistants et denses (de 62% à 83%, selon la pression). Nous avons remarqué que la densité augmente avec l'augmentation de la pression de compactage, à l'opposé de la lubrification qui n'a pas vraiment un effet important. Les comprimés frittés pour des temps et des températures variables (entre 1100 et 1250°C) ont permis de révéler l'effet de chacun des paramètres: pression, température et temps de frittage sur la densité, la taille moyenne des grains. En effet nous avons obtenu des densités de l'ordre de 97% et nous avons remarqué que la densité et la taille moyenne des grains sont d'autant plus grandes que la température, le temps et pression sont élevés. Une étude descriptive portant sur l'effet de ces derniers paramètres sur la taille des pores ainsi que leurs effets sur la dissolution des carbures a été dégagée.

Afin de compléter notre étude, nous avons tracé les cartes de frittage relatives à l'acier rapide de type T15, fritté par le procédé CAP en adoptant un modèle développé pour le cas du frittage par Pression Isostatique à Chaud HIP, ce modèle nous a permis de construire deux types de cartes de frittage. Le premier permet de déterminer les domaines de prédominance des différents mécanismes de frittage, le deuxième permet de dire pour quelle température on atteint la densité maximale pour une durée de temps donnée. De même, ce dernier permet encore de prévoir la densité maximale pour une durée et une température donnée.

## ABSTRACT

As our aim is to study the sintering T15 high speed steel irregular powder by the Consolidation by Atmospheric Pressure process (CAP), we have presented a bibliographic survey treating in part the common powder metallurgy techniques. The other part concerns powder metallurgy techniques used for high speed steel manufacture and in particular CAP technique.

We have characterised selected powder in order to determine the different properties such like chemical analysis, particle morphology, granulometry, specific area, apparent and tapped densities. Because powder has irregular morphology, the compaction has given a resistant compact which is enough dense (of 62% to 83%, according to the pressure). We have noticed that the density increases with the increase of the compaction pressure, to the contrary of the lubrication that doesn't have an important effect. Sintered pellets for variable temperatures (from 1100 to 1250°C) and durations have permitted to reveal the effect of each of the following parameters: pressure, temperature and sintering duration on the density and the mean grain size. Indeed we have got densities of the order of 97% and we have noticed that the density and the mean grain size are of as much bigger than the temperature, the time and pressure are raised. A descriptive survey carrying on the effect of these last parameters on the pore size as well as their effects on the carbides dissolution has been discussed.

In order to complete this study, we have planned to design the sintering mechanism maps for T15 high speed tool steel for the case of Consolidation by Atmospheric Pressure «CAP». To do this, we have adopted a well known model which predicts the sintering history of metal powder during HIPing. Using this model, we have constructed two types of maps. The first one allows the determination of the densification mechanism which predominates for a given temperature and density. The second one allows the prediction of the required temperature to get a full density for a given time. Similarly, it is possible to find a required sintering time to get a full density for a given temperature.

لأن هدفنا هو دراسة ظاهرة التليد لمسحوق حديد الصلب المستعمل لآلات القطع نوعية T15 قمنا بتقديم دراسة نظرية حول تقنيات تليد المساحيق من جهة ثم قمنا بدراسة تقنيات تصنيع هذه النوعية من الصلب بطرق التليد المختلفة و على الخصوص الطريقة المسماة CAP قمنا بتشخيص دقيق لنوعية المسحوق المستعمل بهدف تعيين عدة خصائص، على الخصوص التكوين الكيميائي، شكل حبيبات المسحوق، حجم هذه الحبيبات، نسبة مساحة سطح حبيبات المادة إلى وزن المادة، الكثافة الظاهرية و المهترزة للمسحوق. نظرا لشكل حبيبات المادة فإن ضغط هذه الأخيرة ينتج أقراص مضغوطة متماسكة و عالية الكثافة من 62 إلى 83%. لاحظنا أن كثافة الأقراص المضغوطة تكون أكبر بالقدر الذي تكون به قوة الضغط، على عكس المادة العضوية المضافة لتسهيل الضغط Lubrifiant التي لا تعطي تأثيرا يتكرر. الأقراص المضغوطة الملبدة في درجات حرارية مختلفة من 100 إلى 1200 و لمدة زمنة متغيرة مكنت من إظهار أثر كل من الحرارة، مدة التليد و قوة الضغط على الكثافة و حجم حبيبات المادة إذ أظهرت هذه الدراسة أنه بالإمكان الحصول على أقراص عالية الكثافة حوالي و أن زيادة كل من الحرارة و المدة و قوة الضغط تزيد من قيمة الكثافة و حجم الحبيبات في آن واحد. بالإضافة إلى هذه الدراسة قمنا بتحليل وصفي لتأثير هذه العوامل الأخيرة على حجم الفراغات في المادة الملبدة و على تحلل كبريدات حديد الصلب. من أجل إستكمال دراستنا حول التليد، قمنا برسم مخططات التليد التي تظهر ميكانيزمات التليد بالنسبة للحديد المستعمل و الملبد بواسطة الطريقة CAP. قمنا بتبني نموذج نظري يمكن من التنبأ بكثافة المواد الملبدة بطريقة HIP. سمح لنا هذا النموذج بتصميم نوعين من المخططات الأولى تسمح بالتنبأ بالميكانيزم المسيطر على عملية التليد و الثاني يسمح بتعيين درجة الحرارة اللازمة من أجل الوصول إلى الكثافة المطلوبة في ظرف زمني محدد.

#### Mot clés :

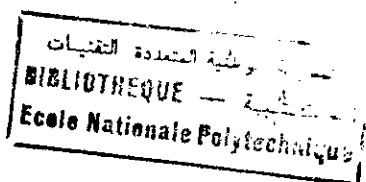
Métallurgie des poudres, Aciers à outils rapides, Procédé de consolidation par pression atmosphérique CAP, Modélisation de la densification du frittage, frittage, mécanismes de frittage.

# Table des Matières

Introduction générale.

## Chapitre I

Généralités sur la métallurgie des poudres



<b>1. PREPARATIONS ET TRAITEMENTS DES POUDRES.</b>	<b>2</b>
1.1. Procédés d'obtention des poudres	2
1.1.1. Procédés d'atomisation	3
1.1.2. Procédés électrolytiques	3
1.1.3. Procédés mécaniques	3
1.1.4. Procédés chimiques	4
1.2. Techniques de préparation des poudres	4
1.2.1. Recuit des poudres	4
1.2.2. Mélange des poudres	4
1.2.3. Lubrification des poudres	5
1.2.4. Classification et séparation des poudres	5
1.3. Caractérisations des poudres	5
1.3.1. Méthodes d'échantillonnage des poudres	5
1.3.2. Caractérisation granulométrique	5
1.3.3. Caractérisation de la coulabilité	6
1.3.4. Caractérisation de la densité libre	7
1.3.5. Caractérisation de la densité réelle	7
1.3.6. Caractérisation de la densité tassée	7
1.3.7. Caractérisation de la surface spécifique	7
1.3.8. Caractérisation de la morphologie des particules	8
1.3.9. Caractérisation chimique des poudres	8
<b>2. COMPACTAGE DES POUDRES A FROID.</b>	<b>8</b>
2.1. Les fondements théoriques du compactage	9
2.2. Les forces de cohésion inter-particules et l'état de contrainte	9
2.3. Méthodes de compactage des poudres	9
2.4. Techniques de caractérisation des pastilles vertes	10
2.4.1. Caractérisation de la densité verte	10
2.4.2. Caractérisation de la résistance à vert	11
<b>3. DENSIFICATION DES POUDRES A CHAUD.</b>	<b>12</b>
3.1. Définition	13
3.2. Les énergies et les forces motrices du frittage	13
3.2.1. L'énergie de surface	13
3.2.2. L'énergie relative à l'existence de gradients de défauts physiques	13
3.2.3. L'énergie liée à l'existence d'un gradient de contraintes	13
3.3. Les stades du frittage	13
3.4. Les mécanismes de densification et de consolidation	14
3.5. Modélisation du frittage	15
3.6. Caractérisation des produits frittés	17

## Chapitre II

La Métallurgie des Poudres des Aciers à outils Rapides.

<b>1. CLASSIFICATION ET PROPRIETES DES ACIERS A OUTILS RAPIDES.</b>	<b>19</b>
1.1. Introduction	19
1.2. Spécifications Sur Les Aciers Rapides [ASTM A600]	19
1.2.1. Spécifications Chimiques	19
1.2.2. Spécifications Mécaniques	19
1.3. Classification des aciers rapides M et T	19
1.4. Effet des éléments d'addition	20
1.5. Les propriétés des aciers rapides	21
1.5.1. Les Propriétés de Coupe	22
1.5.1.1. La Dureté à froid	22

## Table des Matières

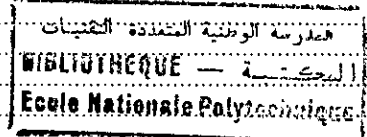
1.5.1.2. La Dureté à Chaud .....	22
1.5.1.3. La Résistance à l'Usure .....	22
1.5.1.4. La Ténacité .....	23
1.5.2. Les Propriétés d'Usinabilité et d'Affûtabilité .....	23
1.5.2.1. L'Usinabilité .....	23
1.5.2.2. L'affûtabilité .....	23
<b>2. FABRICATION DES ACIERS RAPIDES.</b> .....	<b>23</b>
2.1. Introduction .....	23
2.2. La fabrication de l'acier a outils rapide conventionnel .....	23
2.3. La fabrication des aciers a outils par métallurgie des poudres .....	24
2.3.1. La Production des Poudres d'Acier à Outils .....	25
2.3.1.1. Poudres Atomisées à Gaz .....	25
2.3.1.2. Poudre Atomisée par l'Eau .....	25
2.3.2. Les Procédés de Fabrication des Aciers à Outils Rapides .....	26
2.3.2.1. Procédé HIP .....	26
2.3.2.2. Procédé «STAMP» .....	28
2.3.2.3. Frittage sous vide des pièces mécaniques .....	28
2.3.2.4. Dépôt par pulvérisation contrôlée «CSD» .....	29
2.3.2.5. Forgeage des poudres .....	29
2.3.2.6. Procédé d'extrusion des poudres .....	29
2.3.2.7. Procédé «CAP» .....	30
<b>3. LES TRAITEMENTS THERMIQUES DES ACIERS RAPIDES.</b> .....	<b>32</b>
3.1. Préchauffage .....	32
3.2. L'austénisation .....	32
3.3. La Trempe .....	33
3.4. Le Revenu .....	33
<b>4. LES TRAITEMENTS SUPERFICIELS DES ACIERS RAPIDES.</b> .....	<b>34</b>
4.1. Les Traitements de Durcissement Superficiels .....	34
4.1.1. Procédé «Toyota Diffusion» .....	34
4.1.2. La Nitruration .....	34
4.1.2.1. Nitruration Gazeuse .....	35
4.1.2.2. Nitruration Liquide .....	35
4.1.2.3. Nitruration sous Plasma .....	35
4.1.3. La Cémentation .....	35
4.1.4. La Boruration .....	36
4.2. Les Revêtements .....	36
4.2.1. Traitements de Sulfuration .....	36
4.2.2. Revêtements par Oxyde .....	36
4.2.3. Chromage Dur .....	36
4.2.4. Nickelage (non électrolytique) .....	36
4.2.5. Dépôt Chimique de Vapeur «CVD» .....	36
4.2.6. Dépôt Physique de Vapeur «PVD» .....	36
<b>5. Applications de l'acier à outils rapide T15.</b> .....	<b>36</b>

### Chapitre III TECHNIQUES ET METHODES EXPERIMENTALES.

<b>1. INTRODUCTION.</b> .....	<b>38</b>
<b>2. Les techniques de préparation utilisées.</b> .....	<b>39</b>
2.1. Mise en forme par compactage de la poudre .....	39
2.2. La préparation des capsules .....	39
2.3. Frittage des capsules .....	40
2.4. Préparation des échantillons pour l'examen métallographique .....	40
<b>3. Techniques de caractérisation utilisées.</b> .....	<b>41</b>
3.1. Caractérisation des poudres utilisées .....	41
3.1.1. Caractérisation chimique .....	41
3.1.2. Caractérisation granulométrique .....	41
3.1.3. Caractérisation de la surface spécifique .....	41
3.1.4. Caractérisation de la densité libre .....	42
3.1.5. Caractérisation de la densité tassée .....	42
3.2. Caractérisations physiques et métallographiques des pastilles vertes et frittées .....	42
3.2.1. Estimation de la densité verte des pastilles .....	42

## Table des Matières

3.2.1.1. Méthode géométrique .....	43
3.2.1.2. Méthode d'immersion dans l'eau .....	43
3.2.2. Estimation de la densité frittée .....	44
3.2.2.1. Méthode d'immersion .....	44
3.2.3. Examen par microscopie optique et prise de photos .....	44
3.2.4. Examen par microscopie électronique à balayage .....	44
3.2.5. Estimation de la taille moyenne des grains .....	44
3.2.6. Estimation de la taille moyenne des pores .....	44



### Chapitre IV

#### RESULTATS ET DISCUSSIONS.

1. INTRODUCTION .....	46
2. CARACTERISATIONS DES POUDRES UTILISEES .....	46
2.1. Caractérisation chimique .....	46
2.2. Caractérisation morphologique des poudres utilisées .....	48
2.3. Caractérisation granulométrique .....	48
2.4. Détermination de la surface spécifique .....	48
2.5. Caractérisation de la densité libre .....	48
2.6. Caractérisation de la densité tassée .....	49
3. RESULTATS PRELIMINAIRES: FRITTAGE DE LA POUDRE IRREGULIERE A L'ETAT LIBRE .....	49
4. FRITTAGE DE LA POUDRE IRREGULIERE A L'ETAT COMPRI ME .....	52
4.1. Etude du compactage .....	52
4.1.1. Effet de la pression sur la densité verte .....	52
4.1.2. Effet de la lubrification de la matrice sur la densité .....	53
4.2. Etude du frittage par le procédé «CAP» des comprimés verts .....	53
4.2.1. Influence du temps et de la température sur la profondeur de pénétration .....	53
4.2.2. Influence des paramètres de frittage par procédé «CAP» sur la densité frittée .....	53
4.2.2.1. Influence du temps de frittage sur la densité .....	54
4.2.2.2. Influence de la température sur la densité frittée .....	55
4.2.2.3. Influence de la pression de compactage sur la densité .....	56
4.2.3. Influence des paramètres du frittage sur la taille des grains .....	56
4.2.3.1. Influence du temps de frittage sur la taille des grains .....	57
4.2.3.2. Influence de la température sur la taille moyenne des grains .....	57
4.2.3.3. Influence de la pression de compactage sur la taille moyenne des grains .....	59
4.2.4. Influence des paramètres du frittage sur la taille moyenne des pores .....	59
4.2.5. Influence des conditions du frittage dans la coalescence et la dissolution des carbures .....	62
4.3. Caractérisations métallographiques .....	63
5. CONCLUSION .....	65

### Chapitre V

#### Modélisation de la densification par le procédé CAP.

1. INTRODUCTION .....	66
2. PRESENTATION DU MODELE .....	66
2.1. Les différents stades du frittage .....	66
2.2. Les phénomènes du transport de matière .....	66
2.3. La géométrie du modèle .....	67
2.4. Les équations du modèle .....	67
2.4.1. Mécanisme de densification par déformation plastique .....	67
2.4.2. Mécanisme de densification par diffusion intergranulaire .....	68
2.4.3. Mécanisme de fluage exponentiel .....	68
2.4.4. Mécanisme de densification par fluage du type Nabarro-Herring-Coble .....	68
2.4.5. Effet d'inhibition de la densification par séparation des pores des joints de grains .....	69
3. CONSTRUCTION DES DIAGRAMMES .....	70
4. RESULTATS ET DISCUSSIONS .....	70
5. Conclusion .....	70
5. SUGGESTIONS POUR TRAVAUX ULTERIEURS .....	74
Bibliographie .....	!
Annexes .....	!



## Introduction générale.

Depuis près d'un siècle, les aciers à outils rapides observent sans cesse d'importants développements dans leurs qualités, cela est dû à la demande croissante sur les propriétés des matériaux de coupe et aux progrès dans le domaine de la métallurgie et en particulier grâce à l'introduction des techniques de la métallurgie des poudres (MDP) dans l'élaboration de ces derniers. La MDP a permis l'amélioration des propriétés en palliant les problèmes de ségrégation, d'hétérogénéité de la microstructure et du grossissement des grains ainsi qu'aux problèmes liés au contrôle géométrique et par conséquent, l'amélioration des performances de coupe et la flexibilité du procédé qui a permis l'élaboration de nouvelles nuances.

L'utilisation de la technique de consolidation sous pression atmosphérique (CAP), brevetée en 1980 par *Black et al.* [67] en Allemagne, présente un intérêt pratique et économique particulier. En effet, cette technique permet la production de l'acier de hautes performances avec un prix de revient faible vu le coût bas des équipements utilisés et le nombre réduit des étapes de fabrication. Elle utilise des poudres préparées par atomisation à gaz.

Dans cet ordre d'idées, notre étude vise à étudier le frittage d'une poudre d'acier rapide T15 par cette technique. Cette poudre est élaborée par atomisation à l'eau qu'est normalement destinée pour les procédés «Powdrex» ou «Fulldens» qui utilisent un compactage préalable de la poudre avant frittage.

Dans certains cas, la modélisation constitue un outil efficace dans l'optimisation de la qualité, la mise en œuvre rapide des procédés et même dans l'amélioration de la productivité. Pour cela, nous avons adopté un modèle très réussi dans la prédiction de la densification par la technique de frittage sous pression isostatique à chaud.

Le manuscrit de thèse est structuré en deux grandes parties qui sont à leurs tours structurées en différents chapitres.

- La première partie traite de l'analyse bibliographique et est composée de deux chapitres :
  - *Chapitre I: Généralités sur la métallurgie des poudres.*
  - *Chapitre II: La métallurgie des poudres des aciers à outils rapides.*
- La deuxième partie traite des travaux réalisés et est composée de trois chapitres :
  - *Chapitre III: Techniques et méthodes expérimentales.*
  - *Chapitre IV: Résultats et discussions.*
  - *Chapitre V: Modélisation de la densification au cours de la densification par le procédé (CAP).*

La thèse se termine par une conclusion suivie par la liste bibliographique utilisée; regroupant la liste des références utilisées ainsi que des annexes comportant des démonstrations et des données utiles.

# Chapitre I

## Généralités sur la métallurgie des poudres

### INTRODUCTION

La métallurgie des poudres (MDP) présente une branche de fabrication de matériaux la plus importante et le plus diversifiée. Parmi les points les plus attractifs de cette branche on trouve la possibilité de fabriquer des produits finis de formes complexes, de qualité meilleure et avec des tolérances dimensionnelles faibles avec un coût réduit à cause du nombre réduit des étapes du procédé de fabrication et de prix raisonnable du coût de l'investissement.

En général, un cycle d'élaboration par MDP comporte deux principales étapes : la mise en forme et le traitement du frittage qui peuvent être séparées ou simultanées. Les procédés de compactage – frittage, où on procède au frittage des comprimés verts mise en forme par compactage, sont les plus classiques. Toutefois, certains procédés de MDP exécutent les opérations de mise en forme et de frittage simultanément, tel est le cas du frittage sous charge.

Dans les procédés de MDP, la mise en forme peut être assurée par compactage dans des presses mécaniques ou hydrauliques à simple ou double actions ou même à matrice flottante. Ces presses peuvent se classer selon l'axe d'application de la contrainte en presse de compactage axial, tri-axial et isostatique. Cependant des procédés de mise en forme spéciales ont été développés dans le but d'obtenir une haute densité verte. Par ailleurs, la mise en forme peut être effectuée par des procédés qui ne nécessitent pas un compactage tels que les procédés de moulage par injection, les procédés de laminage et d'extrusion des poudres (où on utilise des ajouts organiques qui attribuent un caractère plastique à la poudre).

Nous présenterons dans ce chapitre un aperçu rapide sur les différentes méthodes de préparation des poudres, leurs méthodes de caractérisation, la théorie du compactage, les méthodes de caractérisation des comprimés verts, la théorie du frittage, les approches d'étude de la modélisation du frittage et enfin les techniques de caractérisation des produits frittés.

### 1. PREPARATIONS ET TRAITEMENTS DES POUDRES.

La production des poudres constitue le premier stade de la MDP. Elle est d'une grande importance car les propriétés des produits frittés dépendent des caractéristiques des poudres utilisées. De plus, le choix du procédé avec lequel on accomplit la mise en forme dépend également de ces caractéristiques.

Les caractéristiques de la poudre telles que la morphologie, la taille moyenne et la distribution en tailles...etc., dépendent pour la plupart des cas de son procédé d'élaboration. Il existe un nombre élevé de procédés d'élaboration des poudres dont voici les principaux.

#### 1.1. Procédés d'obtention des poudres

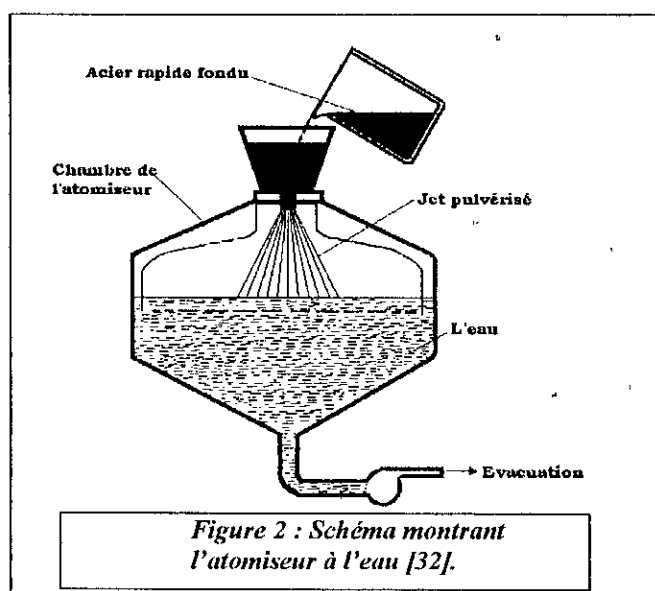
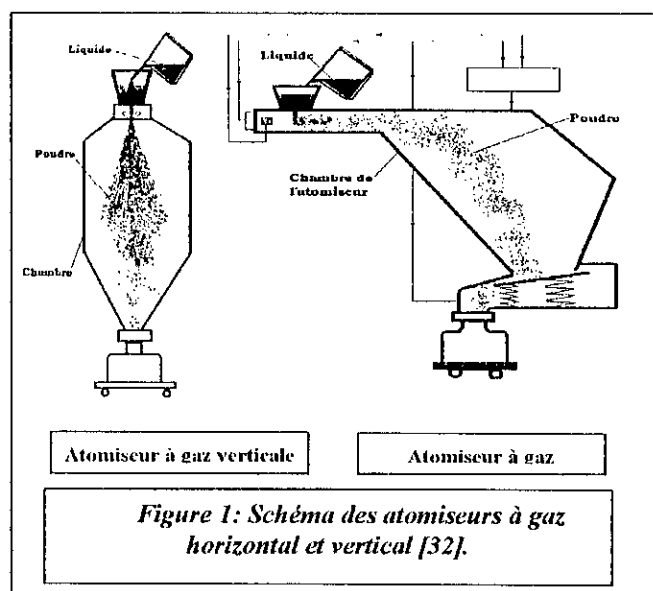
Les techniques d'obtention des poudres peuvent être classées en quatre grandes familles: les procédés d'atomisation, les procédés mécaniques, les procédés électrolytiques et les procédés chimiques. Les procédés d'atomisation constituent le moyen le plus standard pour l'élaboration de la poudre des aciers à outils rapides.

##### 1.1.1. Procédés d'atomisation.

L'atomisation est une technique de production des poudres métalliques utilisée à grande échelle. Elle consiste à pulvériser un métal liquide en de fines gouttelettes qui se solidifient en donnant la poudre voulue. Il existe quatre techniques d'atomisation: l'atomisation à gaz (Figure 1), l'atomisation à l'eau (Figure 2), l'atomisation centrifuge et l'atomisation sous vide. Chaque technique se distingue par la manière avec laquelle on produit la pulvérisation du flux métallique liquide. En effet, l'atomisation à gaz et l'atomisation à l'eau utilisent respectivement un gaz neutre ( $N_2$  ou Ar) et l'eau injectés sous pressions très élevées. L'atomisation centrifuge est une technique qui utilise la force

centrifuge pour désintégrer le métal liquide. L'atomisation sous vide à son tour est basée sur l'atomisation du flux liquide grâce à la dilatation brusque de l'Hydrogène (dissous dans le métal liquide) dans la chambre de l'atomiseur.

L'action sur les paramètres technologiques du procédé permet de contrôler les propriétés fondamentales de la poudre à obtenir telles que la taille moyenne des particules, la composition chimique, la microstructure ...etc. Rappelons que ces propriétés fondamentales contrôlent directement les propriétés volumiques de la poudre telles que la densité libre, la coulabilité, ...etc. Les paramètres technologiques peuvent être résumés comme suit: l'atmosphère dans la chambre et dans le bain fondu, les propriétés du métal liquide (surchauffe, viscosité, ...etc.), le fluide atomiseur (nature, pression, vitesse, ...etc.), la géométrie du jet de métal (l'angle du jet, ...etc.) et la géométrie de la chambre de l'atomiseur, ...etc. [1].



### 1.1.2. Procédés électrolytiques.

L'électrodéposition des métaux purs à partir de solutions aqueuses permet la production de plusieurs poudres métalliques. Il existe deux méthodes pour l'électrodéposition :

- Déposition directe d'une poudre de faible adhérence donnant un dépôt spongieux facile à réduire en poudres fines par broyage.
- Déposition d'un amas dense en couches fragiles de métal qui peut être réduit en poudre par broyage.

Le choix du procédé est dicté par l'aptitude du dépôt au broyage. Par exemple le cuivre et l'argent sont produits par déposition cathodique donnant un produit spongieux. Par contre, le fer et le manganèse sont obtenus sous forme de dépôts cathodiques denses.

Malgré la haute pureté des poudres obtenues par ces procédés, le coût des procédés électrolytiques est relativement élevé ce qui limite leurs applications à quelques cas de matériaux telles que le fer, le cuivre et l'argent.

### 1.1.3. Procédés mécaniques.

Les procédés mécaniques regroupent les techniques basées sur le broyage de poudres des matériaux fragiles tels que le Mn et le Cr. Le broyage des métaux ductiles est difficile à cause de l'agglutination [2].

Il existe différents types de broyeurs tels que les broyeurs à boulets et les broyeurs à marteaux. Les procédés de broyage sont caractérisés par un rendement faible. Ces techniques sont utilisées comme un moyen complémentaire. Par exemple on les utilise pour la pulvérisation des dépôts électrolytiques, le

broyage de certains composés durs tels que les hydrures de Zr ou de Ti, la désagglomération des poudres obtenues par réduction d'oxydes, le broyage des copeaux d'usinage, ... etc. [2].

Parmi les techniques de broyage les plus intéressantes, on peut citer le procédé (Macro-Mesh), (Nitrofine-Grinding) et le procédé (Cold-Stream). Le procédé (Macro-Mesh) est destiné au broyage des copeaux d'usinage d'aciers ou de fontes malléables dans des broyeurs à marteaux. Le procédé (Nitrofine-Grinding) est destiné au broyage des copeaux d'aciers doux en utilisant des broyeurs refroidis à l'azote liquide. Le procédé (Cold-Stream) est basé sur la projection d'un flux de particules à la vitesse du son sur une cible fixe provoquant une désintégration en de plus fines particules. Ce dernier procédé est utilisé pour l'affinement de la taille des particules jusqu'aux environs de 2 à 10 $\mu$ m [2,3].

#### 1.1.4. Procédés chimiques.

Les procédés chimiques regroupent les techniques d'obtention des poudres par réaction chimique, par précipitation et par décomposition des carbonyles. Pratiquement, on peut obtenir presque tous les métaux par un procédé chimique.

Dans les procédés basés sur la réaction chimique on procède à la réduction d'une poudre de l'oxyde préalablement broyé à une température inférieure à la température de fusion. On peut utiliser comme agent réducteur soit le coke sous forme de poudre soit un gaz réducteur tels que le H<sub>2</sub>, le CO, ... etc. La taille des particules dépend en grande partie de la température de traitement de réduction et de la finesse des particules d'oxyde traitées.

Dans les procédés basés sur la précipitation, on procède à la réduction des ions du métal pur par H<sub>2</sub> ou par NH<sub>3</sub> dans les carbonates ou les sulfates obtenus par hydrométallurgie. Par contre, dans les procédés basés sur la décomposition des carbonyles, on procède à la décomposition thermique des composés intermédiaires (les carbonyles) à des températures comprises entre 200 et 300°C ce qui permet d'obtenir une poudre extrêmement pure. Les carbonyles (M(CO)<sub>x</sub> avec M= Fe, Ni, Co, W, Mo, ... etc.) peuvent être obtenus en faisant passer le CO sous une pression de 200 bars entre 150 et 250°C [3].

### 1.2. Techniques de préparation des poudres.

Parfois, il est nécessaire de donner à la poudre des propriétés spécifiques afin de contrôler les propriétés du produit final. On doit donc procéder à des opérations telles que la classification, le recuit, le mélange, la lubrification, ... etc.

#### 1.2.1. Recuit des poudres.

Le recuit des poudres est un traitement qui vise à éliminer l'écrouissage, la réduction des couches d'oxydes sur les particules, la décarburation, la dénitruration, ... etc. Ce traitement est très répandu. Dans le cas des poudres d'aciers rapides issues de l'atomisation à l'eau, on procède à un traitement de recuit sous vide ou sous balayage d'hydrogène. Ce type de traitement permet de réduire la dureté de 65 à 25 HRC et de réduire la contamination en oxygène de 2000-4000 ppm jusqu'à 800-1000 ppm [1].

#### 1.2.2. Mélange des poudres.

L'opération de mélange est un traitement qui vise à homogénéiser les différentes fractions de la poudre, dans le but d'obtenir la poudre la plus uniforme possible. Cette opération est utilisée pour l'introduction des ajouts tels que les lubrifiants, les agents porogènes et les liants temporaires, ou pour pallier les problèmes de ségrégation des particules [4].

La plupart des opérations de mélange s'effectuent dans des mélangeurs rotatifs [2], tels que les mélangeurs cylindriques, les mélangeurs à doubles cônes, les mélangeurs cubiques, ... etc. Le contrôle de l'opération de mélange peut être effectué par un certain nombre de paramètres tels que la forme du mélangeur, la vitesse de rotation, le volume relatif de la poudre dans le mélangeur, le temps de mélange, ... etc. L'opération de mélange peut présenter des inconvénients tels que la contamination et l'écrouissage qui détruit la compressibilité [4].

### 1.2.3. *Lubrification des poudres.*

Lors de la mise en forme par compactage, la friction entre la poudre et les parois de la matrice d'une part et entre les particules de la même poudre, d'autre part empêche la consolidation et rend difficile l'éjection. Cette difficulté d'éjection est de plus en plus grandissante avec la pression de mise en forme. L'introduction des ajouts organiques (lubrifiants) en de faibles quantités faciles à éliminer par un palier de pré-frittage permet d'augmenter la densification, de minimiser l'usure de la matrice et de faciliter l'éjection. La lubrification peut être effectuée de deux manières: la lubrification de la matrice seule et la lubrification de la surface des particules de poudre. L'action de lubrification se résume dans le fait que la déformation lors de la mise en forme provoque l'enrobage des particules de la poudre par un film organique très visqueux, ce qui minimise la friction. Plusieurs types de lubrifiants sont utilisés tels que les stéarates de zinc, les stéarates de lithium, les stéarates de calcium, ...etc. [1,4].

### 1.2.4. *Classification et séparation des poudres.*

La plupart des poudres métalliques produites par les différents procédés sont caractérisées par une distribution de tailles plus ou moins large. La majorité des applications en métallurgie des poudres possèdent des spécifications plus ou moins sévères, puisque beaucoup de propriétés sont contrôlées par ces dernières telles que la densité libre, l'écoulement, la résistance à vert, ...etc.

Le but de la classification est d'isoler une fraction granulométrique spécifique de la poudre utilisée. Pour cela, on utilise souvent la technique de tamisage. Le tamisage consiste à faire passer un flux de particules de la poudre à travers un tamis de tailles d'ouvertures bien définies. Les particules inférieures à cette taille passent tandis que les plus grosses se trouvent retenues [5].

## 1.3. *Caractérisations des poudres.*

### 1.3.1. *Méthodes d'échantillonnage des poudres.*

Avant de procéder à n'importe quelle caractérisation, il faut que l'échantillon de poudre soit représentatif de tout le volume, ce qui nous ramène à définir une méthode d'échantillonnage qui tient compte du phénomène de ségrégation et d'hétérogénéité. Dans le cas des poudres déjà stockées dans des fûts, la norme ASTM B215 [6], recommande l'utilisation d'un échantillonneur standard appelé «keystone sampler» qui doit être inséré, un nombre de fois, dans le fût contenant la poudre à 70% sur le rayon entre le centre et la périphérie. En agissant sur le poignet, les trous de l'échantillonneur s'ouvrent et la poudre coule à travers. Les échantillons prélevés doivent être d'abord mélangés dans un mélangeur ensuite partagés grâce à un répartiteur d'échantillons standard en un nombre de petits échantillons uniformes. Le nombre de fûts échantillonnés dans un lot de poudre dépend du nombre total de fûts.

### 1.3.2. *Caractérisation granulométrique.*

La distribution granulométrique d'une poudre est d'une grande importance puisque l'essentiel des propriétés finales du produit fritté sont fonction de cette dernière. L'analyse granulométrique consiste en la détermination de la distribution en tailles et l'estimation de la taille moyenne des particules de la poudre.

Il existe une multitude de techniques permettant cette mesure où chacune se distingue par le principe et le paramètre de mesure. Le paramètre de mesure peut être par exemple: la surface projetée, le diamètre moyen, le volume, la longueur maximale, ...etc.

Parmi les techniques les plus utilisées on peut citer [4]:

- **La technique par microscopie:** l'utilisation des microscopes optique et électronique à balayage couplés à l'analyse d'images permet de déterminer la distribution en tailles sur un échantillon représentatif. Cette technique peut être gênée par deux phénomènes: le phénomène de coïncidences et le phénomène d'agglomération. Le paramètre de mesure peut être: la surface projetée, le diamètre équivalent, la longueur maximale, ...etc.

- **La technique de tamisage:** la technique de classification par tamisage peut servir pour la séparation des différentes fractions granulométriques de la poudre qui peuvent être pesées séparément. Les tamis standards sont placés par ordre décroissant dont les tailles respectives peuvent être: 180, 150, 106, 75 et 45  $\mu\text{m}$  [7]. Les tamis sont posés sur un générateur de vibrations (140 coups/mn) et de rotation (160 tours/mn). Le paramètre de mesure est la surface projetée.
- **La diffraction de la lumière laser:** les particules circulant dans un fluide dispersant diffractent une lumière émanant d'un faisceau laser. L'intensité du signal diffracté est proportionnelle au diamètre de la particule. Par contre l'angle de diffraction est inversement proportionnelle au diamètre. Le traitement du signal de diffraction par un ordinateur permet de remonter à la distribution granulométrique. Le paramètre de mesure est le volume.
- **La technique de sédimentation:** cette technique est basée sur l'enregistrement de la distribution des vitesses de chute des particules d'une poudre à travers une colonne maintenue verticale. Selon la loi de Stokes [7], la vitesse est proportionnelle au carré du diamètre de la particule. La détermination de la distribution des vitesses peut être effectuée par l'enregistrement du poids ou du volume cumulé de la poudre à la sortie de la colonne. Le paramètre de mesure est le volume.
- **L'élutriation:** cette technique est une variante de la technique de sédimentation, où le fluide coule de bas vers le haut. Plus la vitesse du fluide augmente, plus la taille des particules entraînées est grande. Le paramètre de mesure est le volume.
- **La technique dite «Air Classification»:** sous l'effet d'un jet d'air, la poudre heurte un disque tournant (12 trs/mn) ce qui permet la dispersion des particules de la poudre à des portées qui dépendent de leurs tailles. Les fractions de la poudre les plus fines sont récupérées près du disque, alors que les plus grosses sont récupérées plus loin. Le paramètre de mesure est le volume.
- **La technique de mesure par compteur Coulter:** l'enregistrement de la variation de la conductivité électrique d'un électrolyte (eau salée à 1%) en circulation et contenant la poudre à analyser, permet de déterminer la distribution granulométrique. Les variations du courant enregistré, traduisent la baisse de la conductivité électrique due à la présence des particules; cette baisse est proportionnelle au diamètre de la particule. Le paramètre de mesure est le volume.
- **La technique d'atténuation optique:** elle est basée sur l'enregistrement de l'atténuation optique due au passage d'un flux de particules dispersées dans un fluide qui intercepte le chemin de la lumière. La quantité de lumière atténuée est proportionnelle à la surface projetée des particules de la poudre. Le paramètre de mesure est la surface projetée.
- **La technique de diffraction des rayons-X:** cette technique est basée sur la mesure de la largeur du pic de diffraction à la mi-hauteur. Plus la taille des particules est grande plus la largeur du pic est grande. Le paramètre de mesure est le volume.

Il est important de noter que la comparaison entre les différentes distributions obtenues par ces différentes techniques n'est valable que lorsque le paramètre de mesure est le même.

Parfois, l'étendue de la mesure de ces techniques ne permet pas de couvrir toute l'étendue des tailles des particules de la poudre, ce qui nous ramène à l'utilisation de plusieurs techniques à la fois.

### 1.3.3. Caractérisation de la coulabilité.

L'écoulement est l'une des propriétés les plus importantes caractérisant la poudre. Elle permet de caractériser la quantité de friction dans la poudre. La friction dans une poudre est fonction de la taille des particules, de la rugosité de la surface, du coefficient de frottement, du poids de cette poudre, de la morphologie des particules, ...etc.

L'écoulement peut être défini par le temps que met une masse de poudre pour passer à travers un entonnoir de section normalisée. On utilise l'appareil de Hall qui est recommandé par la norme ASTM B213 pour le cas des poudres métalliques coulables avec une masse de 50g. La poudre est préalablement étuvée entre 102° et 107°C, pendant une heure [8].

**1.3.4. Caractérisation de la densité libre.**

Selon la norme ASTM B212 [9], la densité libre peut être déterminée par l'utilisation de l'appareil de Hall. Cette technique repose sur la détermination du poids d'une poudre qui remplit un récipient de volume calibré (25±0.05 cm<sup>3</sup>). Le récipient est rempli par la poudre qui passe par l'orifice de l'entonnoir de Hall. L'utilisation de cet entonnoir standard assure la reproductibilité de cette caractérisation.

**1.3.5. Caractérisation de la densité réelle.**

La caractérisation de la densité réelle des poudres peut être déterminée par la technique pycnométrique dont le principe se résume en la détermination du volume de la poudre par comparaison entre deux états d'équilibre hydrostatiques. Le premier état correspond à la lecture de la pression (P<sub>1</sub>) d'hélium introduit dans une chambre de volume connu (V<sub>s</sub>). Le deuxième état correspond à la connexion vers une deuxième chambre de volume (V<sub>c</sub>) à l'aide d'une valve. Après connexion, une nouvelle pression d'équilibre (P<sub>2</sub>) s'établit. En utilisant l'équation des gaz parfaits, on obtient le volume réel de la poudre (V<sub>p</sub>) [4].

$$V_p = V_s + \frac{P_2}{P_2 - P_1} V_c \dots\dots\dots (1).$$

**1.3.6. Caractérisation de la densité tassée.**

La densité tassée est une grandeur qui caractérise la friction de la poudre. La technique utilisée pour sa détermination consiste à produire des vibrations (284 cycles/mn), dans un cylindre de 25 ml qui contient la poudre, pendant 1000 à 3000 cycles. En général, le volume de la poudre décroît rapidement au cours des premiers cycles, ensuite il atteint son minimum asymptotiquement en conduisant à la densité tassée [4].

**1.3.7. Caractérisation de la surface spécifique.**

La surface spécifique constitue une propriété importante pour l'étude des phénomènes du frittage. Il existe plusieurs techniques qui permettent sa détermination, telles que celle basée sur l'adsorption des gaz (B.E.T), la calorimétrie, la perméamétrie...etc.

- **L'adsorption des gaz «B.E.T»:** Cette technique est basée sur l'enregistrement de la quantité d'azote adsorbée (Q<sub>ads</sub>) en fonction de la pression imposée (P). La surface totale (S) est déterminée, en utilisant la loi de BET (relation 2) et en déterminant la pente (A) et l'intercepte (B) par la méthode de la régression linéaire à partir des résultats (Q<sub>ads</sub>) et (P) [4,10].

$$\frac{P/P_0}{1 - P/P_0} \frac{1}{Q_{ads}} = A \left[ \frac{P}{P_0} \right] + B \dots\dots\dots (2).$$

avec P<sub>0</sub>: pression de saturation de vapeur de l'adsorbât.

La surface totale est donc exprimée en fonction de A et de B selon:

$$S = \frac{1}{(A + B)} \dots\dots\dots (3).$$

cette loi n'est valable que pour des pressions telles que: 0.005 ≤ P/P<sub>0</sub> ≤ 0.3.

- **La calorimétrie:** Cette technique est basée sur la mesure de la quantité d'énergie libérée au cours de l'adsorption sur un échantillon de poudre. *Rouquerol* a pu déterminer la surface

spécifique d'un adsorbât en mesurant par adsorption continue la chaleur différentielle à la fin de la formation de la première couche moléculaire [11].

- **La perméamétrie:** Grâce à la loi de *Kozeny* et *Carman*, la surface spécifique peut être déterminée en fonction du taux de porosité et du coefficient de perméabilité déterminé par mesure de la vitesse d'écoulement d'un gaz à travers l'amas de poudre en fonction de la dépression [4,12].

### 1.3.8. Caractérisation de la morphologie des particules.

La caractérisation morphologique de la poudre permet de révéler la forme de ses particules. Cette propriété est d'une grande importance surtout lors de la mise en forme par compactage et par frittage. En effet, les particules de forme irrégulière permettent une très bonne compressibilité. Cependant, la coulabilité et la densité libre sont réduites. A l'opposé, les particules de forme sphérique donnent une très faible compressibilité. L'identification de la forme peut être effectuée par examen microscopique ou électronique à balayage, qui possède une grande profondeur de champ, permettant ainsi de révéler les particules de faibles tailles.

### 1.3.9. Caractérisation chimique des poudres.

Il existe plusieurs procédures d'analyse chimique pour la détermination des différents éléments d'alliage que renferment les aciers à outils rapides. La caractérisation peut être effectuée selon la norme ASTM E352 qui spécifie pour chaque élément d'alliage une ou plusieurs méthodes d'analyse. La norme ASTM E352 est destinée pour la caractérisation des aciers à outil et les aciers fortement alliés [13]. Par exemple, on recommande les méthodes suivantes:

- **Le Carbone:** par la méthode de combustion couplée à la conductométrie thermique ou par combustion et gravimétrie.
- **Le Chrome:** par absorption atomique ou par la méthode d'oxydation par (peroxydisulfate) et titrage.
- **Le Cobalt:** par titrage potentiométrique et échange d'ions ou par la méthode potentiométrique du sel (Nitroso-R).
- **Le Cuivre:** par la méthode photométrique de (Neocuproïne) ou par la méthode gravimétrique par électrodéposition des précipités de sulfures.
- **Le Plomb:** par la méthode d'absorption atomique et d'échange d'ions.
- **Le Nickel:** par la méthode gravimétrique de (Diméthylglyoxime).
- **Le Manganèse:** par la méthode photométrique de (periodate).
- **Le Molybdène:** par la méthode photométrique.
- **Le Phosphore:** par la méthode alcalimétrique ou par la méthode photométrique de bleu de molybdène.
- **Le Silicium:** par la méthode gravimétrique.
- **Le soufre:** par la méthode gravimétrique ou par la méthode de combustion et titrage d'iodates ou encore par chromatographie et gravimétrie.
- **L'Etain:** par la méthode d'extraction de solvant et absorption atomique.
- **Le Vanadium:** par la méthode d'absorption atomique.

## 2. COMPACTAGE DES POUDRES A FROID.

L'opération de mise en forme de la poudre est nécessaire puisque dans la MDP les produits sont soit finis soit semi-finis. De plus cette opération vise l'obtention d'un comprimé avec des propriétés les plus homogènes possibles afin d'avoir un produit fritté avec les propriétés mécaniques, métallurgiques et dimensionnelles requises.

Le compactage constitue l'un des procédés de mise en forme des poudres les plus classiques. Il peut être réalisé dans des presses axiales à simple ou double actions ou même dans des presses à matrices flottantes (pour faciliter l'éjection). Cependant il existe des méthodes spéciales d'obtention



des comprimés de hautes densités vertes tels que le compactage tri-axial à froid, le compactage par explosion et le compactage dans des matrices rotatives.

Dans ce qui suit, nous intéresserons au cas de compactage axial simple action dans des matrices rigides et nous présenterons donc les fondements théoriques et les techniques d'obtention des hautes densités ainsi que les techniques de caractérisation des comprimés verts.

### 2.1. Les fondements théoriques du compactage.

Au début de l'opération du compactage, la poudre libre démarre avec une densité comprise entre la densité libre et la densité tassée. Une fois la pression est appliquée, les particules de la poudre se réarrangent, conduisant à un nombre de contacts, une surface de contact, et une densité plus grands. En augmentant la pression, la densité augmente par déformation plastique. La déformation plastique localisée au niveau des contacts inter-particules augmente avec la pression jusqu'à envahir tout le volume de la poudre. Cette déformation responsable de l'augmentation du nombre de contacts et de la surface de contact par particule, commence à diminuer avec l'augmentation du taux d'écroutissage jusqu'au stade de la fragmentation qui se déclenche dans le volume des particules. En résumé, un cycle de compactage peut comprendre trois stades: le stade de réarrangement, le stade de la déformation plastique accompagné de l'augmentation de la surface et du nombre de contacts et le stade de fragmentation.

Lors du compactage d'une colonne de poudre (d'une hauteur (**H**) et d'un diamètre (**D**)) dans une matrice rigide par compression uni-axiale à simple action, la friction gêne la transmission de la pression au volume de la poudre. Ceci produit une distribution hétérogène de la pression lors du compactage, provoquant un gradient de densité dans le comprimé vert. En écrivant l'équation d'équilibre entre la pression appliquée et les forces de frottement sur une tranche transversale de la colonne on remonte à l'équation suivante:

$$P(x) = P \exp\left(-\frac{4\mu Z}{D} x\right) \dots \dots \dots (4).$$

Où  $\mu$  est le coefficient de friction et **Z** le rapport de la contrainte radiale sur la contrainte axiale.

La relation (4) montre que pour une tranche se trouvant à une hauteur (**x**), la pression est transmise lorsque la quantité  $(\mu Z x/D)$  tend vers zéro. C'est à dire un coefficient de friction ( $\mu$ ) très faible, ou une hauteur de la colonne faible. En pratique, le coefficient ( $\mu$ ) peut être diminué d'une façon sensible par la lubrification qui permet sur un autre plan de réduire le rapport (**Z**).

### 2.2. Les forces de cohésion inter-particules et l'état de contrainte.

Le phénomène de consolidation par compactage à froid peut être interprété par l'intervention d'un certain nombre de forces aux niveaux des contacts inter-particules. Ces forces peuvent être de différentes origines telles que: les forces faibles responsables du soudage à froid, les forces dérivant de l'énergie de surface d'un liquide mouillant, les forces dues à l'accrochage mécanique des particules par déformation plastique, ...etc. Par conséquent, la force de cohésion inter-particules est d'autant plus grande avec un empilement dense et des particules plus fines, de forme irrégulière et possédant une surface propre et rugueuse.

La résistance du comprimé à vert permet de caractériser la force de cohésion inter-particules. Elle croît avec la pression de compactage, l'augmentation de la ductilité du matériau de la poudre, la lubrification, l'amélioration de la coulabilité, la finesse et l'irrégularité de la forme des particules, ...etc.

### 2.3. Méthodes de compactage des poudres.

La mise en forme à froid, peut avoir lieu par une multitude de techniques allant de la technique de compactage classique dans une matrice rigide avec simple ou double action et la technique d'extrusion des poudres, jusqu'aux techniques spéciales développées pour l'obtention des densités vertes élevées

telles que: le compactage tri-axial, le compactage énergétique, le compactage dans des matrices rotatives, le compactage avec vibration des poudres, ... etc.

- **Moulage par injection:** Cette technique consiste à injecter dans des moules à une température de 135 à 205°C, sous une pression de 140 MPa, une poudre fine mélangée avec un liant organique. Elle permet la production de pièces de formes très complexes et même des pièces à parois très minces. Après démoulage, le liant est éliminé dans un palier de pré-frittage [14].
- **Compactage tri-axial :** Cette technique consiste à appliquer, en plus de la pression axiale double action, une pression hydrostatique sur la surface latérale d'une canette contenant la poudre. Ceci permet l'obtention de densités élevées et homogènes avec un faible gradient [1].
- **Compactage énergétique:** l'application de la pression à grande vitesse (200-350 m/s) permet l'obtention des pièces de hautes densités (parfois ~98%). Ce compactage est possible en utilisant l'énergie de propulsion d'une charge explosive qui entoure une canette contenant la poudre [14].
- **Compactage dans des matrices rotatives:** Cette technique de compactage utilise des matrices animées par un mouvement de rotation, afin de réduire le frottement entre la poudre et la matrice et minimiser la force d'éjection [1].
- **Compactage avec vibration des poudres:** Cette technique est une variante du compactage axial dans des matrices rigides, qui se distingue par l'application des vibrations pendant le remplissage de l'empreinte de la matrice. Elle est utilisée dans le cas des poudres dures et permet l'obtention de pièces denses et homogènes [1].

2.4. Techniques de caractérisation des pastilles vertes.

En général, lors du contrôle de qualité ou du procédé d'élaboration par métallurgie des poudres on ne s'intéresse qu'à quelques propriétés telles que la densité verte et la résistance à vert.

2.4.1. Caractérisation de la densité verte.

Il existe plusieurs techniques de caractérisation de la densité verte. Parmi les plus utilisées on peut citer: la technique géométrique, la technique d'immersion dans l'eau, la technique de comptage de points, la technique de porosimétrie à mercure et la technique thermoporométrie.

- **La technique géométrique:** Elle repose sur la détermination de la masse et du volume du comprimé calculé sur la base de ses dimensions. Elle ne peut être utilisée que dans le cas des géométries simples [4].
- **La technique d'immersion dans l'eau:** La densité est déterminée en fonction de trois pesées mesurées en trois étapes (ASTM-E112 [4,15]): une pesée dans l'air juste après étuvage (A), une pesée dans l'air juste après imprégnation (B) à l'aide d'un scellant tel que le xylène ou le toluène et enfin une pesée dans l'eau (C) (voir Figure 3). L'imprégnation permet d'empêcher la pénétration de l'eau dans la pastille à travers la porosité, pendant la pesée dans l'eau. La densité est donnée par la formule suivante (voir la démonstration dans *annexe A*) :

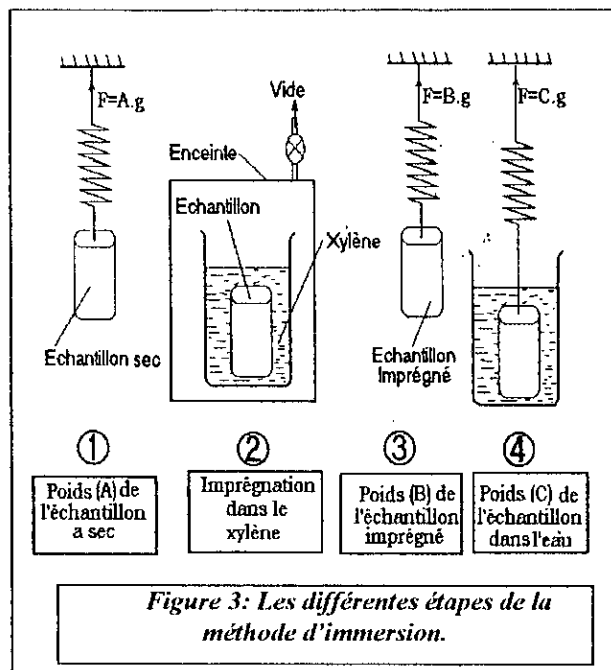


Figure 3: Les différentes étapes de la méthode d'immersion.

$$D = \frac{A}{B - C} \frac{\rho_e}{D_{th}} \dots\dots\dots (5).$$

où  $\rho_e$  : est la densité de l'eau qui est sensible aux variations de la température.

$D_{th}$ : densité théorique du matériau de la pastille.

- **La technique de comptage de points:** Cette technique est basée sur des concepts de la probabilité géométrique. Elle consiste à superposer une grille d'une taille donnée ( $N_T$ ) sur une section métallographique et à compter le nombre de nœuds qui coïncident avec les pores de la microstructure ( $N_{Pi}$ ) sur un nombre de plages donné ( $n$ ). La fraction volumique est égale à la moyenne des rapports des points qui coïncident sur chaque plage au nombre total des nœuds de la grille. D'où la fraction volumique est donnée par :

$$V_v = N_p = \frac{1}{N_T} \sum_i^n N_{Pi} \dots\dots\dots (6).$$

Selon la norme ASTM E562, le nombre total des nœuds ( $N_T$ ) par grille est sélectionné en fonction de la fraction d'aire des pores estimée visuellement. Le grossissement utilisé est choisi de façon à avoir l'espacement entre les nœuds de la grille égal au double de la taille moyenne des pores. Le nombre de plages échantillonnées est déterminé en fonction de la précision requise. Généralement 30 plages sont suffisantes pour tomber dans les 95% d'intervalle de confiance [16].

- **La technique de porosimétrie à mercure:** La porosimétrie à mercure est basée sur le fait que sous l'effet d'une pression ( $P$ ), un liquide non-mouillant ne peut pénétrer que les pores supérieurs à une certaine valeur critique ( $d_c$ ) d'un matériau poreux, selon la loi:

$$d_c = -\frac{\gamma}{P} \cos(\theta) \dots\dots\dots (7).$$

avec  $\gamma$ : tension superficielle et  $\theta$ : angle de mouillage.

L'analyse de la courbe d'extrusion (ou d'intrusion) permet de remonter à la courbe de distribution en tailles des pores et de la densité de l'échantillon. Cette technique est rapide et bien approuvée [4,17].

- **La technique thermoporométrie:** Elle repose sur l'analyse calorimétrique de la solidification et de la liquéfaction d'un corps retenu au sein du matériau poreux. En effet, si l'on refroidit un corps poreux rempli d'un liquide, un retard de congélation du liquide est observé de l'ordre de ( $\Delta T_c$ ) qui dépend de la valeur du rayon de pore ( $r$ ), de la tension superficielle, de l'enthalpie molaire de fusion et du volume molaire. Par exemple, dans le cas de l'eau on a:

$$r = -\frac{64.67}{\Delta T_c} + 0.57 \dots\dots\dots (8).$$

Généralement, cette technique permet la détermination de la distribution en tailles des pores allant de 1.5 à 150 $\mu$ m et permet ainsi de remonter à la densité [17,18].

**2.4.2. Caractérisation de la résistance à vert.**

La résistance à vert constitue la propriété la plus visée, lors de l'opération du compactage. Cette propriété doit être suffisamment grande afin de permettre la manipulation et le transfert des comprimés sans altérer leurs propriétés surfaciques et leurs dimensions.

La norme ASTM propose l'utilisation de l'un des trois tests suivants pour estimer cette propriété: l'essai dit (Transverse rupture strength), l'essai dit (Radial crush strength) et l'essai dit (Uniaxial tensile strength) [4].

- **L'essai «Transverse rupture strength »:** cet essai est surtout utilisé pour les comprimés de matériaux non ductiles. Il consiste à procéder à un essai de flexion sur une éprouvette (Figure 4.1) d'une épaisseur  $T$ , d'une longueur  $L$  et d'une largeur  $W$ , jusqu'à rupture de cette dernière (correspondant à une charge  $F_b$ ) La résistance ( $\sigma_T$ ) est calculée par la formule:

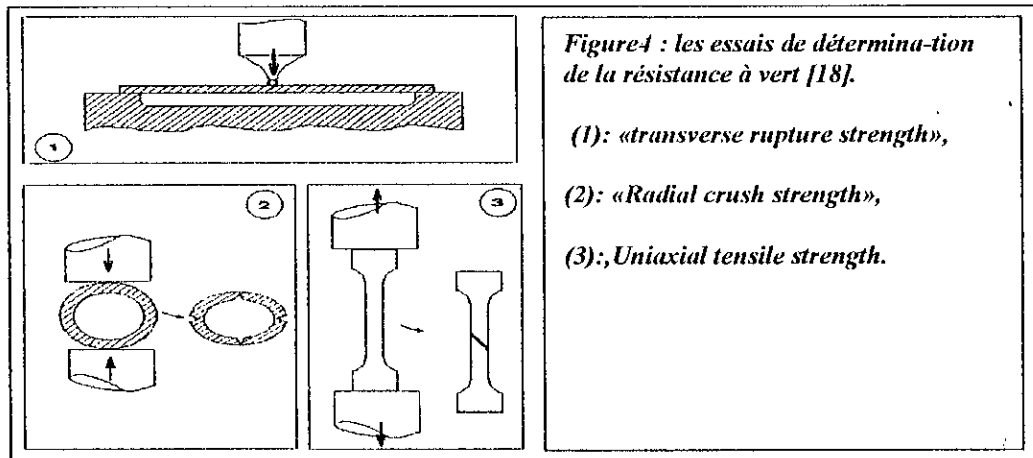
$$\sigma_T = 3F_b L / 2WT^2 \dots\dots\dots (9).$$

- **L'essai dit «Radial crush strength»:** Il consiste à procéder à un essai de compression (Figure 4.2) sur une éprouvette cylindrique creuse d'un diamètre (D), d'une longueur (L) et d'une épaisseur (T). La valeur de la résistance ( $\sigma_R$ ) à vert est calculée en fonction de la charge à la rupture ( $F_b$ ), selon la formule:

$$\sigma_R = F_b (D - T) / (LT^2) \dots\dots\dots (10).$$

- **L'essai dit «Uniaxial tensile strength»:** Cet essai consiste à déterminer la charge à la rupture ( $F_b$ ) du comprimé en forme d'éprouvette (Figure 4.3) de section (S). la résistance ( $\sigma_R$ ) est donnée par la formule:

$$\sigma_R = F_b / S \dots\dots\dots (11).$$



**3. DENSIFICATION DES POUDRES A CHAUD.**

Le traitement de frittage constitue une étape incontournable dans les procédés de métallurgie des poudres. Il assure la consolidation de la poudre et permet le contrôle des propriétés finales du produit.

Les phénomènes de transport de matière responsables de la consolidation (soudage interparticules) et de la densification (retrait) se déroulent de la même manière pour la plupart des procédés de frittage en phase solide mais à des degrés de contributions différents. Par exemple dans le cas de l'acier T15, le mécanisme de fluage exponentiel, le mécanisme de déformation plastique contrôlent (dominant) la densification dans le cas de frittage sous charge (en fonction de la pression appliquée) [55]. Cependant, la diffusion intergranulaire et la diffusion en volume contrôlent la densification dans le cas du frittage des comprimés compactés à froid.

Dans ce chapitre, nous exposerons la théorie classique du frittage où on considère une poudre non réactive qui fritte en phase solide. Les particules sont considérées sphériques et de tailles uniques. La poudre est soumise aux contraintes de la température et de la pression. Nous exposerons donc les énergies et les forces motrices du frittage, les stades du frittage, les mécanismes de transport de matière. Nous analyserons par la suite les différentes approches de modélisation du frittage. Le chapitre se terminera par les méthodes de caractérisation des produits frittés.

### 3.1. Définition

Le frittage peut être défini comme un traitement thermique au cours duquel se développent des liaisons entre les grains d'un milieu pulvérulent ou d'un comprimé, par des processus diffusionnels, sans jamais atteindre la fusion totale de l'échantillon. Cependant, le frittage peut entraîner dans certains cas une fusion partielle: ce type de traitement est dit frittage en phase liquide [4,19].

### 3.2. Les énergies et les forces motrices du frittage

Le développement des liaisons entre les grains d'une poudre (libre ou d'un comprimé) peut apparaître grâce aux énergies motrices suivantes: [19]

- L'énergie liée à l'application d'une charge externe,
- L'énergie de surface,
- L'énergie relative à l'existence d'un excès de défauts physiques au voisinage des surfaces courbées,
- L'énergie liée à l'existence de tensions dérivant elles-mêmes de la courbure de la surface.

#### 3.2.1. L'énergie de surface

Considérons une poudre (ou un comprimé), il lui correspond un excès d'énergie superficielle par rapport au monocristal parfait de même masse. Cette énergie qui mesure la force motrice du frittage permet alors de diminuer la surface totale de la poudre et donc de réduire l'énergie de surface associée [19,20]. L'équation ci-dessous permet de donner l'énergie de surface ( $W$ ) par gramme de poudre, exprimée en fonction de la tension superficielle ( $\gamma$ ) et la surface spécifique de la poudre ( $\sigma$ ) [19]:

$$W = \gamma\sigma \dots\dots\dots(12)$$

#### 3.2.2. L'énergie relative à l'existence de gradients de défauts physiques

La concentration en lacunes change soit en excès soit en défaut selon le sens de courbure de la surface concave ou convexe. En effet: dans les surfaces concaves nous avons un excès en lacunes. Par contre, dans les surfaces convexes nous avons un défaut en lacunes. L'établissement d'un gradient de concentration en lacunes constitue une énergie motrice qui provoque la diffusion d'atomes conduisant à l'élargissement des cous (ponts de raccordement inter-particules).

#### 3.2.3. L'énergie liée à l'existence d'un gradient de contraintes

Il est établi que la pression de vapeur au niveau d'une surface concave est inférieure à la pression de vapeur d'équilibre. Par contre, celle au niveau d'une surface convexe est supérieure. Le gradient de contraintes établis entre la surface concave et la surface convexe est susceptible de créer un écoulement de matière qui aura tendance à accroître la surface du cou.

### 3.3. Les stades du frittage

L'étude de l'évolution géométrique d'une poudre au cours du frittage a conduit à la distinction entre trois stades conventionnels. Ces stades sont définis en fonction de la géométrie des ponts de raccordement et de l'interconnexion ou non des pores.

- **Le stade initial du frittage:** Ce stade est caractérisé par l'irrégularité de la forme des pores, l'interconnexion de ces derniers, la croissance rapide des cous avec un faible taux de retrait volumique et est caractérisé par un grand gradient de courbure.
- **Le stade intermédiaire:** Au cours de ce stade, les pores deviennent de plus en plus cylindriques mais restent toujours interconnectés. Le grossissement des grains peut apparaître à la fin de ce dernier, conduisant des fois à la séparation entre les pores et les joints de grains. Ce stade est caractérisé par une cinétique de densification élevée.
- **Le stade final:** Ce stade est caractérisé par la transformation des pores cylindriques en pores qui tendent à devenir sphérique et isolé. La cinétique de densification est nettement lente par rapport à celle du stade intermédiaire.

**Remarque :** Malgré ces descriptions précises, la distinction entre les différents stades du frittage reste toujours difficile.

### 3.4. Les mécanismes de densification et de consolidation

Sous l'action des gradients de contraintes et de concentration en lacunes, la matière aura tendance à converger vers la surface du cou. La source de matière peut être soit le joint inter-particules soit la surface des particules loin de la surface des ponts. Les mécanismes de frittage se distinguent par les sources et les chemins de transfert de la matière. Ces derniers sont dus à des processus diffusionnels et sont donc thermiquement activés.

Pour une même source de matière, différents chemins pourront être établis [20]:

1. A partir de la surface des grains, la matière peut diffuser par la voie gazeuse. Ce processus correspond au mécanisme d'évaporation-condensation (chemin 1 de la Figure 5). L'énergie motrice est due au fait qu'il y a un excès de pression loin de la zone de raccordement et un défaut de pression au voisinage de cette zone. Un transfert de matière s'établira par la phase gazeuse depuis la surface des particules vers la surface externe du cou afin de diminuer l'énergie libre du système.
2. La matière peut également passer par la couche superficielle du matériau vers la surface latérale du cou. Ce processus correspond au mécanisme de diffusion superficielle (chemin 2). L'énergie motrice provient de fait qu'il y a un excès de lacunes au niveau du pont, alors qu'il y a un défaut au niveau de la surface des particules. Afin de diminuer l'énergie libre du système, un transfert de lacunes excédentaires s'établira depuis le pont de raccordement vers la surface voisine des particules, suivi d'un mouvement inverse d'atomes depuis ces surfaces vers le cou. Ici le chemin de diffusion est la surface des particules.
3. La matière peut encore passer, depuis la surface des particules loin des cous, par l'intérieur des grains: Ce processus correspond au mécanisme de diffusion en volume (chemin 3). L'énergie motrice provient du fait qu'il y a un excès de lacunes au voisinage de la surface des ponts de raccordement par contre un déficit au voisinage de la surface des particules loin de ces ponts. La source de matière est la surface externe des particules loin des ponts.
4. A partir du centre de joint inter-particules (l'interface établie entre les particules), la matière peut passer à travers ce joint vers la surface externe du pont de raccordement. On parle donc de mécanisme de diffusion intergranulaire (chemin 4). L'énergie motrice est due à l'écart dans la concentration en lacunes des surfaces voisines au pont de raccordement par rapport au joint inter-particules. Par conséquent un flux de lacunes s'établira entre les joints inter-particules et les surfaces externes des ponts, suivi toujours d'un mouvement opposé d'atomes vers les ponts.
5. Sous l'effet des mêmes forces motrices responsables du mécanisme de diffusion intergranulaire, la matière passe depuis l'intérieur du joint inter-particules vers la surface externe du pont, mais cette fois le chemin est le volume des particules. On parle donc de mécanisme de diffusion en volume de type Nabarro-Herring (chemin 5).
6. Il est possible que la matière diffuse depuis les dislocations contenues dans les grains vers la surface du pont, mettant en jeu des déformations plastiques du matériau. Le chemin de diffusion est le volume des particules.

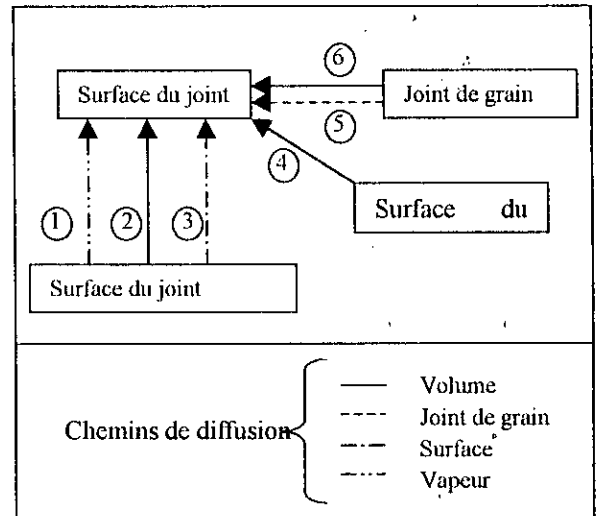


Figure 5 : Les différents sources et chemins de diffusions possibles au cours du frittage [20].

Ces différents processus de transport de matières n'auront pas les mêmes effets sur la densification. En effet :

- Lorsque la matière vient de la surface des particules, le matériau se consolide sans qu'il observe ni densification ni retrait. Ce type de processus correspond aux mécanismes cités ci-dessus type : diffusion par évaporation-condensation, diffusion superficielle et diffusion en volume.
- Lorsque la matière vient du centre des joints et des centres des particules, la cohésion des particules impose que peu à peu les centres se rapprochent et par conséquent une densification et un retrait en résultent. Ces processus correspondent aux mécanismes de type : diffusion intergranulaire, diffusion en volume type Nabarro-Herring, écoulement visqueux et le mécanisme de micro-fluage.

### 3.5. Modélisation du frittage

Les impératifs de qualité, de productivité et de rapidité de mise au point ont suscité des recherches d'ordre fondamentale et technologique qui ont permis peu à peu de formuler des modèles et des lois qui permettent plus ou moins de comprendre et de prévenir les phénomènes du frittage [21].

Afin d'élaborer des théories du frittage, il a donc fallu faire appel à des modèles géométriques justifiables de calculs simples. Mais la généralisation de ces théories à des systèmes réels a toujours imposé des corrections et présente des limites. Le premier essai en vue d'établir une théorie quantitative du frittage est dû à J.Frenkel [21].

Les changements géométriques qui se produisent au cours du frittage sont difficiles à prévoir ou à modéliser puisqu'ils dépendent en particulier de la forme, de la taille, de la répartition de la taille et du mode d'empilement des particules [21]. Cette difficulté est accentuée par le fait qu'il est impossible d'isoler un mécanisme à part, dans une expérience à l'échelle du laboratoire. Car au cours d'un processus, tous les mécanismes activent en même temps à des degrés différents et par conséquent il est difficile de réaliser des expériences pour valider ces modèles. Les principaux modèles qui ont été présentés depuis l'époque de J.Frenkel et Kuczynski [21] jusqu'à ce jour se résument à travers les approches suivantes :

- Les calculs développés sur le modèle géométrique très simple qui consiste à formuler les cinétiques d'élargissement du cou lors du frittage de deux sphères tangentes de même taille ou lors du frittage d'un fil contre un plan. Les essais de validation consistaient à des expériences de frittage faites sur deux fils métalliques torsadés ou sur un couple fil-plan. Quoique cette approche constitue une base fondamentale importante dans la modélisation des phénomènes qui accompagnent le frittage, elle reste toujours loin de la pratique des différentes applications du frittage.

Les équations pour chaque mécanisme est la forme :  $\frac{x^m}{r^n} = \alpha_i t$

Où les exposants  $m$ ,  $n$  et  $\alpha_i$  varient d'un mécanisme à un autre.

Les valeurs des exposants ( $n$ ) et ( $m$ ) ainsi que les constantes ( $\alpha_i$ ) varient d'un auteur à un autre à cause des hypothèses simplificatrices qui caractérisent chaque modèle. Cependant, malgré ces différences, ces modèles trouvent des terrains de validation au stade de la recherche fondamentale, où on procède aux expériences de frittage de billes de verre ou de frittage de deux fils torsadés ou encore de frittage fil-plan (proposés pour la première fois par Kuczynski).

- L'approche du comprimé idéal de Coble [22,23] a permis de se rapprocher plus de la réalité en modélisant un comprimé à base de poudre à particules de tailles égales et dont l'empilement est parfait et les particules auront une forme octaédrique. Vu la simplicité de ce dernier modèle, il reste limité devant les problèmes d'irrégularité des formes et de la distribution en tailles des particules, ...etc.

<b>MODELISATION PAR DEUX SPHERES</b>	
<b>Mécanisme de consolidation sans retrait</b>	
1 – Diffusion en surface (à partir de la surface des particules) [19,20, 21,61,62]	m=7    n=3
2- Diffusion en volume (à partir de la surface des particules) [19,21, 61,62]	m=5    n=2
3- Evaporation condensation [20,21]	m=3    n=1
<b>Mécanisme de consolidation avec retrait</b>	
4- Diffusion intergranulaire [20,62]	m=6    n=2
5- Diffusion en volume [20,62]	m=4    n=1
6- Ecoulement visqueux [20,21,62]	m=2    n=1
7- Micro fluage [19]	$\frac{d\varepsilon}{dt} = \frac{\sigma}{T} \exp\left(-\frac{\Omega}{RT}\right)$
<i>Tableau 1: récapitulatif des équation du modèle de frittage de deux sphères</i>	

<b>MODELE DU COMPRIME IDEAL DE COBLE</b>	
<b>1° stade : Porosité ouverte</b>	
- Mécanisme par diffusion en volume [20]	La porosité est donnée par : $P - P_0 = \frac{-84D_v \gamma \Omega}{RT r^3} t$
- Mécanisme intergranulaire [20]	La porosité est donnée par : $P^{1/2} - P_0^{1/2} = \frac{-80\delta D_i \gamma \Omega}{RT r^4} t$
<b>2° Stade : Porosité fermée</b>	
- Mécanisme de diffusion en volume [20]	La porosité est donnée par : $P - P_0 = \frac{-36D_v \gamma \Omega}{RT r^3} \cdot \ln t$
<i>Tableau 2: récapitulatif des équation du modèle de comprimé idéal de Coble.</i>	



<p> <math>D_v</math>: Coefficient de diffusion en volume  <math>D_i</math>: Coefficient de diffusion intergranulaire  <math>\gamma</math>: tension superficielle du matériau  <math>\Omega</math>: volume atomique du matériau  <math>\delta</math>: épaisseur du joint de grain  <math>R</math>: constante des gaz parfait  <math>T</math>: température de frittage isotherme  <math>t_0</math>: temps de début de troisième stade  <math>t</math>: temps  <math>P_0</math>: porosité lorsque les pores deviennent sphériques  <math>P</math>: Porosité  <math>x</math>: largeur du pont de raccordement  <math>r</math>: rayon de courbure du pont de raccordement  <math>\varepsilon</math>: représente la variation relative de distance entre les deux sphères  <math>\sigma</math>: contrainte appliquée  <math>a</math>: rayon de pore sphérique         </p>
--

Tableau 3: désignation des symboles utilisées dans les équations des modèles

Ce modèle considère deux géométries: la première suppose des pores de forme cylindriques interconnectés. Dans ce cas: les mécanismes de diffusion en volume et de diffusion intergranulaire sont considérés [20], par contre les mécanismes de diffusion en surface et par évaporation condensation ne sont pas cités car elles ne participent pas à la densification.

- L'autre approche regroupe les récents modèles appuyés par les techniques de calcul numériques. Dans cette approche on trouve la simulation sur ordinateur du frittage par analyse d'éléments finis, où on adopte une géométrie de pores et de particules distribuées aléatoirement. Le maillage des éléments finis peut être généré en divisant les aires en éléments triangulaires et rectangulaires [64,65]. Et trouve également la modélisation de la microstructure (ou de l'empilement) par un réseau de Voronoi [66].

### 3.6. Caractérisation des produits frittés.

Différentes techniques de caractérisation peuvent être utilisées pour le suivi des études des procédés du frittage.

- **La densité apparente et réelle:** Les techniques de mesure de la densité apparente sont les mêmes que celles utilisées dans la caractérisation des comprimés. La mesure de la densité réelle par la technique pycnométrique peut être aussi utilisée.
- **La porosité ouverte et la porosité fermée:** l'utilisation de la technique d'immersion d'Archimède permet de déterminer la porosité ouverte par imprégnation d'un solvant tel que le xylène, le toluène, l'huile de silicone, ...etc. La porosité fermée est par conséquent, déduite en connaissant la densité apparente et la densité théorique. La pycnométrie permet aussi de déduire la porosité ouverte avec une précision importante en connaissant la densité théorique et la densité apparente. La mesure de la porosité par les techniques de microscopie quantitative permet de déduire la porosité totale sans jamais pouvoir quantifier la fraction ouverte ou fermée de la porosité.
- **La distribution en taille des pores:** L'utilisation de la porosimétrie à mercure permet de caractériser la distribution en tailles des pores ouverts. Les pores fermés ne sont pas inclus dans cette caractérisation.

- **La dilatométrie** : L'analyse dilatométrique permet d'enregistrer, en continu, la variation de longueur d'un comprimé de poudre en fonction de la température. Elle fait apparaître les phénomènes suivants :
  - Augmentation du volume sous l'effet de la dilatation thermique des grains.
  - Retrait important, correspondant au frittage de la poudre.
  - Une légère tendance à la dilatation du produit termine la courbe enregistrée.

La courbe de retour à la température ambiante permet d'estimer le coefficient de dilatation du matériau.

## Chapitre II

### La Métallurgie des Poudres des Aciers à outils Rapides.

#### 1. CLASSIFICATION ET PROPRIETES DES ACIERS A OUTILS RAPIDES.

##### 1.1. Introduction.

Les aciers à outils rapides sont nommés ainsi à cause de leur aptitude à la coupe à des vitesses très élevées. Ces aciers sont des alliages complexes à base de fer dont les principaux éléments d'addition sont : le carbone, le chrome, le vanadium, le molybdène, le tungstène et dans certains cas le cobalt. Le carbone et les éléments d'addition sont ajustés de façon à avoir une grande dureté, une grande résistance à l'usure, une grande résistance à l'adoucissement par chauffage et une grande ténacité.

##### 1.2. Spécifications Sur Les Aciers Rapides [ASTM A600].

La norme ASTM A600 permet de donner les critères chimiques et mécaniques pour qu'un alliage ferreux soit classé dans la famille des aciers à outils rapides.

##### 1.2.1. Spécifications Chimiques.

Pour qu'un alliage soit classé comme étant un acier à outils rapide standard ou intermédiaire, il faut que toutes les spécifications suivantes soient vérifiées :

A- Les teneurs minimales en éléments d'alliages sont données dans le tableau ci-dessous:

Acier rapide standard		Acier rapide Intermédiaire	
Eléments	Teneurs minimales	Eléments	Teneurs minimales
▪ Carbone	0.65	▪ Carbone	0.70
▪ Chrome	3.50	▪ Chrome :	3.25
▪ Vanadium	0.80	▪ Vanadium :	0.80
▪ Tungstène+1.80%Mo	11.75	▪ Tungstène+1.80%Mo	6.50

Tableau 4: Tableau montrant les teneurs minimales des aciers rapides standards et intermédiaires.

B- La teneur maximale en tungstène équivalent ( $1/3Cr+6.2V+W+1.8Mo$ ) est donnée par le tableau ci-dessous:

Acier rapide standard		Acier rapide Intermédiaire	
Taux de Cobalt	Teneurs maximales en W équivalent	Taux de Cobalt	Teneurs maximales en W équivalent
<5% Co	22.50%	<5% Co	13.00%
>5% Co	21.00%	>5% Co	12.00%

Tableau 5: Tableau montrant les teneurs maximales en tungstène équivalent en fonction du taux de Cobalt.

##### 1.2.2. Spécifications Mécaniques.

L'acier rapide doit avoir une aptitude à être austénisé et revenu à une température de pas moins 510°C et possédant une microstructure fine et une dureté de pas moins 63 HRC pour le cas de l'acier rapide standard (et de pas moins 62HRC pour le cas de l'acier rapide intermédiaire).

L'acier à outils rapide T1 est le premier qui a été développé depuis 1903. Cet acier de 17%W, 4%Cr, 1%V et de 0.7% de carbone était le plus utilisé jusqu'aux années cinquante où on a développé l'acier rapide type M2 comme alternative au T1 [29].

##### 1.3. Classification des aciers rapides M et T

Actuellement, il existe plus de 40 types d'aciers rapides, selon l'AISI. Cette classification proposée par l'AISI permet de désigner les aciers rapides par une lettre qui peut être soit (T) pour les aciers dont le tungstène est majoritaire soit (M) pour les aciers dont le molybdène est majoritaire. Un chiffre est

ajouté à la lettre (T) ou (M) par exemples : T1, T15, M1, M2, et M41 (voir le tableau des compositions chimiques dans *Annexe B*).

#### **1.4. Effet des éléments d'addition.**

Comparativement aux types (T), les aciers rapides de types (M) résistent mieux à l'abrasion, présentent une faible distorsion après traitements thermiques et présentent des coûts moins élevés.

Il est connu que les propriétés mécaniques de l'acier à outils dépendent en grande partie des éléments d'alliages. Chaque élément apporte un nombre d'effets à part:

##### **1.4.1. Le Carbone.**

Le carbone est considéré parmi les éléments d'alliage les plus importants. Le taux de carbone des aciers rapides varie dans un intervalle très restreint. L'augmentation du taux de carbone augmente la dureté à l'utilisation, la dureté à chaud, et augmente le nombre de carbures durs et stables ce qui contribue à l'amélioration de la résistance à l'usure ainsi qu'à l'amélioration d'autres propriétés.

##### **1.4.2. Le Silicium.**

L'augmentation du silicium diminue légèrement la ténacité de l'acier rapide. Cette influence est faible jusqu'à 1%Si. Pour cette raison, On maintient généralement, le taux de silicium au-dessous de 0.45%.

##### **1.4.3. Le Manganèse.**

La teneur en manganèse est généralement maintenue faible, car il provoque une fragilisation et induit la fissuration au cours de la trempe.

##### **1.4.4. Le Phosphore.**

La présence de phosphore n'a aucun effet bénéfique sur les propriétés de l'acier rapide. Au contraire, il provoque la fragilisation à froid. De ce fait, la teneur en phosphore devra être maintenue au minimum.

##### **1.4.5. Le Chrome.**

Le chrome est toujours présent dans les aciers à outils rapides avec des taux allant de 3 à 5%. C'est l'élément principal responsable du durcissement. En général le taux de 4% représente un taux optimal assurant un compromis entre la dureté et la résilience. De plus, il permet de réduire l'oxydation et l'écaillage durant les traitements thermiques.

##### **1.4.6. Le Tungstène.**

Le tungstène est toujours présent dans tous les aciers à outils rapides (sauf le cas de M10 et M50) ; c'est l'élément le plus important. Les carbures complexes de tungstène qu'on rencontre dans les aciers rapides, sont très durs et augmentent de façon significative la résistance à l'usure. De plus, le tungstène améliore la dureté à chaud en causant un durcissement structural et une résistance pendant le revenu. Lorsque le taux de tungstène est diminué le taux de molybdène est augmenté pour compenser cet effet.

##### **1.4.7. Le Molybdène.**

La température de fusion des aciers rapides de type M est relativement plus faible que celle des aciers rapides de type T, par conséquent ils ont une faible température de trempe et un intervalle de durcissement étroit. Les aciers de type M sont plus tenaces que les aciers de type T, par contre, la dureté à chaud est légèrement diminuée. Pour cette raison, le tungstène et une quantité moindre de vanadium sont rajoutés aux aciers de type M pour compenser cette baisse de dureté à chaud. C'est la raison pour laquelle les aciers au tungstène-molybdène trouvent d'importantes applications (cas de M2, M3 et M4) et présentent une bonne dureté à chaud.

##### **1.4.8. Le Vanadium.**

Cet élément a été initialement ajouté aux aciers rapides pour éliminer les impuretés du laitier et réduire la contamination par l'azote au cours de la fusion. Par la suite il a été établi que cet élément améliore les propriétés de coupe des aciers rapides. L'addition de vanadium permet la formation de

carbures très durs et très stables, ce qui augmente significativement la résistance à l'usure et permet d'augmenter la dureté par ajout de faibles proportions de ce dernier. L'augmentation du taux de vanadium permet une faible amélioration de la résilience. Les aciers rapides aux forts taux de vanadium présentent un bon choix pour l'usinage des matériaux à de grandes vitesses (coupe de finition) ou lorsque ces matériaux présentent une surface dure et écailleuse. Les aciers rapides T15, M4 et M15 possèdent des taux de vanadium relativement élevés et sont développés pour le travail dans des conditions de service très sévères, où l'on exige une grande résilience et une grande dureté avec une grande résistance à l'usure.

#### **1.4.9. Le Cobalt.**

Le principal effet d'addition du cobalt est l'augmentation de la dureté à chaud et donc l'amélioration des propriétés de coupe aux hautes températures. Le cobalt augmente la température de traitement thermique des aciers rapides par augmentation de leurs points de fusion. Les températures de trempe peuvent augmenter de 14 à 28°C, sous l'effet d'ajouts de cobalt. Les ajouts de cobalt peuvent augmenter légèrement la fragilité des aciers rapides. Les aciers rapides au cobalt sont souvent recommandés pour les grandes passes d'usinage aux hautes vitesses, l'usinage des matériaux durs et écailleux et pour l'usinage des matériaux présentant des discontinuités de copeaux (cas de la fonte par exemple).

#### **1.4.10. Le Soufre.**

Une teneur de moins de 0.03% n'a pas d'effet sur les propriétés des aciers rapides. Cependant, cet élément est ajouté à certains aciers rapides pour améliorer la qualité de l'usinage de finition. Le soufre forme des sulfures complexes contenant du chrome, du vanadium et du manganèse. Dans les aciers rapides fabriqués par métallurgie des poudres, on ajoute un taux de soufre supérieur à 0.30% afin d'améliorer l'usinabilité et l'affûtabilité de l'outil en formant des sulfures globulaires.

#### **1.4.11. L'Azote.**

L'azote est présent dans le bain fondu de l'acier rapide avec un taux variant de 0.02 à 0.03%. Cependant, ce taux est augmenté pour certains aciers rapides jusqu'à des teneurs allant de 0.04 à 0.05%. Lorsqu'elle est combinée avec un taux élevé de silicium, cette addition permet une légère augmentation de la dureté maximale atteinte après revenu.

### **1.5. Les propriétés des aciers rapides.**

Les aciers rapides sont caractérisés par de grandes teneurs en éléments d'alliages. Ils contiennent suffisamment de carbone pour atteindre une dureté de 64HRC. Leur dureté est uniforme depuis le cœur jusqu'à la surface et durcissent aux hautes températures. Leurs vitesses de transformation leur permettent d'atteindre la dureté maximale pendant le refroidissement à l'air.

Les aciers à outils rapides contiennent une grande fraction de carbures lesquels, pendant le recuit, augmentent leurs teneurs en éléments d'alliages. Ces carbures contribuent à l'augmentation de la résistance à l'usure après durcissement. Par une dissolution partielle durant le traitement thermique, ces carbures permettent à la matrice en combinaison avec les autres éléments d'alliages, après traitement thermique, une augmentation de la dureté à froid, de la dureté à chaud et de la résistance au revenu.

La propriété la plus importante à viser lors du choix d'un acier rapide est principalement l'aptitude à l'usinage. Cette propriété est en relation avec la dureté à froid, la dureté à chaud, la résistance à l'usure et la ténacité.

L'importance de l'une de ces dernières propriétés par rapport aux autres varie d'une application à une autre. Par exemple, la dureté est nécessaire pour l'usinage des matériaux très durs et augmente la durée de vie de l'outil. Cependant, cette dureté doit être balancée par la propriété de ténacité qui est nécessaire pour n'importe quelle application de coupe. Pour cette raison, l'optimisation des propriétés d'un acier rapide doit être obtenue par le choix de la nuance et du traitement thermique approprié.

Cependant, les performances des aciers rapides (voir *Tableau 6*) ne dépendent pas uniquement des propriétés de l'acier seul mais dépendent également du matériau à usiner, de la vitesse de coupe, des conditions de lubrification, et du type d'usinage (avec copeaux continus ou discontinus) [30].

Nuance	Résistance à l'usure	Résilience	Dureté à chaud	Dureté HRC à froid	Densité	Coût	Usinabilité
T1	7	3	8	63-65	8.67	4	5
T2	8	3	8	63-66	8.67	4	5
T4	7	2	8	63-65	8.68	5	4
T5	7	1	9	63-65	8.75	5	3
T6	8	1	9	63-65	8.89	5	2
T8	8	2	8	63-65	8.43	5	3
T15	9	1	9	64-68	8.19	5	1
M1	7	3	8	63-65	7.89	3	6
M2	7	3	8	63-65	8.16	-	-
M3	8	3	8	63-66	8.15	-	-
M4	9	3	8	63-66	7.97	-	-
M7	8	3	8	63-66	7.95	3	5
M10	7	3	8	63-65	7.88	3	6
M30	7	2	8	63-65	8.01	4	3
M33	8	1	9	63-65	8.03	5	2
M34	8	1	9	63-65	-	5	2
M35	7	2	8	63-65	-	-	-
M36	7	1	9	63-65	8.18	-	-
M41	8	1	9	66-70	8.17	-	-
M42	8	1	9	66-70	7.98	5	5
M43	8	1	9	66-70	-	5	5
M44	8	1	9	66-70	-	-	-
M46	8	1	9	66-69	7.83	5	5
M47	8	1	9	66-70	7.96	5	5

Tableau 6: Propriétés de l'acier rapide T15 en comparaison avec celles des classes T et M [29,43].

### 1.5.1. Les Propriétés de Coupe.

Les performances de coupe des aciers rapides sont déterminées par les propriétés de dureté à froid, de dureté à chaud, de la résistance à l'usure et de la ténacité.

### 1.5.2. La Dureté à froid.

Elle est définie comme la résistance à la pénétration d'un pénétrateur (en diamant), à température ambiante. Cette propriété est considérée comme la plus importante et elle est utilisée comme un critère de classement. Pratiquement tous les aciers rapides peuvent être durcis après traitement thermique jusqu'à une dureté de 64HRC ou plus comme les nuances M40, M30 et T15 qui peuvent atteindre 69HRC.

### 1.5.3. La Dureté à Chaud.

La dureté à chaud est une propriété caractéristique des aciers rapides. Elle est d'une grande importance, puisque les valeurs de la dureté aux hautes températures sont plus faibles que celles à l'ambiante. Comme les outils de coupe travaillent aux hautes températures il faut maintenir cette dureté au maximum. Les aciers à outils rapides possèdent une dureté à chaud suffisante grâce aux additions de cobalt.

### 1.5.4. La Résistance à l'Usure.

La résistance à l'usure dépend de la dureté de la matrice, de la composition de l'alliage, du durcissement structural qui peut être causé par précipitation des carbures de type MC (M=V) et M<sub>2</sub>C (M= W ou Mo) et dépend également de la fraction volumique des carbures. En effet cette propriété augmente sensiblement avec la dureté de l'acier rapide. Pour cette raison, lorsque les conditions de coupe par abrasion sont très sévères, la plus grande dureté est visée. Les carbures de type MC et M<sub>2</sub>C présentent la dureté la plus grande, par conséquent la résistance à l'usure augmente avec la fraction de ces derniers.

<sup>1</sup> (\*) : Les valeurs de la résilience sont rapportées par rapport à celles du T15. Par contre les valeurs de la résistance à l'usure sont rapportées à la nuance I.2 (acier à outil).

Les nuances d'acier rapides T15, M3, M4, et M15 présentent une grande résistance à l'usure puisqu'elles contiennent un fort taux de carbone et de vanadium qui permettent à la fois d'augmenter la fraction volumique en carbures et de former, en grandes proportions, le carbure de vanadium qui possède la plus grande dureté.

### 1.5.5. La Ténacité.

La ténacité des aciers rapides dépend de l'état revenu de la matrice et dépend de la taille et de la distribution spatiale des carbures primaires. Une faible température de trempe donne une meilleure ténacité. Par contre une grande température de trempe augmente la dureté mais diminue la ténacité. Par conséquent, une recherche d'un compromis entre la dureté et la ténacité est imposée en fonction des conditions d'utilisation.

La ténacité d'un matériau peut être définie par la combinaison des deux facteurs suivants :

- L'aptitude à être déformé sans rupture (c'est la ductilité).
- L'aptitude à résister à la déformation permanente.

Les tests de résilience sur les aciers rapides sont généralement conduits à températures ambiantes. Les essais de caractérisation de la ténacité sont multiples. Par contre le choix est limité à :

- L'essai de flexion.
- L'essai de résilience.
- L'essai de la ténacité à la rupture.

### 1.5.6. Les Propriétés d'Usinabilité et d'Affûtabilité

Les propriétés d'usinabilité et d'affûtabilité sont des facteurs très importants dans la sélection de la plupart des aciers rapides ainsi que dans le prix de revient de l'outil fini.

#### 1.5.7. L'Usinabilité.

Grâce aux procédés de métallurgie des poudres, l'usinabilité peut être améliorée en augmentant le taux de soufre jusqu'à une teneur supérieure à celle des aciers rapides conventionnels jusqu'à 0.30% par exemple.

##### 1.5.7.1. L'affûtabilité.

L'affûtabilité dépend de la dureté de la matrice, de la nature et de la taille des carbures de l'acier rapide. Par exemple, le carbure de vanadium qui est le carbure le plus dur parmi ceux rencontrés dans le cas des aciers rapides, présente un effet remarquable sur l'affûtabilité. En général, l'affûtabilité des aciers rapides obtenus par métallurgie des poudres est supérieure à celle des aciers rapides conventionnels à cause de la finesse des carbures et de l'homogénéité de leur distribution.

## 2. FABRICATION DES ACIERS RAPIDES.

### 2.1. Introduction.

L'acier à outil rapide a été fabriqué depuis un peu plus d'un siècle par des procédés qui ont connu des développements de plus en plus importantes. L'introduction des techniques de métallurgie des poudres dans cette industrie en 1970 paraît parmi les plus révolutionnaires.

### 2.2. La fabrication de l'acier a outils rapide conventionnel.

Le procédé dit «Crucible process» qui consiste à couler de petits lingots d'aciers rapides a été remplacé par les procédés d'élaboration dans les fours à induction et les fours à arc qui sont caractérisés par une grande capacité de production.

Les procédés classiques d'élaboration des aciers rapides, présentent souvent les inconvénients suivants (voir Figure 6) [2,29,30]:

- Une microstructure hétérogène.
- Une distribution hétérogène des carbures (ségrégation).
- Un grossissement des grains exagéré et hétérogène.
- Une microstructure dirigée dans une direction préférentielle et anisotrope.

- Des propriétés mécaniques faibles.
- Une hétérogénéité de la dureté après traitements thermiques.
- Une distorsion après traitements thermiques due à l'hétérogénéité.
- Des problèmes de contrôle dimensionnel.

Les progrès dans ce domaine ont pu éliminer ou minimiser ces derniers défauts par:

- La technique de la zone fondue par arc électrique sous protection laitière.
- Par la technique d'inoculation dans un bain liquide.
- Un travail à chaud qui permet d'uniformiser la distribution des carbures,
- La réduction de la taille des lingots ce qui permet d'augmenter la vitesse de solidification.

### 2.3. La fabrication des aciers a outils par métallurgie des poudres.

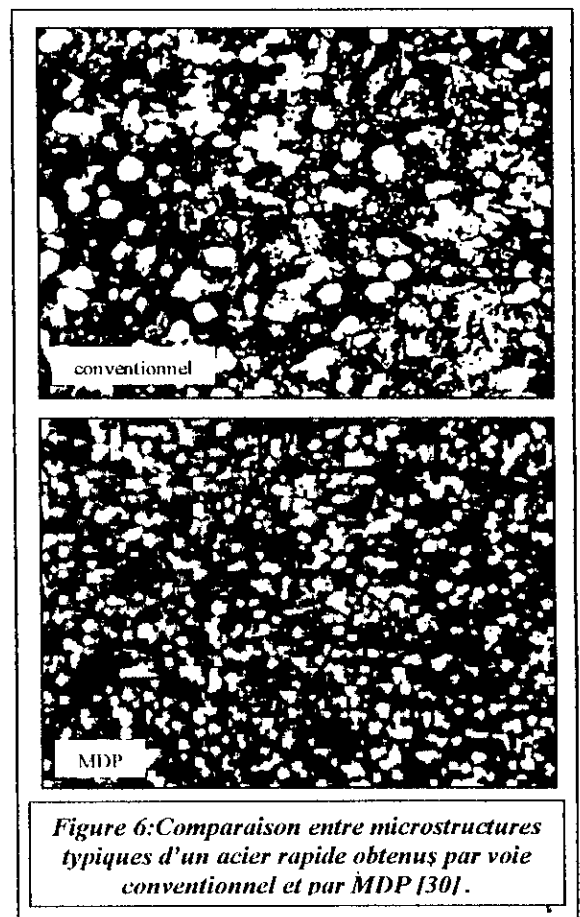
La métallurgie des poudres MDP est devenue un procédé important, dans la fabrication des aciers à outils de hautes performances [29]. A cause de leurs hautes performances, de nombreux procédés par MDP ont été développés pour la fabrication des forets, des Fraises, des alésoirs, des broches et des outils de coupe, ainsi que pour la fabrication de l'acier à outils pour les travaux à froid et à chaud, ...etc.

La solidification rapide de la poudre atomisée destinée pour la fabrication des aciers à outils par MDP permet [29]:

- L'élimination des ségrégations dans la microstructure,
- L'obtention d'une distribution uniforme des carbures et des inclusions non métalliques,
- L'obtention d'une microstructure très fine,
- Une bonne homogénéité chimique [31].

De nombreuses propriétés des aciers à outils rapides ont été améliorées par l'utilisation des procédés de métallurgie des poudres, notamment les propriétés suivantes [29]:

- L'usinabilité,
- L'affûtabilité,
- Le contrôle dimensionnel, après traitements thermiques,
- Les performances de coupe sous différentes conditions (surtout la ténacité),
- La flexibilité du procédé en permettant l'ajustement de la composition chimique.



Ceci a permis l'apparition de nouveaux aciers à outils rapides qu'on ne peut pas fabriquer par la métallurgie classique à cause des problèmes de ségrégation au cours de la solidification des lingots.

Il existe différentes méthodes de préparation des poudres, de mise en forme et de consolidation. La méthode de mise en forme doit être choisie en fonction des propriétés ciblées et en fonction des propriétés des poudres utilisées. Enfin, par métallurgie des poudres différentes méthodes peuvent être choisies afin d'assurer la consolidation et le soudage interparticules.

En pratique, tous les procédés de fabrication des aciers à outils rapides utilisent des poudres préparées par atomisation. Ces procédés, peuvent se classer en deux catégories, selon la forme des particules de la poudre utilisée:



- Procédés de fabrication utilisant la poudre atomisée à gaz (de forme sphérique)
- Procédés de fabrication utilisant la poudre atomisée à l'eau (de forme irrégulière).

Dans la première catégorie, on peut trouver plusieurs procédés de fabrication destinés à consolider les poudres atomisées à gaz principalement [29,32]:

- Procédé (HIP) (Hot Isostatic Pressing), ou frittage sous charge. C'est le procédé le plus répandu,
- Procédé (ASP) (Anti Segregation Process), développé en Suède par Stora Kopparberg et ASEA [29],
- Procédé (CPM) (Crucible Particle Metallurgy), développé aux Etats-Unis par (The Crucible Materials Corporation).
- Procédé (CAP) (Compaction by Atmospheric Pressure) ou Consolidation par Pression Atmosphérique,
- Procédé (STAMP) ou (High Pressure Compaction and Hot Working),
- Procédés (CSD et Osprey) (Controlled Spray Deposition and Hot Working).
- Procédé par (extrusion des poudres).
- Procédé par (forgeage des poudres).

Dans la deuxième catégorie, on peut citer trois procédés. Les poudres atomisées à l'eau sont d'abord compactées à froid ensuite frittées. Les procédés destinés à consolider les poudres atomisées à l'eau permettent la fabrication des outils de formes complexes. On compte parmi ces procédés:

- Le procédé (POWDREX), développé en Angleterre par «Powdrex, Ltd.»,
- Le procédé (FULLDENS) (full Densification) qui a été développé aux Etats Unis par «Consolidated Metallurgical Industries, Inc.».
- Procédé par (extrusion des poudres).
- Procédé par (forgeage des poudres).

### 2.3.1. La Production des Poudres d'Acier à Outils.

La poudre de l'acier à outils est produite par fusion des matières premières et/ou de la ferraille, dans des fours à induction, suivie par l'atomisation à gaz ou à l'eau.

#### 2.3.1.1. Poudres Atomisées à Gaz.

L'alliage fondu est pulvérisé à travers un trou sous l'effet d'un jet de gaz neutre ( $N_2$  ou Ar) sous pression. Le liquide est par la suite pulvérisé en de fines gouttelettes qui se solidifient avant de heurter les parois de la chambre de l'atomiseur sous une atmosphère neutre protectrice. Il existe deux variantes de l'atomiseur à gaz, l'atomiseur vertical et l'atomiseur horizontal (Figure 1). Cette dernière variante coûte moins chère relativement, à cause de sa faible hauteur [32].

Les poudres atomisées à gaz présentent des particules de forme sphérique, une grande densité apparente ( $6g/cm^3$  environ) et une teneur en oxygène inférieure à 200 ppm.

Ces poudres sont généralement frittées sous charge (procédé HIP) en pièces complètement denses de formes semi-finies. Les pièces de formes complexes peuvent être obtenues par compactage isostatique à froid suivi par un frittage sous charge (HIP).

#### 2.3.1.2. Poudre Atomisée par l'Eau.

L'alliage fondu est pulvérisé à travers un trou sous l'effet d'un jet d'eau pressurisé aux environs de 200 bars. Après une courte distance de vol, les particules solidifiées rentrent dans une piscine d'eau (Figure 2). L'eau contenant les particules de poudre est pompée vers une station de séchage.

Les poudres d'acier à outils produites par atomisation à l'eau présentent des particules de formes irrégulières, à contenu en oxygène d'environ 1000 à 3000 ppm se trouvant sur un film d'oxyde d'une épaisseur de l'ordre de 0,2  $\mu m$  [32].

Ces poudres sont favorables pour les procédés qui utilisent un compactage axial ou isostatique à froid suivi par un traitement de frittage.

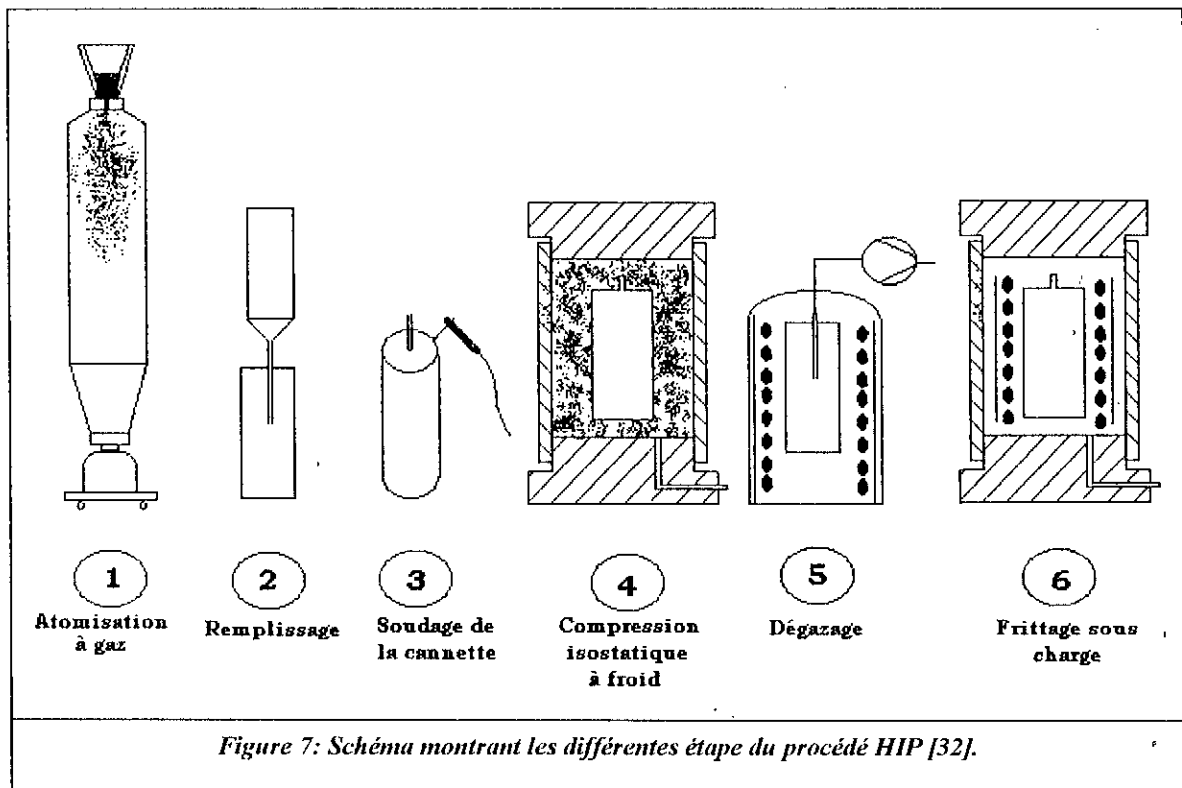
Les poudres atomisées à l'eau nécessitent un traitement de recuit soit sous vide soit sous atmosphère d'Hydrogène. En transformant la martensite et l'austénite retenue en un mélange de ferrite et de carbures sphéroïdaux, ce traitement permet de rendre la poudre plus ductile et moins dure et donc facile pour le compactage. D'autre part, ce traitement permet de réduire le taux d'oxygène dans la poudre. Donc, le traitement de recuit joue un double rôle ; la réduction de la couche d'oxyde et le revenu de la structure de trempe. En effet, le recuit permet de diminuer la dureté des particules de poudre de 65HRC jusqu'à 25 HRC et réduit le taux d'oxygène de 4000 ppm jusqu'à 1000 ppm. Une faible décarburation est observée lors de ce traitement [29].

### 2.3.2. Les Procédés de Fabrication des Aciers à Outils Rapides.

#### 2.3.2.1. Procédé HIP.

Ce procédé a été utilisé dès 1970 pour la fabrication de l'acier à outils rapide. C'est le procédé le plus utilisé et le plus réussi. Il utilise la poudre atomisée par gaz d'azote. Le procédé se résume dans les étapes suivantes (Figure 7) [29,32]:

- La composition voulue préparée dans un four à induction est pulvérisée sous un jet de gaz de



haute pression en de fines gouttelettes qui se solidifient rapidement à l'intérieur de la chambre de l'atomiseur.

- La poudre récupérée est tamisée pour éliminer les grosses particules.
- La poudre est ensuite transférée dans des canettes cylindriques en acier inoxydable ou en acier doux.
- Les canettes sont ensuite scellées par soudage, un tube de dégazage est prévu sur la facette supérieure de la canette. L'étanchéité de la soudure des canettes est contrôlée.
- Les canettes sont préchauffées dans des fours à environ 500°C pour permettre un bon étuvage de la poudre avant frittage. A la fin de cette opération, le tube de dégazage est soudé.

- Les canettes sont portées à une température entre 1100 et 1200°C et pressurisées par un gaz d'argon sous une pression de l'ordre de 1000 bars, pendant 15 à 30 minutes.
- Les produits obtenus sont ensuite transférés pour une mise en forme par forgeage ou par laminage à chaud.

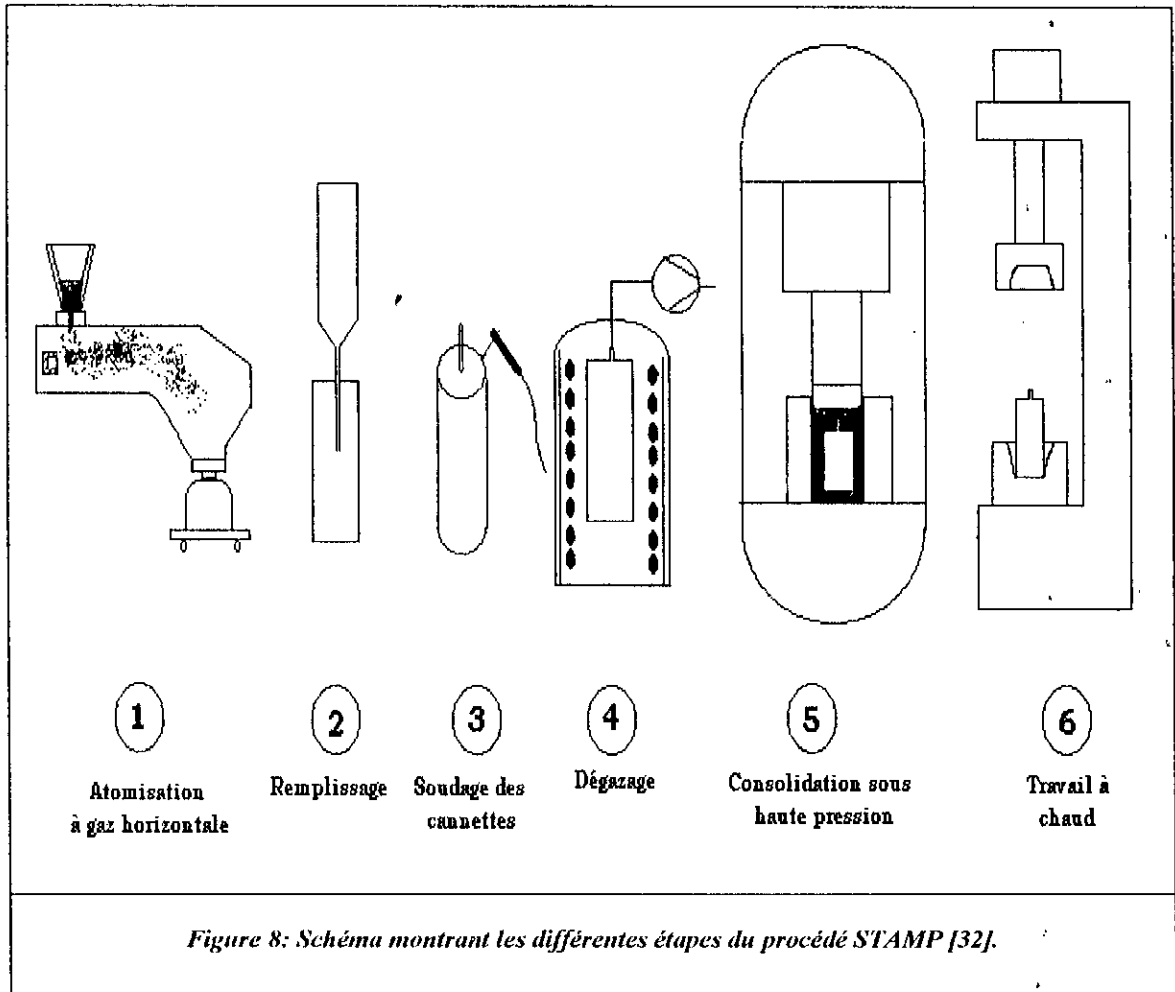


Figure 8: Schéma montrant les différentes étapes du procédé STAMP [32].

Typiquement, un frittage à 1100°C sous 100 MPa pendant 1 heure permet d'atteindre une densité complète [29].

Cependant il existe une autre variante de ce procédé qui utilise une mise en forme par compression isostatique à froid, permettant ainsi d'augmenter la densité initiale et la surface de contact entre les particules de la poudre ce qui réduit le temps nécessaire pour atteindre la densité théorique [33,34].

Le frittage sous charge permet [29].:

- Une distribution uniforme des carbures,
- Des carbures de tailles très fines, (par exemple dans le cas de l'acier rapide T15 fritté sous charge, la taille est de l'ordre de 3µm alors que dans le procédé conventionnel on obtient des carbures de l'ordre de 34µm)
- Des inclusions de sulfures uniformes et de faibles tailles.

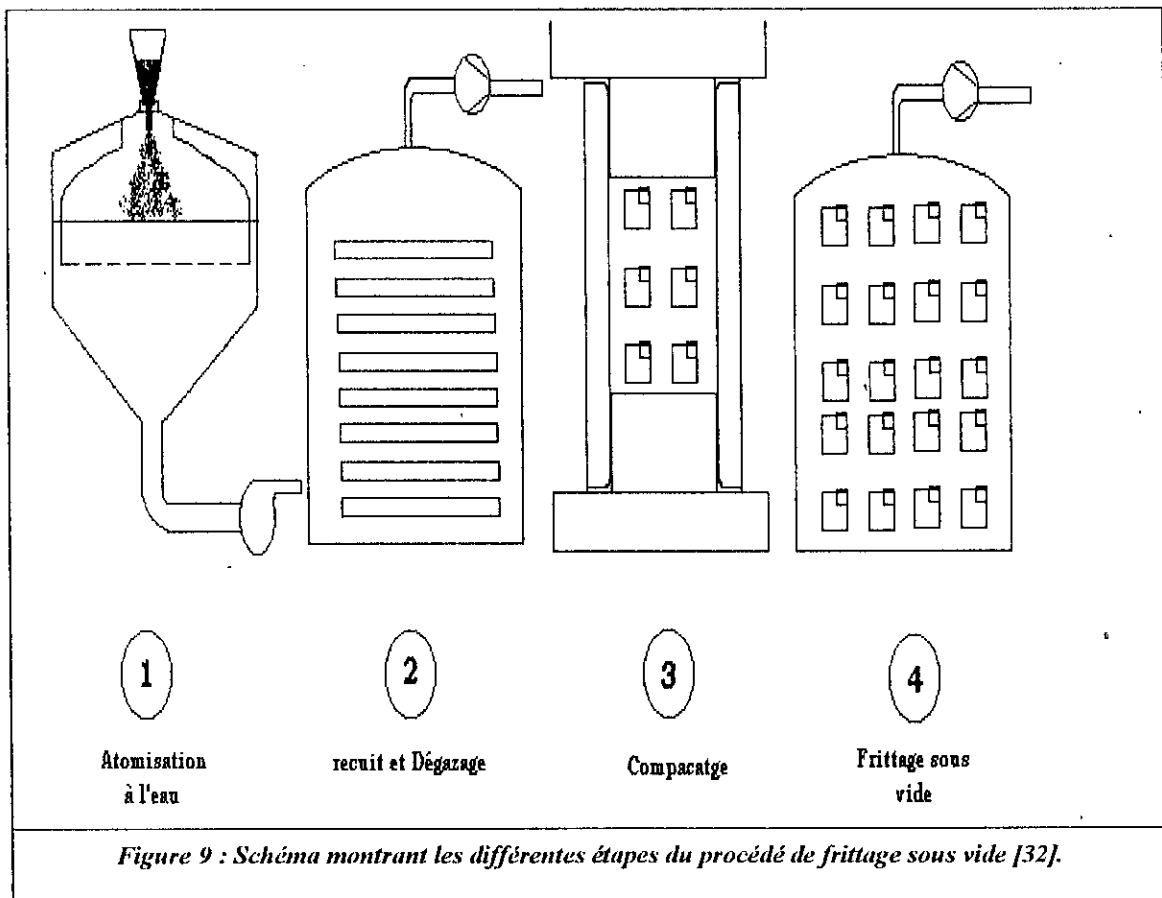
Il existe beaucoup d'usines qui utilisent la technique HIP aux USA, en Suède et au Japon. Les produits sont en forme de Billettes de l'ordre de quelques 400 à 9100 Kg [32].

### 2.3.2.2. Procédé «STAMP».

Le coût élevé des aciers rapides fabriqués par le procédé HIP a encouragé le développement d'autres techniques avec des coûts moins élevés. Le procédé appelé (STAMP) (ou High Pressure Compaction and Hot Working) utilise des poudres produites par atomiseurs à gaz horizontaux ce qui réduit le coût. De la même façon comme pour le procédé HIP les canettes (Figure 8) sont scellées par soudage puis préchauffées pour dégazage. Les canettes dégazées sont transférées sur une presse spéciale, où une haute pression de 4000 bars environ est appliquée simultanément avec un chauffage à une température entre 1100 et 1200°C, pendant 5 minutes. La pression est transmise par

l'intermédiaire d'une poudre thermiquement stable et facilement déformable qui est de faible conductivité thermique. L'outillage de la presse reste plus au moins froid grâce à cette poudre ainsi qu'au cycle du frittage très court. Les produits atteignent une densité complète au bout de 5 minutes seulement. En général, les canettes consolidées sont par la suite forgées à chaud. Le procédé (STAMP) constitue donc une variante intéressante du procédé HIP.

Des usines pilotes, utilisant le procédé (STAMP), permettant une capacité de production de 800 tonnes par année, ont été créés en Suède [29,32].

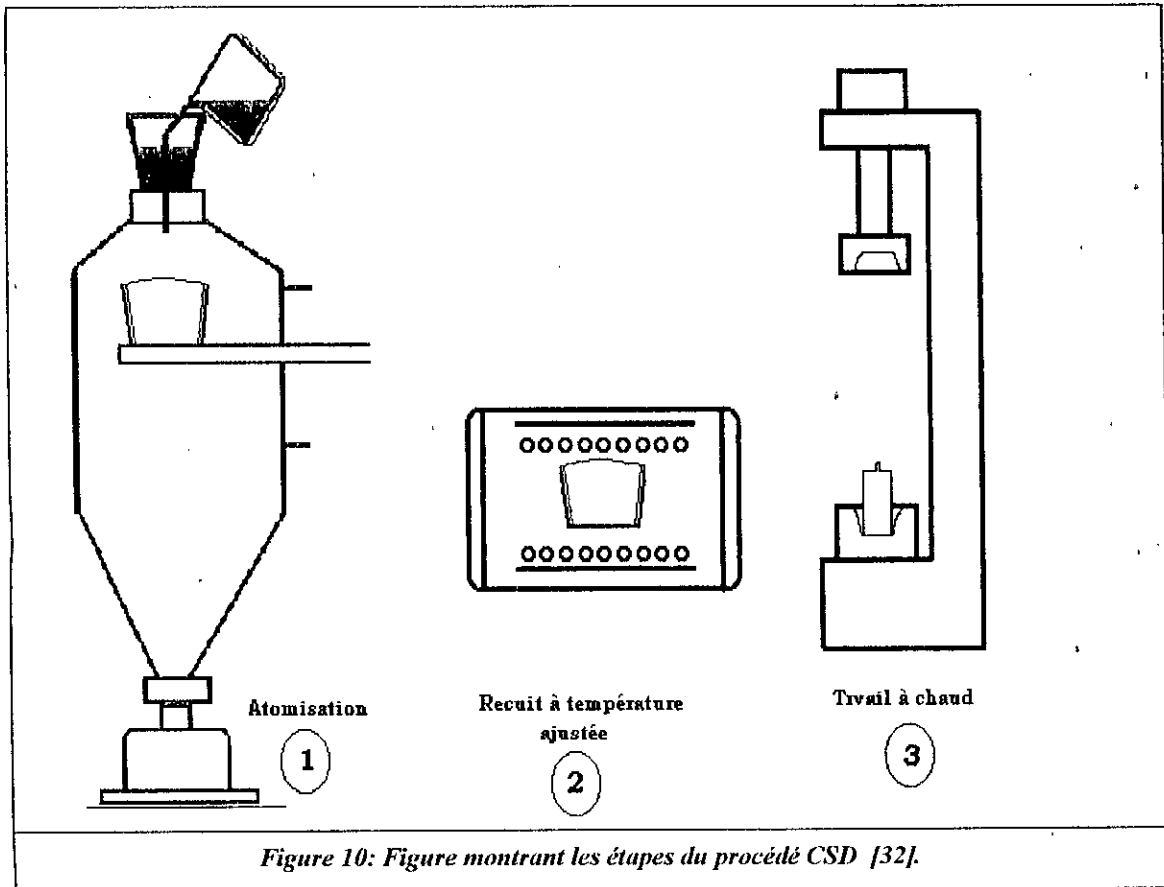


### 2.3.2.3. Frittage sous vide des pièces mécaniques.

La poudre atomisée à l'eau qui est de forme irrégulière est recuite afin d'améliorer sa compressibilité ensuite compactée à froid, par compactage isostatique ou axial. Les pressions de compactage utilisées peuvent aller de 400 jusqu'à 800 MPa. Les comprimés verts sont ensuite frittés sous vide à une température de 1250°C (pour l'acier rapide T15) (Figure 9) Un temps de frittage adéquat permet d'atteindre la densité théorique. Le choix de la température est basé sur une étude d'optimisation des phénomènes de grossissement des grains et du taux de densification [29,35,36].

### 2.3.2.4. Déposition par pulvérisation contrôlée «CSD».

Le métal liquide est pulvérisé par un gaz d'azote dans une chambre d'atomisation. Les gouttelettes liquides pulvérisées par un jet d'azote, se solidifient sur un substrat, après un court parcours de l'ordre de quelques millimètres (Figure 10) . Après un temps contrôlé une succession de couches uniformes est formée sur la cible. Le matériau déposé présente une bonne uniformité et une densité élevée de 95 à 99%. L'épaisseur du matériau déposé ne doit pas dépasser les 100 millimètres [29,32].



### 2.3.2.5. Forgeage des poudres.

Dans ce procédé on peut utiliser les poudres de forme régulière et de forme irrégulière. Généralement, la poudre régulière est transférée dans des canettes, dégazée sous vide ensuite travaillée dans des matrices à chaud. Par contre, pour les billettes qui dépassent 10 Kg, seule la poudre de forme irrégulière peut être utilisée puisqu'elle a une résistance à vert suffisante, ce qui n'impose pas l'utilisation des canettes. Cependant, les billettes sans canettes subissent une oxydation et une décarburation superficielle pendant le préchauffage et retiennent une légère porosité locale due au refroidissement rapide de ces dernières dans les matrices. Cette technique est moins utilisée dans la pratique industrielle [32].

### 2.3.2.6. Procédé d'extrusion des poudres.

Ce procédé utilise au choix des poudres produites par des atomiseurs à gaz ou par des atomiseurs à l'eau [37,38].

Dans le cas des poudres de forme régulière issues des atomiseurs à gaz verticaux, la poudre est transférée dans des canettes qui sont évacuées dans des fours de préchauffage ensuite extrudées. Lorsque les canettes sont forcées à travers une filière, elles sont déformées mécaniquement et par conséquent il y a consolidation et densification de la poudre [39]. En général, on utilise le verre comme lubrifiant dans l'opération d'extrusion (Figure 11) [40].

Dans le cas des poudres irrégulières issues des atomiseurs à l'eau, la poudre est placée dans des moules en caoutchouc pour compactage isostatique à froid en forme de billettes ensuite préchauffées sous atmosphère soit réductrice soit protectrice contre l'oxydation. L'extrusion a lieu entre 1100 e 1200°C. La densité complète est atteinte pour des rapports d'extrusion de l'ordre de dix sur un.

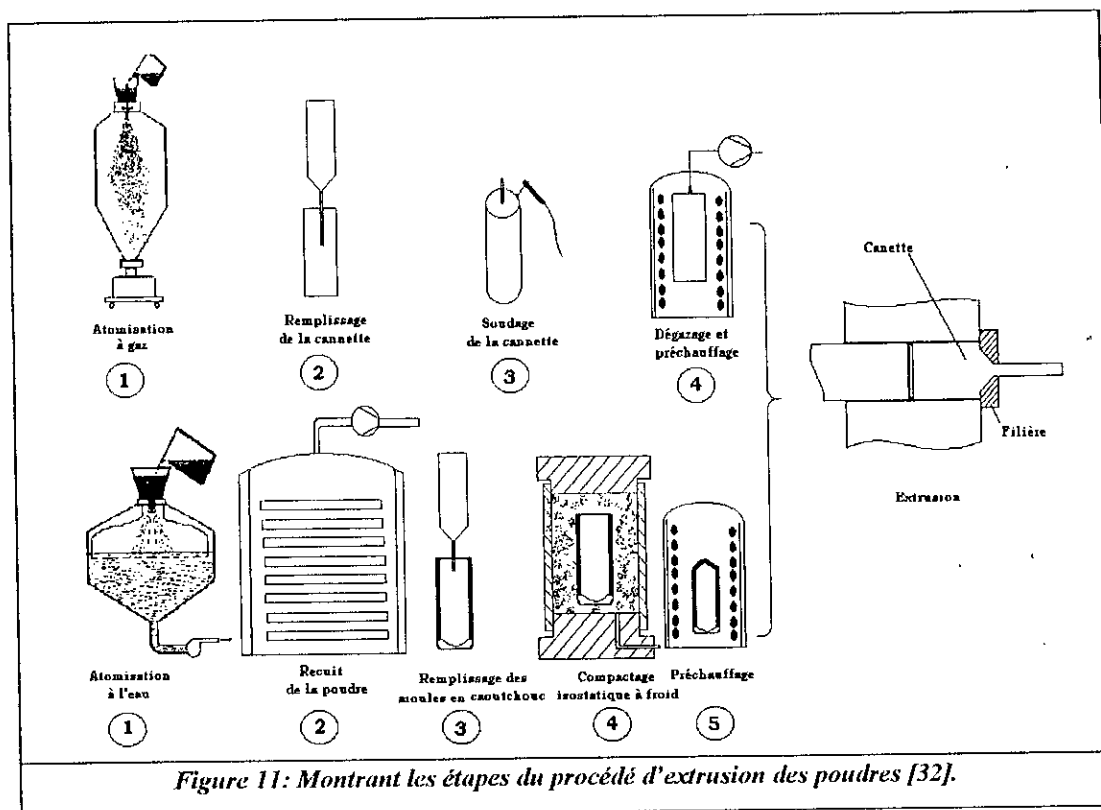


Figure 11: Montrant les étapes du procédé d'extrusion des poudres [32].

### 2.3.2.7. Procédé «CAP».

C'est un procédé qui a été développé dans le but de réduire les coûts de production. Il a été breveté par Black et al. en 1980 [67]. C'est un procédé qui a été proposé comme alternative au procédé HIP qui est caractérisé par son coût élevé. Le procédé de Consolidation par Pression Atmosphérique ou procédé (CAP) a été utilisé pour la fabrication des aciers à outils et des superalliages à base de poudres préparées par atomisation à gaz, et des fois même à base de poudres préparées par le procédé d'électrode tournante et le procédé d'atomisation centrifuge [41].

La poudre utilisée doit être de préférence atomisée à gaz de haute qualité, de très faible contenu en oxygène, de forme sphérique et de granulométrie de -100 mesh [41]. Cette dernière est mélangée, dans des mélangeurs, avec des ajouts activants en faibles quantités tel que l'acide borique  $H_3BO_3$  dans le méthanol. Ce traitement permet de réduire l'effet nuisible de la couche d'oxyde pour la diffusion lors du frittage. Le méthanol, est complètement évaporé par un léger préchauffage sous vide en laissant une fine couche uniforme d'acide borique sur chaque particule de poudre (Figure 12). La présence de ces ajouts n'affecte pas les propriétés mécaniques de l'acier à outils rapide puisqu'ils sont introduits en quantités très faibles. Le choix de l'ajout utilisé dépend de l'alliage à fritter [42].

La poudre traitée est ensuite transférée dans un moule en verre se terminant avec une extrémité longue. La composition du verre doit être soigneusement choisie en fonction des propriétés de coulabilité aux hautes températures. En général, on utilise un verre borosilicaté (Pyrex ou Kimax) [32,39,41,43,44].

La poudre est dégazée en connectant l'extrémité du moule avec une pompe à vide et en portant la poudre à une température d'environ 450°C. Cette opération permet d'éliminer les produits volatils, les gaz et l'humidité retenus dans la poudre [32,43]. Après une durée suffisante de dégazage, le tube en

verre est soudé sur le coude en le portant à la température de ramollissement et en détachant la partie qui contient la poudre du tube (capsule). La capsule obtenue est placée dans un creuset réfractaire et se trouve entourée par du sable [43] ou par une poudre de graphite coulable [32]. Le sable ou le graphite utilisés permettent de maintenir les capsules dans leurs positions initiales, même après un retrait significatif.

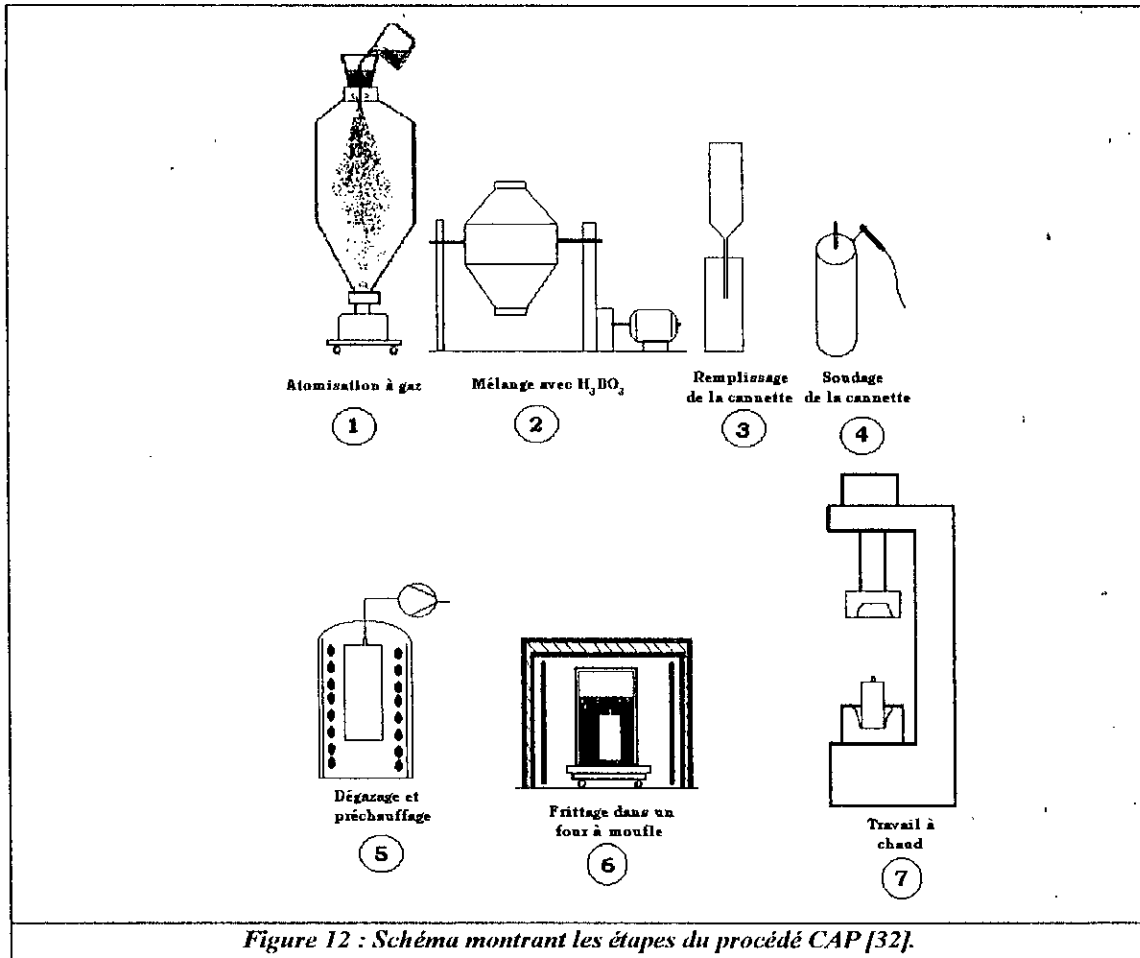


Figure 12 : Schéma montrant les étapes du procédé CAP [32].

Les creusets sont placés dans des fours à moufle standards, sous atmosphère d'air ambiant à  $1200^{\circ}\text{C}$ . Pendant le traitement de frittage, le verre se ramollit et se déforme plastiquement sous l'effet de la pression atmosphérique. La poudre se consolide et se densifie sous l'effet de la pression atmosphérique et sous l'effet des processus diffusionnels. Les ajouts activants permettent d'accélérer la vitesse de densification. On produit ainsi des billettes de densités de l'ordre de 95 à 99%. Lors du refroidissement et sous l'effet de la différence des coefficients de dilatation, le verre se décolle spontanément vers  $300$  à  $315^{\circ}\text{C}$  [32,41]. Préalablement au travail à chaud, la surface est nettoyée par une opération de sablage.

Les pièces obtenues sont transférées pour le travail à chaud afin d'atteindre la densité complète, par forgeage à chaud, par extrusion à chaud ou par laminage à chaud. Une réduction de 30 à 40%, lors de la déformation à chaud, est généralement suffisante pour atteindre la densité complète [32,41].

L'avantage principal de cette technique est le coût faible des équipements et des opérations ainsi que la simplicité du procédé qui utilise un four à moufle standard. Cependant, les autres procédés nécessitent beaucoup d'équipements complexes qui assurent une très grande pression et une atmosphère protectrice à haute température, ce qui augmente le prix de l'investissement. De plus, le procédé (CAP) présente un coût plus faible à cause du prix de revient du moule préparé en verre à l'opposé des autres procédés (HIP, Extrusion,...) où on utilise de hautes pressions et des canettes.

métalliques qui nécessitent une mise en forme et un soudage suivi par un contrôle d'étanchéité. la surface interne du moule en verre est plus propre. Le décollage spontané du moule lors du refroidissement, dans le cas de ce procédé, présente un autre avantage, puisqu'il ne nécessite pas d'autres opérations d'usinage ou de meulage ou autres pour le démoulage [42].

### Pénétration du verre

Lors du frittage par le procédé (CAP), le phénomène de pénétration peut être observé, puisqu'on a affaire à un échantillon initialement poreux. L'étude de *Kasser* a révélé l'effet du temps et de la température sur la profondeur de pénétration [43]. Il a trouvé une pénétration maximale jusqu'au centre de l'échantillon pour une température de 1200°C, et a remarqué que la pénétration est minimale pour 1250 et 1100°C (voir la Figure 13). Ce phénomène a été expliqué par la compétition de deux phénomènes antagonistes: l'augmentation de la viscosité du verre (favorisant la pénétration) avec l'augmentation de la température et l'augmentation de la vitesse de densification (inhibant la pénétration).

A la fin du cycle de frittage, la présence d'une couche de verre sur l'échantillon présente un avantage lors du travail à chaud (afin d'atteindre les densités complètes). En effet, le verre constitue un lubrifiant aux hautes températures.

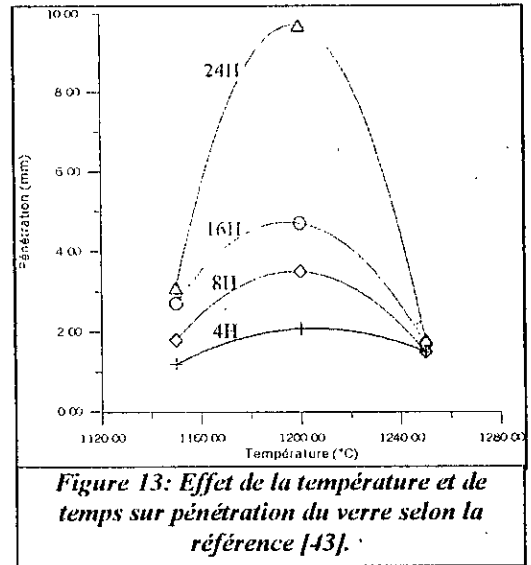


Figure 13: Effet de la température et de temps sur pénétration du verre selon la référence [43].

## 3. LES TRAITEMENTS THERMIQUES DES ACIERS RAPIDES.

Les traitements thermiques des aciers à outils rapides constituent une opération primordiale qui doit être menée avec soin afin de pouvoir transformer la structure ferritique d'équilibre en une matrice riche en carbures durs qui attribuent les meilleures caractéristiques mécaniques à l'outil [29].

A l'échelle industrielle les traitements thermiques des aciers rapides sont menés selon le schéma suivant: préchauffage, Austénisation, trempe et enfin revenu (voir *annexe C*).

### 3.1. Préchauffage.

Le traitement de préchauffage ne joue pas un grand rôle dans l'amélioration des propriétés mécaniques. Toutefois ce traitement permet de [29]:

- Réduire les chocs thermiques. Par conséquent, la distorsion et la fissuration sont évitées surtout pour les pièces austénisées aux hautes températures. De plus, ce traitement permet de relaxer les contraintes résiduelles.
- Il augmente la productivité des équipements en diminuant le temps nécessaire pour le traitement thermique.
- Il permet, lorsque le four ne travaille pas sous atmosphère neutre, de diminuer la décarburation et la décarburation superficielle de l'acier rapide qui peut apparaître au cours du chauffage.

Ce dernier traitement n'est pas recommandé pour les petites pièces et celles de formes simples. En général, pour l'acier T15 ce traitement est conduit à une température entre 730° et 845°C. la durée de maintien varie en fonction de la section de la pièce traitée : 1 heure pour les pièces de faibles sections et 4 heures pour les pièces de grandes sections. La dureté résultant de ce traitement varie de 241 à 577 HB [29].

### 3.2. L'austénisation.

L'austénisation est une opération absolument nécessaire pour pouvoir obtenir un durcissement par trempe. De plus, l'acier à outil se trouve souvent dans un état de contraintes résiduelles élevées avec



une faible ductilité, suite au refroidissement rapide des lingots ou suite aux opérations de travail à chaud [29,30].

La Figure 14 montre le diagramme TTT de l'acier rapide T1. Ce diagramme est pratiquement typique pour toutes les autres nuances d'aciers rapides avec des différences près dans l'échelle des températures [30].

Les propriétés des aciers rapides dépendent du taux de dissolution des carbures complexes alliés présents dans la matrice. Les carbures alliés ne peuvent être dissous en taux appréciables qu'à une température d'austénisation élevée très proche de la température de fusion (28 à 56°C au-dessous de la température de fusion). L'austénisation de l'acier T15 s'effectue dans l'intervalle de température entre 1205° et 1260°C, pour une durée de maintien courte de 2 à 5 minutes.

Suite à l'augmentation de la température d'austénisation, la plupart des éléments d'alliage passent en solution, une grande quantité d'austénite est retenue à l'ambiante par la diminution du point de transformation  $M_s$ . Par conséquent, la dureté à froid de la structure après trempe diminue.

Le temps d'austénisation recommandé varie approximativement de 2 à 6 minutes, selon la composition de l'acier rapide, de la forme de l'outil et de sa section transversale [29].

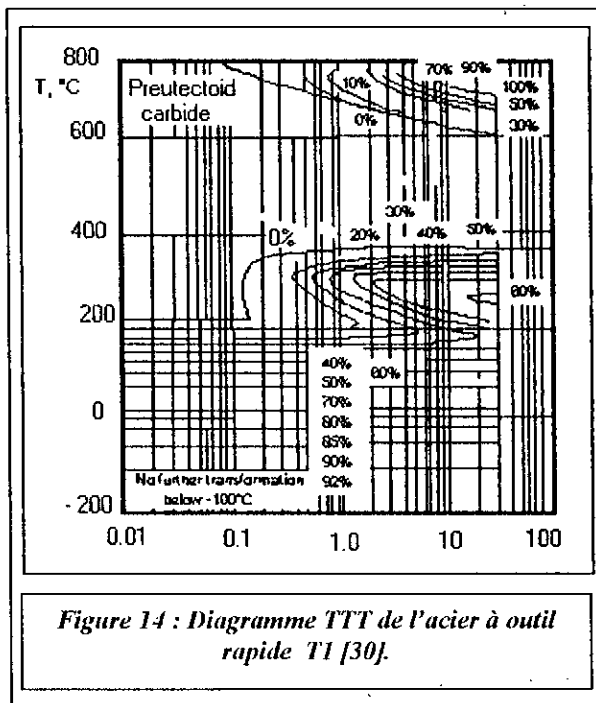


Figure 14 : Diagramme TTT de l'acier à outil rapide T1 [30].

### 3.3. La Trempe.

La trempe est l'opération de refroidissement qui vise à transformer l'austénite de haute température en une structure martensitique très dure. La vitesse de refroidissement doit être contrôlée afin de contrôler les propriétés finales de l'acier rapide. Le refroidissement peut être conduit en forme d'une trempe étagée ; trempe dans un bain d'huile (ou un bain de sel fondu) à une température entre 540 et 650°C avec un maintien relativement long, suivie par une trempe à l'air jusqu'à la température ambiante. La trempe à l'air peut réussir seulement avec les pièces de faibles dimensions.

Parfois, après trempe jusqu'à la température ambiante, l'acier est ramené à une température inférieure à zéro afin de réduire l'austénite résiduelle. Cela conduit à des distorsions et à l'apparition des fissures sous l'effet des contraintes résiduelles.

### 3.4. Le Revenu.

Le revenu permet de modifier la microstructure de l'outil trempé afin d'assurer un compromis entre la résistance, la ténacité et la dureté. La microstructure de l'outil trempé est constituée de l'austénite résiduelle, de la martensite et des carbures. Le revenu permet alors d'augmenter la dureté ainsi que la ténacité en permettant la transformation de l'austénite résiduelle et en provoquant une précipitation des carbures alliés très durs. Il permet aussi d'éviter le risque de fissuration sous l'effet des contraintes résiduelles.

La Figure 15 permet de mettre en évidence l'effet du durcissement secondaire pendant le revenu à des

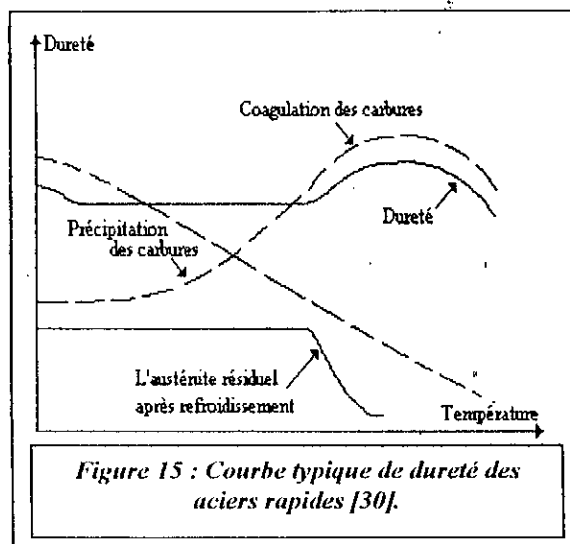


Figure 15 : Courbe typique de dureté des aciers rapides [30].

températures variables. Le pic de dureté est observé entre les températures de 525 et 575°C [30] et peut correspondre à une dureté de 70 HRC. D'après cette courbe, la chute de dureté n'est observée qu'au-delà de 600°C. ce qui attribut à l'acier sa dureté à chaud.

Le mécanisme de durcissement tel que c'est montré par la Figure 15 peut être expliqué par la compétition de deux phénomènes antagonistes : la décomposition de la martensite qui diminue la dureté et la précipitation des carbures qui améliore sensiblement la dureté. La diminution de la dureté au-delà du pic est attribuée à la perte de la cohérence des précipités. De plus la déstabilisation de l'austénite résiduelle (formée avant trempe) par précipitation des carbures provoque la transformation de cette dernière en martensite [30].

Il est désirable de transformer toute la fraction de l'austénite résiduelle afin d'assurer un maximum de dureté, une bonne ténacité et une faible distorsion durant le service. Ceci peut être facilement accompli par un traitement de revenu en plusieurs cycles courts plutôt qu'avec un seul cycle long. Pour l'acier rapide T15, le revenu doit être effectué en plusieurs cycles (2 à 4 cycles) avec un temps de maintien entre 2 et 4 heures dans l'intervalle des températures de 540° à 640°C [29]. Le premier cycle de revenu permet de transformer une fraction importante de l'austénite résiduelle. Le second, et parfois le troisième cycle, permettent de décomposer la martensite [30].

#### **4. LES TRAITEMENTS SUPERFICIELS DES ACIERS RAPIDES.**

La plupart des traitements superficiels sont utilisés dans le but d'augmenter la dureté superficielle et/ou la résistance à l'usure et d'améliorer la résistance à la corrosion de l'acier rapide [29]. Il existe une large variété de traitements superficiels pour les aciers rapides.

Dans ces traitements on choisit l'atmosphère adéquate pour que la réaction donne lieu au revêtement voulu. Ces types de réactions peuvent impliquer l'interaction du matériau avec d'autres éléments qui sont en contact avec la surface: c'est le cas de la nitruration, la boruration, l'oxydation et autres. Comme elles peuvent aussi impliquer des interactions entre les réactifs qui se trouvent dans l'atmosphère, proche de la surface pour former des dépôts tels que le carbure de titane ou un nitrure sans interaction avec le substrat; c'est le cas dans les procédés de déposition en phases vapeurs. Cependant il existe d'autres traitements qui ne font intervenir aucune réaction chimique telle que l'implantation ionique [30]. Les traitements superficiels peuvent être classés en deux classes selon leurs applications :

- les traitements de durcissement donnant lieu à une couche de diffusion dont la dureté est nettement supérieure à celle du cœur de l'outil,
- les traitements de revêtement qui permettent de déposer une couche qui confère à la pièce une résistance à la corrosion, à l'usure, ..etc.

##### **4.1. Les Traitements de Durcissement Superficiels.**

###### **4.1.1. Procédé «Toyota Diffusion».**

Ce procédé qui a paru au début des années 70 a été développé dans le but de produire un film à base de carbures d'éléments d'alliages qui rentrent dans la composition de l'acier rapide tels que les carbures de vanadium, de titane, de niobium ou de chrome.

Les pièces sont dégraissées, immergées dans un bain de composition donnée, pour une durée spécifique, ensuite trempées et revenues et enfin rincées afin d'éliminer les sels résiduels. La composition des bains est généralement formée de ferro-alliages avec les éléments formant les carbures tels que le vanadium, le niobium et le chrome. La température des bains doit être choisie en fonction de la température d'austénisation de la pièce à traiter.

Ce traitement est utilisé dans le cas des aciers à outils contenant 0.3%C et plus ainsi que dans le cas des aciers rapides.

###### **4.1.2. La Nitruration.**

C'est l'un des traitements les plus utilisés pour le durcissement superficiel. Elle est destinée pour les applications où la température de service n'excède pas 565 à 595°C. Les aciers utilisés pour la

fabrication des matrices constituent le domaine d'application le plus important de la nitruration, où la résistance mécanique et la résistance à l'usure sont plus importants que la résilience. La température de traitement varie entre 495 et 565°C. La dureté et la profondeur de la couche nitrurée dépend du temps de traitement et de la composition chimique de l'acier traité [29].

#### 4.1.2.1. Nitruration Gazeuse.

Le traitement est conduit à 520°C dans une atmosphère d'ammoniac [30]. A cause de la formation d'une couche fragile (couche blanche riche en azote), la profondeur de la couche de diffusion reste faible (0.1 mm) [29,30].

Ce traitement est généralement utilisé dans les aciers à outils pour le travail à chaud (5%Cr) tels que le H11, H12 et le H13, ainsi que pour les aciers à outils autotrepants tels que le A2, le A6, le D2, le D3 et le S7 [29,30].

#### 4.1.2.2. Nitruration Liquide.

Elle est conduite à des températures entre 510 et 585°C dans des bains de sels formés de proportions variables de potassium et de sodium (cyanide), de carbonates de sodium, de carbonates de potassium et de chlorures de potassium qui contiennent les atomes d'azote et de carbone.

Ce traitement est utilisé pour les aciers à outils de taux de carbone élevé, les aciers à outils au chrome utilisé pour le travail à froid et les aciers à outils pour le travail à chaud.

La nitruration liquide est préférée par rapport à la nitruration gazeuse, dans le cas des aciers à outils de coupe rapides, puisqu'elle permet de produire une meilleure ductilité avec une concentration en azote plus faible. La nitruration liquide permet d'augmenter la durée de vie de l'acier rapide grâce à la qualité de la surface développée (dureté élevée, résistance à l'usure et faible coefficient de friction) pour les deux raisons suivantes : La dureté élevée de la surface avec sa résistance à l'usure permet de protéger l'outil contre l'usure. De plus, le faible coefficient de friction permet d'éviter l'élévation de la température de l'outil au contact de la pièce à usiner [29,30].

#### 4.1.2.3. Nitruration sous Plasma.

Dans une enceinte sous vide, une grande différence de potentiel (entre 100 et 1500 Volts) permet de produire un plasma à travers lequel, des ions d'azote sont projetés sur le substrat. Ce bombardement permet de chauffer la pièce, nettoyer la surface et activer la diffusion de l'azote dans le substrat. En contrôlant la pression d'azote dans l'enceinte (de 0.1 à 1 KPa), on peut contrôler ou éliminer la couche blanche riche en azote. La durée de traitement est très courte, la température est inférieure à 350°C [29,30].

Ce traitement est utilisé dans le cas des aciers à outils rapides de types T et M, les aciers à outils pour travail à froid de types A et D, et les aciers à outils pour travail à chaud de type H [29].

#### 4.1.3. La Cémentation.

Ce procédé peut être réalisé de différentes manières, mais en général le principe consiste à chauffer la pièce à une température d'austénisation dans une enceinte sous vide de 1 torr, en présence de solides, de liquides ou de gaz carbonatés, durant un temps prédéterminé (10 à 60 minutes). L'enceinte est ensuite évacuée une deuxième fois pour permettre au carbone de diffuser vers l'intérieur. Le temps de maintien permet de contrôler la profondeur et le taux en carbone. La profondeur doit être aussi faible que possible afin d'éviter la fragilisation. Une température de traitement de 930°C paraît très favorable puisqu'elle permet d'avoir une microstructure fine.

Généralement les aciers rapides cémentés trouvent des domaines d'application limités à cause de leur taux de carbone relativement élevé. Ce traitement est donc limité aux aciers à outils aux taux de carbone inférieurs à 0.35% tel que le H12 par exemple. Par contre, il est déconseillé dans le cas des aciers rapides à cause de cette fragilisation. Cependant, il est autorisé dans le cas des pièces travaillant dans des conditions où il y a absence de chocs mécaniques ou concentration des contraintes comme le cas de certains aciers rapides pour matrices de travail à froid [29,30].

#### 4.1.4. La Boruration.

Le procédé de boruration consiste à permettre la diffusion des atomes de bore provenant de liquide, solide ou gaz ou d'une atmosphère plasma qui entoure la pièce à traiter, afin de créer une couche très dure de borures qui possède une grande résistance à l'usure. En général, ce traitement est conduit à des températures entre 800 et 900°C pour une durée de 1 à 6 heures, donnant lieu à des couches de 13 à 130µm. Il est utilisé dans le cas des aciers à outils tels que les types A2, A6, D2, D6, H10, H11, O2 [29,30].

### 4.2. Les Revêtements.

#### 4.2.1. Traitements de Sulfuration.

C'est un procédé électrolytique qui consiste à former une couche de sulfures de fer, obtenue en utilisant le (thiocyanates de sodium et de potassium) comme électrolyte. Ce traitement peut être utilisé pour tous les aciers qui ont subi un traitement superficiel

#### 4.2.2. Revêtements par Oxyde.

Ce traitement peut être réalisé soit dans un bain de nitrates alcalins ou par oxydation sous vapeur. Ce traitement est caractérisé par son faible coût. Ce revêtement permet d'augmenter la durée de vie de l'outil.

#### 4.2.3. Chromage Dur.

Ce traitement est réalisé par électrodéposition à partir d'une solution contenant le  $\text{CrO}_3$ . En plus de la dureté (850 à 1100 Hv), le dépôt réalisé présente une bonne résistance à la corrosion [29]. Différents types d'aciers à outils peuvent être chromés afin de minimiser l'usure, éviter le grippage, réduire la friction et éviter ou minimiser la corrosion.

#### 4.2.4. Nickelage (non électrolytique).

Ce traitement a été introduit comme alternative pour le chromage dur. Le dépôt de nickel se développe grâce à une réaction chimique de réduction. Dans le cas des aciers destinés pour la fabrication des matrices et moules, l'épaisseur varie de 15 à 50µm et la dureté de 500 à 600 Hv. Après traitement thermique provoquant un durcissement structural, la dureté du dépôt s'élève à 1100 Hv [29].

#### 4.2.5. Déposition Chimique de Vapeur «CVD».

Différents matériaux peuvent être déposés par ce procédé tels que : le chrome,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , TiC, CrC,  $\text{Fe}_4\text{N}$  et le TiN qui est le plus utilisé. Le procédé est conduit dans une chambre sous vide et utilise une haute température, généralement autour de 800°C, ce qui nécessite un traitement thermique de revenu après déposition. Les dépôts connus les plus résistants à l'usure sont ceux de TiC et de TiN, qui trouvent des applications dans les matrices de travail à chaud et les matrices de travail à froid en acier rapide [29].

#### 4.2.6. Déposition Physique de Vapeur «PVD».

Ce procédé possède l'avantage du fait que la température de traitement (entre 200 et 550°C) est inférieure à la température de revenu des aciers rapides, ce qui permet le traitement de surface sur des outils finis c'est-à-dire trempés et revenus [29,30]. Grâce au plasma formé, la réaction se fait entre l'atmosphère et des atomes ou ions d'un autre métal pour former le composé à déposer tels que le TiC ou le TiN ou encore le  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

### 5. Applications de l'acier à outils rapide T15.

La classe T des aciers rapides est caractérisée par leur résistance à chaud élevée et leur résistance à l'usure. La profondeur de trempe peut atteindre jusqu'à 75 mm. Leur dureté est de 65 HRC ou plus. L'acier à outil rapide T15 est l'acier le plus résistant à l'usure parmi les nuances de cette classe.

Une combinaison entre une bonne résistance à l'usure avec une grande dureté à chaud confère à cette classe d'acier une aptitude pour des applications de coupe particulières. Leur résilience leur permet de dépasser les carbures cémentés dans les applications de coupe discontinues.

Ces aciers sont utilisés pour la fabrication des forets, des alésoirs, des tarauds, des broches, ...etc. De plus, ils sont aussi utilisés dans la fabrication des matrices et des poinçons de compactage et des pièces qui doivent résister aux grandes charges et hautes températures (cas des pièces des pompes).

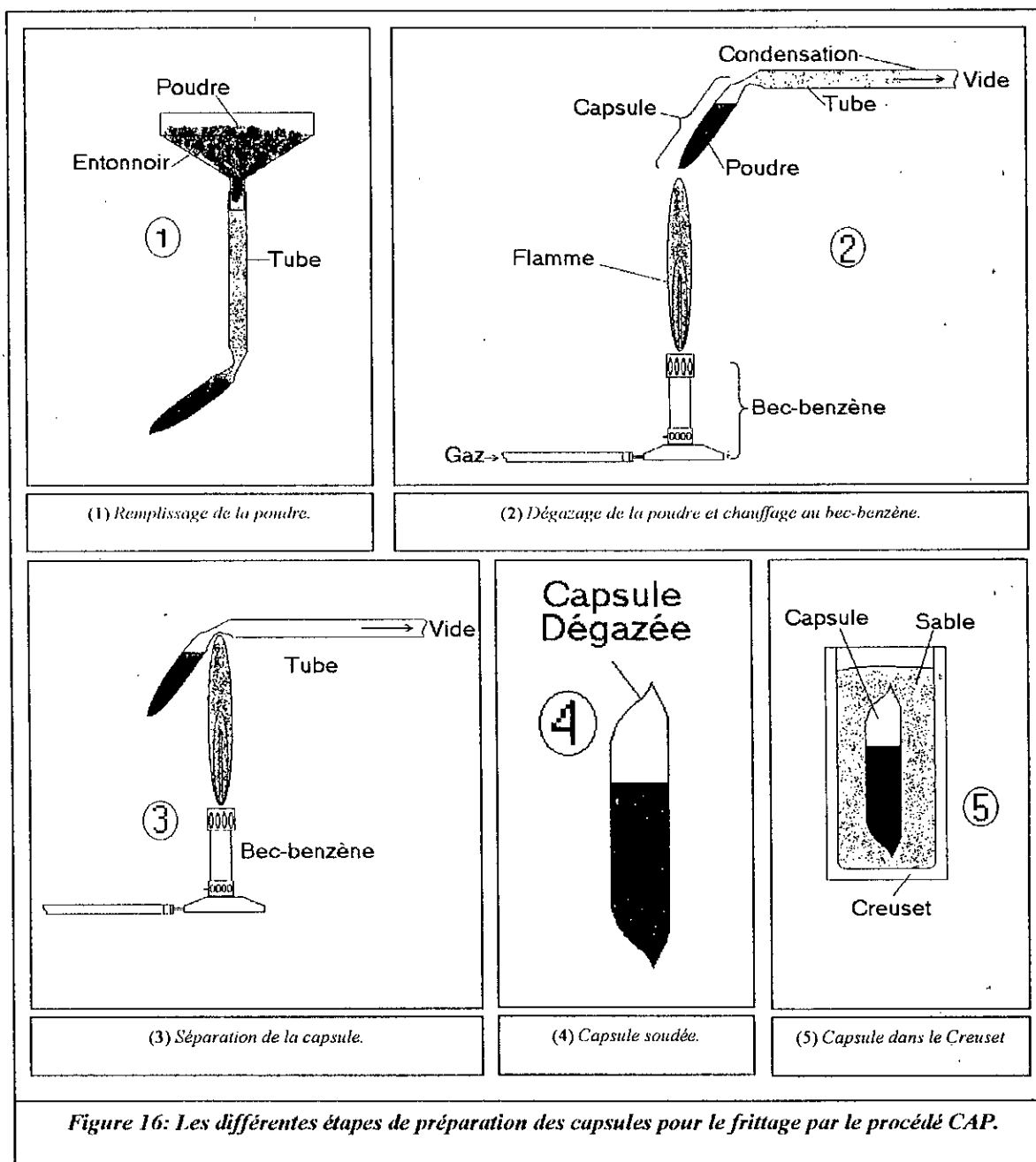
Les aciers de type T15 sont les plus adaptés pour l'usinage des matériaux aux hautes limites élastiques tels que les aciers traités, ainsi que pour l'usinage des matériaux où la résistance à l'usure est nécessaire tels que la fonte, le laiton, l'aluminium et les plastiques. Les forets fabriqués en aciers type T15 peuvent usiner des matériaux ordinaires à des vitesses de 15 à 100% supérieures à la moyenne.

Les outils type T15 à 5% de Vanadium sont spécialement souhaités pour la coupe des métaux et alliages où les aciers à haute résistance. Et particulièrement souhaités dans l'usinage de l'aluminium, l'acier inoxydable, les alliages austénitiques et les métaux réfractaires.

## Chapitre III TECHNIQUES ET METHODES EXPERIMENTALES.

### 1. INTRODUCTION.

Nous avons procédé au frittage d'une poudre atomisée à l'eau par le procédé de consolidation par pression atmosphérique (CAP). Après avoir confirmé que le procédé de frittage par le procédé (CAP) ne permet pas d'obtenir la densité complète à cause du problème de la pénétration du verre, nous avons opté pour une variante de ce dernier procédé déjà utilisée par les références [43] et [46] qui consiste à améliorer la densité initiale de la poudre avant frittage par compactage à froid. Le compactage permet d'augmenter la densité de la poudre et permet encore de réduire la taille des pores initiaux en augmentant le nombre de contacts par particule. A coté de cela, nous avons procédé à la caractérisation d'une poudre atomisée à gaz qui a été étudiée par la référence [43] dans le but d'injecter ses résultats



pour la validation du modèle de densification par le procédé (CAP) étudié dans le chapitre V.

Dans ce qui suit, nous allons présenter les détails du procédé d'élaboration ainsi que les techniques de caractérisation que nous avons utilisées.

## 2. Les techniques de préparation utilisées.

### 2.1. Mise en forme par compactage de la poudre.

Pour la mise en forme de la poudre irrégulière, nous avons utilisé une presse hydraulique qui permet de délivrer un effort de plus de 15 tonnes. La matrice possède un diamètre de 11,3 mm et une profondeur ajustable. L'effort est appliqué progressivement. Avant les opérations de compactage, nous avons procédé à la calibration des efforts de la presse à l'aide d'un dynamomètre (voir *annexe D*). Nous avons utilisé des pressions de compactage de 840, 560, 480, 400 et 280 MPa. Nous avons choisi une durée de maintien sous pression de l'ordre de 30 secondes.

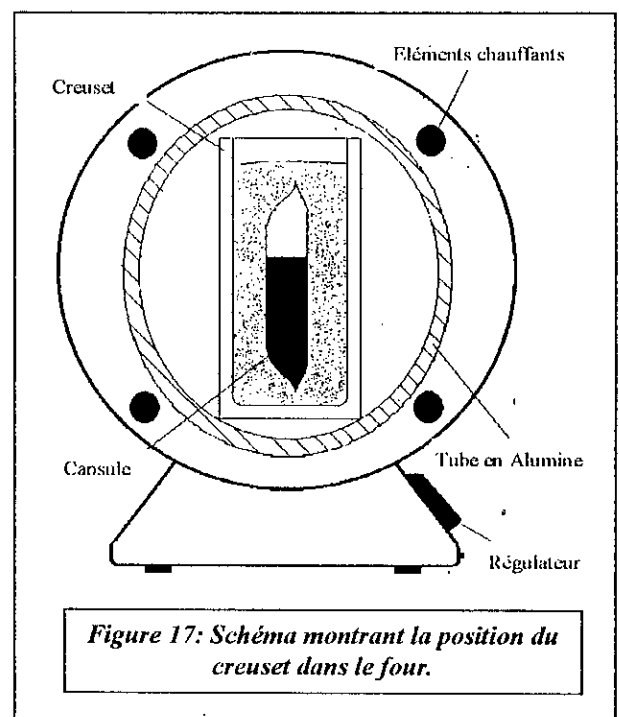
### 2.2. La préparation des capsules.

L'originalité du procédé (CAP) réside dans l'utilisation des capsules sous vide chose qui permet la transmission de la pression atmosphérique lors du frittage [32,43,47]. Les différentes étapes de préparation des capsules sont résumées dans la Figure 16 La poudre est dégazée en chauffant aux environs de 300C à l'aide d'un bec-benzène et en connectant l'extrémité non soudée du tube de verre à une pompe à vide, on peut atteindre des vides de l'ordre de  $10^{-3}$ torrs. Le soudage de l'extrémité du tube, à la fin de l'opération de dégazage, s'effectue grâce au bec-benzène. L'opération de dégazage est conduite dans le but de chasser l'air, les produits volatiles et l'humidité retenus dans l'échantillon ce qui permet d'améliorer la qualité du vide. Nous avons conduit cette opération pour une durée de 30 à 90mn au maximum, jusqu'à cessation de la condensation de vapeur sur la surface interne de l'extrémité froide du tube.

L'encapsulation présente les avantages suivants :

- Le dégazage des capsules permet d'éviter l'oxydation du matériau pendant le traitement du frittage. L'oxydation au niveau de la surface externe des particules constitue une barrière contre la diffusion et par conséquent elle inhibe la consolidation et la densification, pendant le frittage.
- L'opération d'encapsulation permet d'améliorer la densification en chassant l'air, l'humidité et les produits volatiles qui peuvent être piégés à l'intérieur des pores qui se ferment au dernier stade du frittage.
- Grâce au vide produit à l'intérieure des capsules, lorsque celles-ci sont portées à haute température, le verre fond et la pression atmosphérique est transmise aux particules induisant ainsi une contrainte aux points de contact ce qui accélère la densification.

Toutes les capsules sont préparées à base de verre du type Pyrex. Le choix de ce type de verre est justifié par sa bonne résistance aux chocs thermiques ce qui facilite sa mise en forme et aussi par ce qu'il se ramollit complètement aux températures de frittage choisies.



Il se trouve qu'à chaque fois que nous formons un cou sur le tube en verre par exposition directe à la flamme du bec-benzène, un film noir se dépose sur la surface interne du tube. Ce film noir commence à disparaître progressivement, une fois que le dégazage est déclenché. Ceci peut être expliqué par le fait que ce film provient de la décarburation superficielle de la poudre.

### 2.3. Frittage des capsules.

Les capsules préparées sont introduites dans des creusets élaborés en argiles puis entourées avec du sable silicieux (Figure 17). L'utilisation du sable permet d'accommoder le retrait dû à la densification par frittage qui peut être de l'ordre de 60 à 68% dans le cas de la poudre irrégulière utilisée (et de 32 à 43% dans le cas de la poudre sphérique voir les résultats de la caractérisation des densités libre et tassée). Le sable est un matériau thermiquement stable et permet de transmettre la pression atmosphérique à la capsule. Les creusets sont introduits dans un four à tube horizontal de marque (Carbolite). A la fin de l'opération du frittage ils sont refroidis à l'air libre jusqu'à la température ambiante.

Nous avons enregistré les observations suivantes sur quelques échantillons frittés:

- Nous avons observé une oxydation en volume de quelques échantillons frittés au-delà de 1200C, ceci peut être dû au mauvais dégazage de la capsule.
- Nous avons observé également la présence d'une oxydation partielle de quelques pastilles. Ceci peut être dû à l'effet de la gravitation, qui aux températures élevées, conduit à la diminution de l'épaisseur du verre par écoulement latéral provoquant ainsi une exposition du comprimé à l'air et conduisant par la suite à une oxydation locale.

### 2.4. Préparation des échantillons pour l'examen métallographique.

Afin d'obtenir une section longitudinale, après refroidissement à l'air ambiant, les échantillons sont nettoyés, puis usinés par abrasion à l'aide d'une meule. La section obtenue est polie mécaniquement, selon les procédures de préparation métallographiques classiques ASTM E-3 [48,49], à l'aide des papiers abrasifs de granulométries décroissantes: 120, 220, 400, 600 et 1000. Un polissage de finition à l'aide des pâtes diamantées 6 et 1 $\mu$ m, permet d'avoir une surface polie proche d'un miroir.

L'attaque chimique a fait l'objet d'une étude d'optimisation. En effet, pour révéler la microstructure, nous avons utilisé les réactifs cités dans le *Tableau 7* ci-dessous [49,50]. Pratiquement tous les réactifs révèlent les mêmes détails.

Réactifs	Compositions	Utilisations
Réactif 1	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 1.5ml CuCl<sub>2</sub></li> <li>• 33 ml Ethanol</li> <li>• 33 ml Eau</li> <li>• 33 ml HCl</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• (Kalling's N1) : Utilisé pour les aciers inoxydables martensitiques. La ferrite est colorée, la martensite sombre et l'austénite reste non attaquée.</li> </ul>
Réactif 2	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 4g acide picrique</li> <li>• 100 ml Ethanol</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• (PICRAL) : Recommandé pour les structures ferritiques contenant des carbures. Il ne révèle pas les joints ferritiques.</li> </ul>
Réactif 3	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 10 ml H<sub>2</sub>O<sub>2</sub></li> <li>• 20ml NaOH -10%</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Révèle les contours des carbures Fe<sub>2</sub>MoC, Mo<sub>2</sub>C, M<sub>6</sub>C et colore M<sub>6</sub>C.</li> </ul>
Réactif 4	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 20 ml HCl</li> <li>• 65 ml Ethanol</li> <li>• 15 ml eau</li> <li>• 1 g CuCl<sub>2</sub></li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• (Amberg) : Utilisé pour les aciers rapides et les aciers inoxydables martensitiques.</li> </ul>
Réactif 5	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 2 ou 5 ml Ethanol</li> <li>• 98 ou 95 HNO<sub>3</sub></li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• (NITAL) : C'est le réactif le plus répandu. Il révèle les joints de grains ferritiques.</li> </ul>

Tableau 7: Liste des réactifs d'attaques chimiques utilisés pour révéler la microstructure [53].



### 3. Techniques de caractérisation utilisées.

Nous avons procédé à trois types de caractérisations : la caractérisation des poudres, la caractérisation physique et métallographique des pastilles vertes et frittées et enfin la caractérisation mécanique pour les produits frittés.

#### 3.1. Caractérisation des poudres utilisées.

Nous avons caractérisé les deux types de poudres utilisées (sphérique et irrégulière) à travers la détermination des propriétés suivantes:

- La composition chimique.
- La distribution granulométrique.
- La surface spécifique.
- La densité en vrac.
- La densité tassée.

##### 3.1.1. Caractérisation chimique.

Nous avons procédé à l'analyse chimique des deux poudres utilisées par trois techniques d'analyse différentes: l'EDAX, l'activation neutronique et la fluorescence-X. Nous avons utilisé les techniques d'analyse par EDAX et par activation neutronique à titre qualitatif avant d'utiliser l'analyse par fluorescence-X à titre quantitatif.

Les résultats de l'analyse par fluorescence-X ont permis de confirmer que les deux types de poudre que nous avons utilisé appartiennent à la classe des aciers à outil rapide AISI : T15 (AFNOR : HS12-1-5-5 [45]). Le taux de carbone et des éléments à faibles numéros atomiques n'ont pas fait l'objet d'une analyse chimique.

##### 3.1.2. Caractérisation granulométrique.

L'analyse granulométrique a été effectuée par la technique de tamisage, ou une quantité normalisée de poudre est passée à travers une série de tamis placés, selon leurs tailles d'ouvertures, en ordre décroissant. La série des tamis est placée sur un équipement générateur de vibrations (en rotations et vibrations) pour aider la poudre à passer à travers les ouvertures des tamis. Les différentes fractions de la poudre récupérées dans chaque tamis sont pesées séparément dans une balance à ±0.01g et reportées en terme de pourcentages [7].

##### 3.1.3. Caractérisation de la surface spécifique.

La surface spécifique est calculée sur la base de la distribution granulométrique obtenue par tamisage. En effet la surface spécifique (en m<sup>2</sup>/g) peut être estimée grâce à la relation suivante [17]:

$$\sigma = \sum_1^n f_i \sigma_i \dots\dots\dots(13)$$

avec

$f_i$ : fraction massique (en %) de la poudre retenue dans le tamis d'ordre ( $i$ ),

$\sigma_i$ : surface spécifique de la fraction de poudre retenue dans le tamis d'ordre ( $i$ ) et qui est donnée par la relation suivante :

$$\sigma_i = \frac{6K_i}{\rho \phi_i} \dots\dots\dots(14)$$

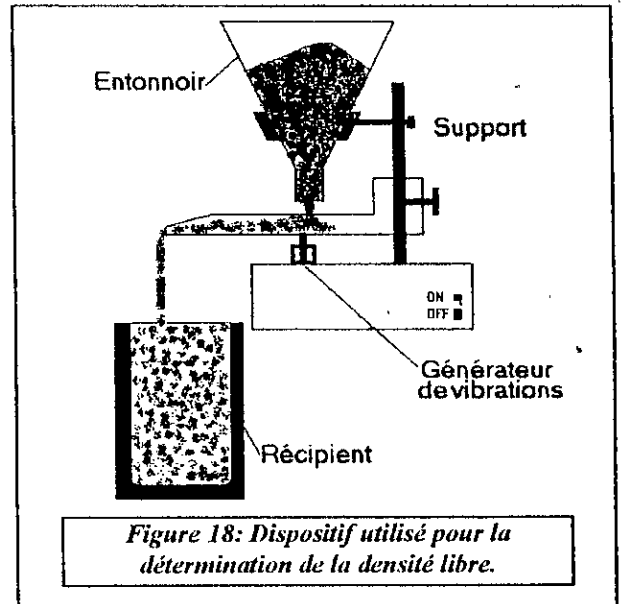
$\phi_i$ : taille moyenne de la fraction de poudre retenue dans le tamis d'ordre ( $i$ ), estimée par la somme des tailles du tamis où la poudre est retenue et celle de tamis d'ordre supérieur (en μm).

$K_i$ : facteur de forme des particules de la poudre retenue dans le tamis d'ordre ( $i$ ). Dans le cas de la poudre sphérique,  $K=1$ .

$\rho$ : densité théorique de matériau de la poudre caractérisée (g/cm<sup>3</sup>).

**3.1.4. Caractérisation de la densité libre.**

Nous avons procédé à la caractérisation de la densité libre [51] pour les deux types de poudre utilisée: sphérique et irrégulière. Nous avons utilisé un récipient de volume connu de  $10 \pm 0.2 \text{ cm}^3$ . La poudre coule à travers le trou de l'entonnoir (Figure 18) pour remplir le récipient jusqu'au débordement. L'entonnoir est fixé sur un bâti générateur de vibration afin d'assurer un bon écoulement même des poudres non coulables. L'excès de poudre est dégagé à l'aide d'une spatule afin que la quantité de poudre restante ait le volume exact du récipient. Une pesée avec tarage dans une balance analytique de précision  $\pm 0.0001\text{g}$  permet de déterminer la masse nette de la poudre ( $m$ ). La densité apparente (en %) est donc estimée en divisant la masse de la poudre par le volume du récipient ( $10 \text{ cm}^3$ ) puis par 8.19 qui est la densité théorique de l'acier rapide T15 [9].



$$D_{app}(\%) = \frac{m}{10.8,19} \times 100 \dots\dots\dots (14)$$

**3.1.5. Caractérisation de la densité tassée.**

L'intérêt de cette caractérisation est d'expliquer la différence entre la cinétique de densification dans le cas de la poudre sphérique et celle de forme irrégulière. De plus, les grandeurs de ces deux propriétés sont utilisées dans la modélisation du frittage. Pour cette caractérisation, nous avons utilisé l'appareil de mesure de la densité vibrée. Cette fois, la poudre est versée à travers l'entonnoir utilisé pour la mesure de la densité libre dans un tube en verre gradué de  $25 \text{ cm}^3$ . Le tube rempli est placé sur un système de fixation dans un générateur de vibrations dont le nombre de cycles de vibrations est programmé (Figure 19). La nouvelle densité est déterminée en divisant la masse de la poudre dans le tube gradué par le nouveau volume lu sur les graduations du tube.

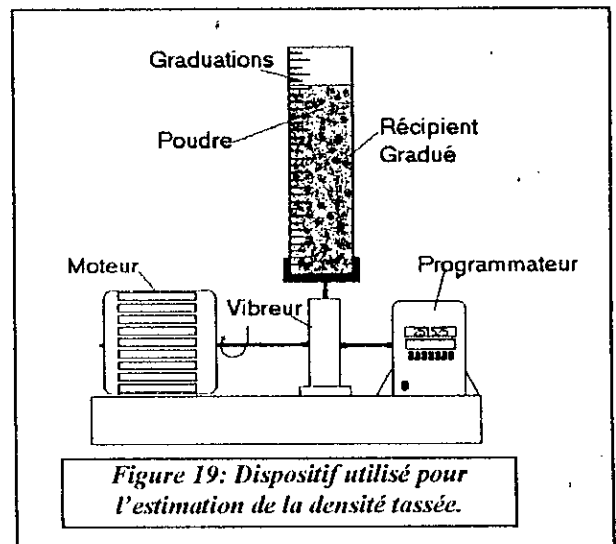
La densité tassée correspond à la densité maximale que la poudre peut atteindre sous l'effet de vibrations. Nous avons utilisé ce dernier appareil pour déterminer cette propriété en augmentant le nombre de cycles jusqu'à ce que le niveau de la poudre observe une stabilité [51].

**3.2. Caractérisations physiques et métallographiques des pastilles vertes et frittées.**

Vu le but de notre étude, nous nous sommes intéressés principalement aux propriétés de la densité, de la taille moyenne des pores, de la taille moyenne des grains et de la fraction volumique des carbures ainsi que de leur nature.

**3.2.1. Estimation de la densité verte des pastilles.**

Nous avons procédé à l'estimation de la densité verte des pastilles par deux méthodes différentes. La première est la méthode géométrique qui est une méthode rapide. Elle a été utilisée pour toutes les pastilles vertes. La deuxième méthode est la méthode d'immersion. Elle a été utilisée à titre de vérification pour un nombre limité de pastilles vertes.



3.2.1.1. Méthode géométrique .

Puisque les pastilles vertes que nous avons élaboré ont une forme cylindrique, nous avons pu estimé les densités vertes par une méthode géométrique [4]. Pour chaque pastille, nous avons procédé par la mesure de la masse (m) à l'aide d'une balance de précision de ±0.0001g. Ensuite nous avons mesuré la hauteur (H) et le diamètre (d) de la pastille à l'aide d'un micromètre donnant une précision de ±5µm. La densité verte est calculée par la formule suivante :

$$D = \frac{m}{V} = \frac{4.m}{\pi.d^2.H} \dots\dots\dots (15)$$

3.2.1.2.Méthode d'immersion dans l'eau.

A titre de vérification nous avons procédé à l'estimation de la densité verte de quelques pastilles par la méthode d'immersion dans l'eau.

La densité est déterminée en fonction de trois pesées différentes effectuées en trois étapes d'après ASTM-E112 [15]: la pesée de la pastille dans l'air juste après étuvage (A), la pesée de la pastille dans l'air juste après imprégnation par un scellant qui est en général, un solvant organique, (B) tels que le xylène, le toluène, l'huile de silicone, ..etc. et enfin la pesée dans l'eau (C) (voir Figure 3).

Le but de l'étuvage est de déterminer la masse nette de la pastille sans l'humidité. L'imprégnation permet d'empêcher la pénétration de l'eau dans la pastille à travers la porosité, pendant la pesée dans l'eau. L'eau peut être remplacée par n'importe quel liquide qui ne réagit ni avec la pastille ni avec le scellant et dont la masse volumique est connue avec précision en fonction de la température (généralement avec une précision de ±10<sup>-4</sup> g/cm<sup>3</sup>).

La densité est donnée par la formule suivante (voir la démonstration dans *annexe A*) :

$$D = \frac{A}{B - C} \frac{\rho_e}{D_{th}} \dots\dots\dots (16)$$

$\rho_e$  : est la densité de l'eau qui est sensible aux variations de la température.

$D_{th}$ : densité théorique du matériau de la pastille, soit 8.19 g/cm<sup>3</sup> pour l'acier rapide T15.

Pour le cas de nos pastilles, nous avons d'abord procédé par un étuvage à 150C, pendant 3 heures environs. A la sortie de l'étuve, les pastilles sont introduites dans un cristalliseur qui contient un silica-gel, afin d'éviter l'absorption de l'humidité pendant leur refroidissement. Toutes les pesées sont effectuées dans une balance d'une précision de ±0.0001g. Cette dernière est munie d'un système (densimètre) prévu pour la technique de pesée dans l'eau (Figure 20). L'imprégnation est effectuée par le xylène, en immergeant les pastilles dans un bêcher contenant une quantité de ce dernier, et le tout est introduit dans une chambre (une étuve) où on produit un vide primaire. Nous avons réalisé que le vide accélère et améliore la qualité d'imprégnation. La durée d'imprégnation est déterminée en fonction de l'arrêt de dégagement des bulles d'air observées à la surface du xylène. Pendant la pesée dans l'eau et à chaque mesure on prélève la température du liquide à l'aide d'un thermomètre d'une précision de 0.5C.

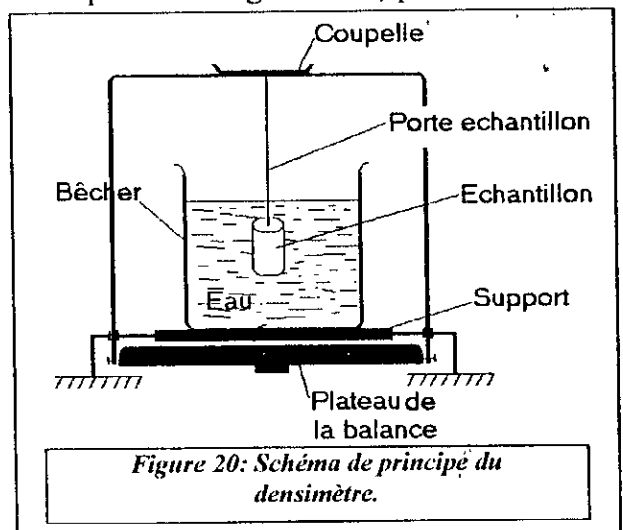


Figure 20: Schéma de principe du densimètre.

Pour tenir compte des effets de la tension superficielle, de la profondeur d'immersion, de la longueur du fil, ..etc., nous rajoutons à la densité **D** estimée par la formule (16) une correction globale **Correction** de 0.00255 g/cm<sup>3</sup>. L'erreur globale **δD** est ensuite calculée en tenant compte de la variation de

la température, de la précision de la pesée et du changement de la densité de l'eau dû à sa contamination par le xylène. Nous avons trouvé une erreur globale de  $0.003 \text{ g/cm}^3$ .

Donc la densité corrigée  $D_{\text{corrigée}}$  est donnée par (voir *annexe A*)

$$D_{\text{corrigée}} = \{D + C_{\text{correction}}\} \pm \delta D \dots\dots\dots (17)$$

### 3.2.2. Estimation de la densité frittée.

L'estimation de la densité frittée est la plus importante du point de vue procédé. Sa détermination par la méthode géométrique n'est pas valable, puisqu'on obtient des pastilles dont la forme s'éloigne plus ou moins de la forme cylindrique. Pour cette raison nous avons utilisé la méthode d'immersion dans l'eau.

#### 3.2.2.1. Méthode d'immersion.

Nous avons procédé à l'estimation de la densité des pastilles frittées par la méthode d'immersion dans les mêmes conditions et avec les mêmes détails que dans le cas des pastilles vertes. Cette méthode semble être la plus appropriée et la plus précise [53].

#### 3.2.3. Examen par microscopie optique et prise de photos.

Nous avons utilisé un microscope optique pour les différents examens métallographiques. La lentille de focalisation qui se trouve juste au-dessous de l'appareil photo produit un grossissement de 10X. Le grossissement global produit sur les micrographies obtenues est déterminé à l'aide d'une règle micrométrique graduée [52]. Conformément à la norme ASTM-E883 relative à la photomicrographie [42], le temps d'exposition a été optimisé grâce à un exposimètre automatique.

#### 3.2.4. Examen par microscopie électronique à balayage.

L'examen par le microscope électronique à balayage a été utilisé dans le but de confirmer la pénétration du verre à l'intérieur des échantillons préparés à base de la poudre irrégulière ainsi que pour l'examen de la forme des particules des poudres utilisées. De plus cet examen révèle l'existence d'une fraction de porosité qui n'est pas décelable par microscopie optique. Les tailles de ces pores sont bien inférieures à la résolution du microscope optique.

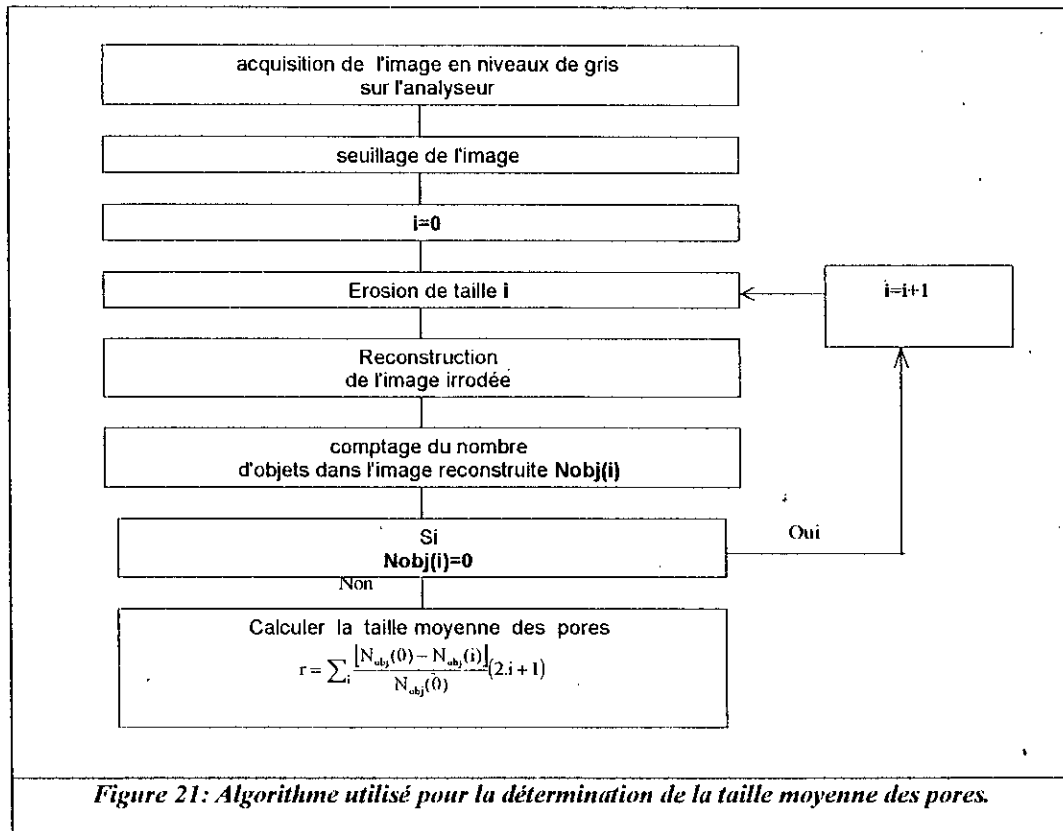
#### 3.2.5. Estimation de la taille moyenne des grains.

La taille moyenne des grains constitue une propriété importante qui aide à la compréhension des phénomènes du frittage. Pour cela, nous avons utilisé la méthode d'interception linéaire dite la méthode de Heyn qui est basée sur les concepts de la probabilité géométrique. Cette méthode consiste à compter le nombre de grains interceptés par une ou plusieurs lignes superposées sur la microstructure agrandie. Le choix de la longueur de la ligne et du grossissement utilisé doivent être combinés de sorte à avoir au minimum de 50 interceptions par plage. Les intersections sont comptées pour  $\frac{1}{2}$  lorsque la ligne est tangente à un joint de grain. De plus les intersections sur un joint triple sont comptées pour 1 et  $\frac{1}{2}$ . La méthode est décrite en détails par la norme ASTM-E112 [15]. Dans nos mesures nous avons utilisé un microscope optique équipé d'une platine micrométrique et d'un oculaire gradué. Le nombre d'interceptions est compté sur la marque de l'oculaire en déplaçant la platine porte échantillons à l'aide d'une vis micrométrique.

#### 3.2.6. Estimation de la taille moyenne des pores.

Pour la mesure de la taille moyenne des pores ( $r_{\text{moy}}$ ), nous avons utilisé la technique de l'ouverture géodésique. Cette technique consiste à mesurer le nombre d'objets disparus sur une image binaire suite à une séquence d'érosion-reconstruction de tailles allant de zéro jusqu'à disparition de tous les objets constituant l'image. Une érosion de taille donnée est un traitement mathématique qui permet d'éliminer une couche d'une épaisseur uniforme et égale à cette taille pour chaque objet présent sur l'image [54]. Suite au traitement d'érosion de taille ( $t$ ), les objets inférieurs à la taille ( $r = 2.t$ ) sont complètement éliminés de l'image. La reconstruction est un traitement qui permet de soustraire à l'image d'origine les objets disparus sous l'effet d'un traitement d'érosion. Sur la base de ce principe

nous avons élaboré un programme informatique (*annexe E*) selon l'organigramme présenté dans la Figure 21 qui permet de déterminer la distribution en taille des pores et permet l'estimation de la taille moyenne de ces derniers. Puisque nos échantillons sont assez uniformes, nous avons assimilé la taille moyenne des pores mesurée sur une section à deux dimensions à la taille moyenne mesurée à trois dimensions. Le programme traite des images monochromes (à deux couleurs), raison pour laquelle toutes les images en niveaux de gris (256 couleurs) acquises par la caméra sont transformées en images monochromes à deux couleurs à l'aide d'un traitement de seuillage.



## Chapitre IV

### RESULTATS ET DISCUSSIONS

#### 1. INTRODUCTION.

Le but de notre étude se résume à la révélation des effets des différents paramètres du procédé de frittage (CAP) sur les propriétés de l'acier rapide T15 fritté, en particulier: la densité et la taille moyenne des grains. Pour cela, nous avons élaboré plusieurs séries d'échantillons en variant à chaque fois un paramètre du procédé tels que la température, le temps et la pression.

Nous avons d'abord commencé par l'identification et la caractérisation de la poudre atomisée par l'eau, utilisée en déterminant sa composition chimique, sa morphologie, sa distribution granulométrique, sa surface spécifique, ses densités libre, vibrée et tassée. D'autre part, nous avons caractérisé de la même manière une poudre de même matériau, atomisée par gaz déjà utilisée par Kasser [43] afin d'utiliser ses résultats dans la modélisation (Chapitre V).

#### 2. CARACTERISATIONS DES POUDRES UTILISEES.

Nous avons procédé à la caractérisation des deux poudres (irrégulière et sphérique). La poudre à particules irrégulières que nous avons utilisée est issue de l'atomisation à l'eau par contre celle à particules sphériques est obtenue par atomisation à gaz. Nous avons donc déterminé la composition chimique, la granulométrie, la surface spécifique, la densité libre et la densité tassée.

##### 2.1. Caractérisation chimique.

La caractérisation par l'EDAX et l'activation neutronique ont confirmé l'existence des éléments chimiques constituant les aciers à outils rapides tels que : le Carbone, le Manganèse, le Silicium, le Nickel, le Chrome, le Molybdène, le Tungstène, le Vanadium et le Cobalt.

D'autre part, la méthode de caractérisation par fluorescence-X a permis de confirmer la nuance des poudres utilisées. En effet, mis à part les compositions chimiques du chrome et du cobalt (et du tungstène pour la poudre sphérique) qui dépassent légèrement les limites indiquées par la norme les deux compositions chimiques correspondent à un acier rapide T15 (équivalent en HS 12-1-5-5 selon la norme AFNOR).

Eléments	Fluorescence-X (% massique)		%massique type AISI
	Poudre sphérique	Poudre irrégulière	
<b>Carbone</b>	1.6	1.55	1.50-1.60
<b>Manganèse</b>	0.35	0.31	0.15-0.40
<b>Silicium</b>	0.47	0.31	0.15-0.40
<b>Chrome</b>	5.12	6.5	3.75-5.00
<b>Nickel</b>	0.18	0.078	0.30 max.
<b>Molybdène</b>	0.59	3.9	1.00 max.
<b>Tungstène</b>	13.1	10.6	11.75-13.00
<b>Vanadium</b>	5.25	4.8	4.50-5.25
<b>Cobalt</b>	4.92	6.4	4.75-5.25

Tableau 8 : Compositions chimiques des poudres sphérique et irrégulière déterminées par fluorescence-X.

La balance de nuance est constituée de 68.42% de fer pour la poudre sphérique et de 65.55% de fer pour la poudre irrégulière. Les compositions en cobalt, en tungstène, en molybdène et en chrome diffèrent légèrement de celles spécifiées par la norme, ceci est dû au fait que les éléments de faibles numéros atomiques Z tels que le carbone, le bore, ne sont pas décelables par cette méthode ce qui nécessite des analyses élémentaire complémentaires selon la norme ASTM E352.

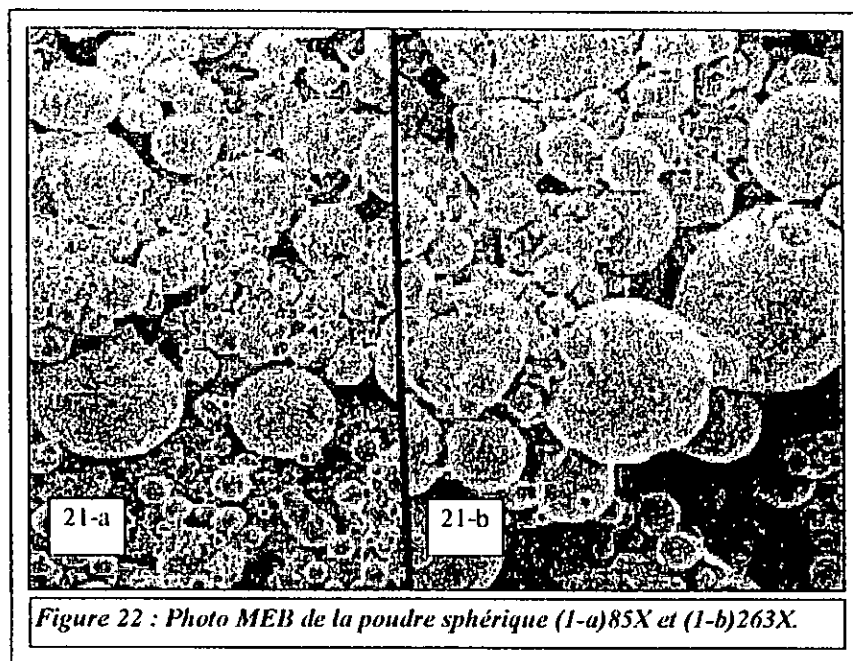


Figure 22 : Photo MEB de la poudre sphérique (1-a)85X et (1-b)263X.

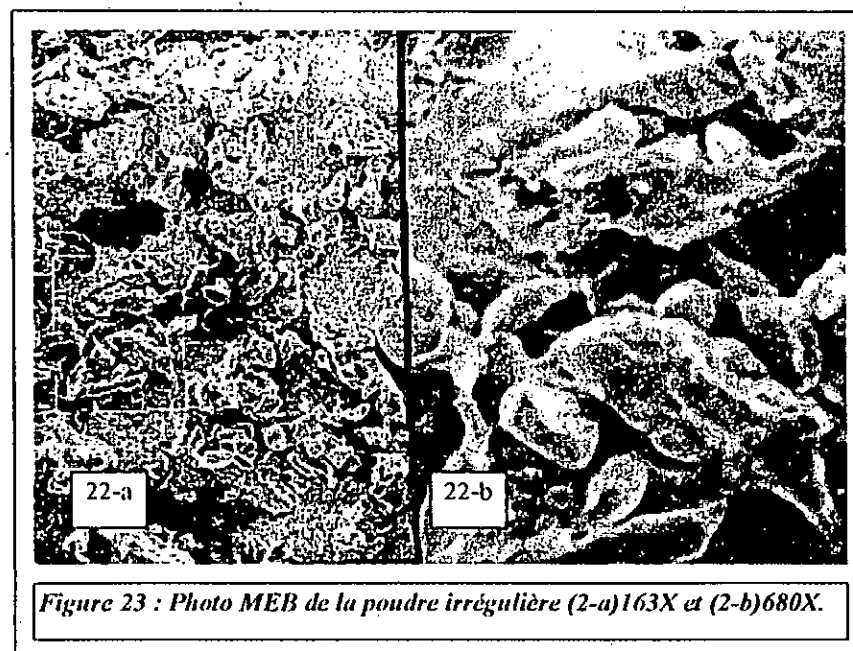


Figure 23 : Photo MEB de la poudre irrégulière (2-a)163X et (2-b)680X.

## 2.2. Caractérisation morphologique des poudres utilisées.

Les observations par microscopie électronique à balayage en mode relief ont révélé les formes sphérique et irrégulière des particules des deux poudres utilisées telles que c'est montré sur les Figures 22 et 23. La Figure 22.a montre l'aspect sphérique des particules de la première poudre et peut renseigner à titre qualitatif sur la distribution en tailles des particules. En effet la taille des particules sphériques varie entre 10 et 250  $\mu\text{m}$  environs, ce qui est confirmé par l'analyse granulométrique, où nous avons remarqué que toute la poudre a passé à travers le tamis d'ouverture à 250 $\mu\text{m}$ . Par contre, en comparant entre les deux Figures 22.a et 22.b et en tenant compte des grossissements des photos, nous constatons que la taille moyenne des particules sphériques est pratiquement le double de celles irrégulière, chose qui est en concordance avec les résultats de tamisage.

L'irrégularité de la forme des particules explique l'aptitude à la compressibilité de cette poudre et sa bonne résistance mécanique.

## 2.3. Caractérisation granulométrique.

L'analyse granulométrique par tamisage a permis de déterminer les paramètres des distributions des tailles particules (qui sont regroupés dans le Tableau 9, ci-dessous). La taille moyenne des particules de la poudre sphérique a été estimée à 87 $\mu\text{m}$  contre 56 $\mu\text{m}$  pour la poudre de forme irrégulière. Ces résultats renseignent sur la finesse de la poudre irrégulière, ce qui lui confère une force motrice de frittage plus importante.

Taille de tamis ( $\mu\text{m}$ )	Poudre sphérique	Poudre Irrégulière
	Fraction retenue (%)	Fraction retenue (%)
250-212	2,4	0,0
212-125	21,5	2,6
125-63	32,1	29,7
63-36	23,2	34,7
<36	20,5	32,9
Taille moyenne	87 $\mu\text{m}$	56 $\mu\text{m}$
Surface spécifique	0.03 $\text{m}^2/\text{g}$	0.82 $\text{m}^2/\text{g}$

Tableau 9 : Distribution granulométriques des poudres sphérique et irrégulières déterminées par tamisage.

## 2.4. Détermination de la surface spécifique.

La détermination de la surface spécifique est un moyen qui permet l'étude et le suivi des phénomènes de frittage. Dans notre cas, cette caractérisation nous permettra de comparer entre les cinétiques de frittage des poudres sphérique et irrégulières, frittées par le même procédé.

L'utilisation des résultats de l'analyse granulométrique par tamisage permet l'estimation des surfaces spécifiques des deux poudres, en exploitant les équations (13) et (14). En effet, nous avons trouvé une surface spécifique de 0.03 $\text{m}^2/\text{g}$  pour la poudre sphérique contre 0.82 $\text{m}^2/\text{g}$  pour la poudre irrégulière. Par conséquent, la poudre irrégulière possède une énergie motrice théorique de plus de 27 fois plus grande que celle de la poudre sphérique (voir l'équation 12). Rappelons que l'irrégularité des particules de la poudre lui confère une surface spécifique additionnelle.

## 2.5. Caractérisation de la densité libre.

La densité libre déterminée pour les deux poudres irrégulière et sphérique, révèle l'effet important de la forme des particules. En effet, nous trouvons des densités libres de 57.5% (4.71  $\text{g}/\text{cm}^3$ ) pour la poudre sphérique et d'environ 31% (2.54  $\text{g}/\text{cm}^3$ ) dans le cas de la poudre irrégulière. La densité théorique des aciers rapides de type T15 est de 8.19  $\text{g}/\text{cm}^3$  [14].



Bien que nous ayant pratiquement la même distribution en tailles des particules, la poudre irrégulière occupe deux fois le volume de la même masse de poudre sphérique. Ceci montre l'effet important de la forme des particules sur la qualité d'empilement. Cette caractérisation va permettre d'expliquer la différence entre les cinétiques de densification des poudres libres frittées par le procédé (CAP).

### 2.6. Caractérisation de la densité tassée.

Nous avons trouvé pour le cas de la poudre sphérique une densité tassée de 67.8% soit  $5.55 \text{ g/cm}^3$ , c'est à dire que sous l'effet du tassement, la poudre observe une augmentation de sa densité de 57.5% (densité en vrac) à 67.8% (densité maximale), soit un gain d'environ 10%. Par contre la poudre irrégulière observe une augmentation de 31% (densité en vrac) à 45.32% soit  $3.71 \text{ g/cm}^3$  (densité tassée), soit un gain d'environ 14%. Nous avons également observé que le nombre de cycles nécessaires pour ramener la poudre à la densité maximale est largement inférieur dans le cas de la poudre sphérique en comparant avec celui nécessaire pour tasser la poudre irrégulière. Ces résultats renseignent sur la grande quantité de friction de la poudre irrégulière qui gêne l'amélioration de l'empilement. L'intérêt de cette caractérisation apparaît dans la détermination de la véritable densité initiale qui est supérieure à la densité en vrac utilisée, lors de la modélisation du frittage des poudres libres par le procédé (CAP). En effet, les densités initiales injectées dans le modèle utilisé pour simuler le frittage par le procédé (CAP) sont celles de la densité tassée puisque lors du transport et lors du dégazage, la poudre subit des tassements qui améliorent sa densité.

## 3. RESULTATS PRELIMINAIRES: FRITTAGE PAR LE PROCÉDE «CAP» DE LA POUDRE IRREGULIERE A L'ETAT LIBRE

Nous avons conduit une série de tests de frittage par le procédé (CAP) de la poudre libre encapsulée dans du verre de type Pyrex. Dans la plupart des échantillons que nous avons obtenus, nous avons constaté une pénétration du verre de la capsule dans le volume de la poudre (Figure 24 et 25). Cette dernière est d'autant plus grande que le temps du frittage est long et la température est relativement faible, et elle est de plus en plus faible qu'on se rapproche de la température de  $1260^\circ\text{C}$ , correspondant à une densification remarquable de l'échantillon (Figure 26). Ceci peut être expliqué par le fait qu'aux températures de frittage relativement faibles (supérieurs à la température de fusion du Pyrex mais permettant une vitesse de densification relativement lente) le verre de la capsule commence à fondre et à pénétrer dans la poudre sous l'effet de la dépression entre l'intérieur et l'extérieur de la capsule. Donc plus on augmente le temps de maintien plus on observe une grande pénétration jusqu'à ce que la taille des pores atteint, sous l'effet de la densification une taille critique qui

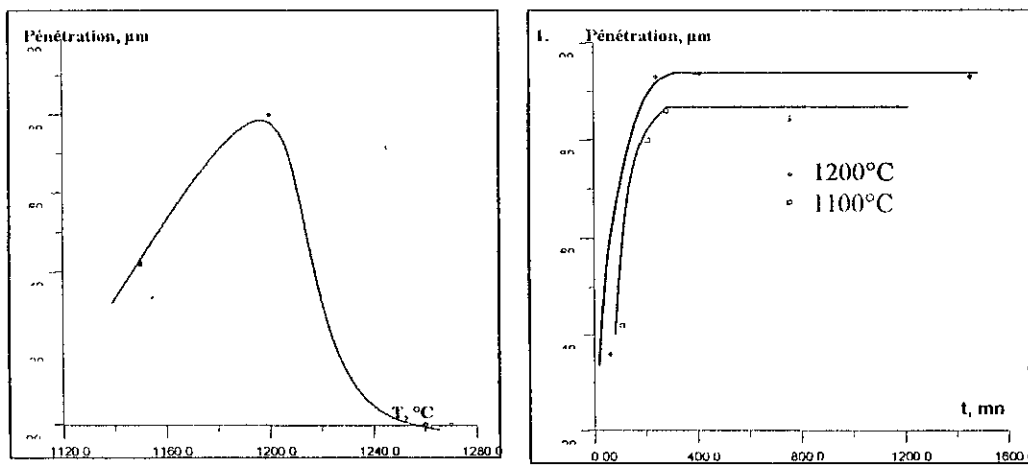


Figure 24: Effet du temps ( $T=1100$  et  $1200^\circ\text{C}$ ) et de la température de frittage (1h50) sur la pénétration.

lui permet de vaincre la force de pénétration. Par contre, aux températures relativement élevées où on a une grande vitesse de densification, la pénétration est inhibée grâce à la fermeture rapide des pores. Le Tableau 10 ci-dessous montre l'évolution de la profondeur de pénétration, en fonction du temps et de la température de frittage.

Réf.	T(°C)	t(hrs)	Pénétration (mm)
C19	1100	01:00	0,36
C24	1100	04:00	0,93
C16	1100	24:15	0,93
C23	1150	01:50	0,42
C7	1150	03:30	0,80
C17	1150	04:43	0,86
C20	1200	01:50	0,82
C22	1200	03:47	0,78
C18	1250	02:14	0,50
C12	1250	02:54	0,00
C1	1250	04:42	0,00
C4	1260	01:50	0,00
C5	1260	01:50	0,00
C3	1265	06:08	0,09
C10	1270	01:50	0,00
C6	1270	04:47	0,20
C13	1290	01:50	0,00

Tableau 10 : Tableau récapitulatif des mesures de la profondeur de pénétration du verre dans les échantillons.

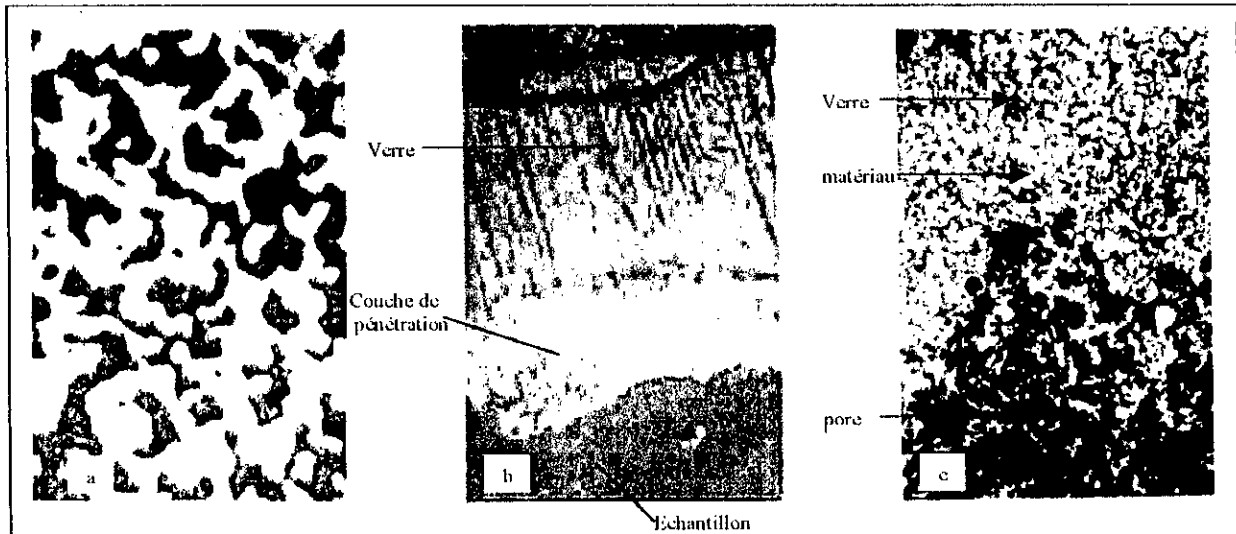
Par exemple, pour une température de 1100°C, et une durée de maintien de 1h et 24 heures, nous remarquons que la pénétration est respectivement de 0.5 et 1 mm. Par contre à 1200°C on obtient une pénétration de presque 1 mm seulement pour une durée de 1h50mn. Pour les températures supérieures à 1260°C, nous remarquons que la pénétration est presque nulle. (Tableu-3)

Grâce aux caractérisations métallographiques, nous avons constaté que la poudre de forme irrégulière frittée par le procédé (CAP) à l'état libre présente une mauvaise densification due à la pénétration du verre. Ce verre pénétré constitue une barrière contre la diffusion et la consolidation de la poudre. Les échantillons frittés aux températures relativement élevées (avec une très faible pénétration) présentent une structure contenant des dendrites ce qui renseigne sur la fusion partielle du matériau fritté (frittage en phase liquide) Figure 26.b.

Comme conclusion, nous pouvons dire que la poudre à particules irrégulières présente, du moins pour les échantillons de faibles tailles, une mauvaise aptitude au frittage par le procédé (CAP) à l'état libre pour les raisons suivantes:

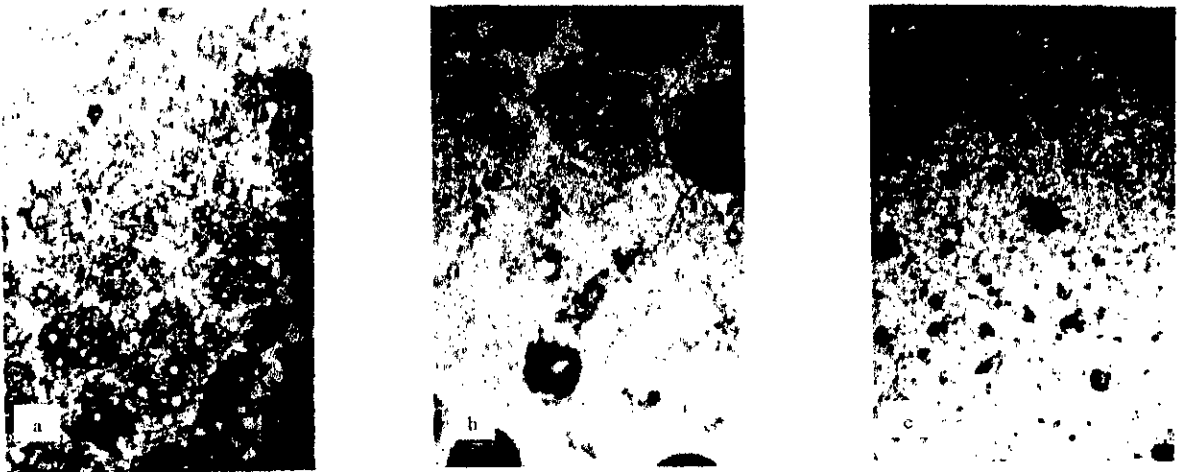
- Vu son irrégularité, la poudre libre présente des pores assez grands dont les tailles permettent une pénétration dans l'intervalle des températures entre 1100 et 1250°C. Cette pénétration constitue une barrière contre la diffusion.
- L'empilement de la poudre à particules irrégulières est gêné par la grande quantité de friction, comme nous l'avons discuté dans les caractérisations de la densité libre et tassée, ce qui donne une densité initiale relativement faible en comparant à la poudre à particules sphériques. Rappelons que, selon la référence [43], la même poudre sphérique observe une densité de 100% à 1250°C pendant 1h et ½ en frittant par le même procédé alors que la poudre irrégulière observe une densité nettement inférieure comme le montre la Figure 26.a, frittée à une température et un temps supérieurs (1260°C et 1h50mn respectivement).

Afin d'éviter le frittage en phase liquide (apparition des dendrites), et afin de diminuer le temps utile du frittage nous avons le choix entre les possibilités suivantes:



**Figure 25: Photos optiques montrant la pénétration du verre dans le volume de l'échantillon :**

- a : Fritté par CAP à 1250°C pendant 2h 15 mn; La phase blanche représente les particules de poudre mal frittées, par contre la phase noire est le verre qui empêche la densification (G=200X/Réf C18).
- b : Fritté par CAP à 1100°C pendant 1h; cette section métallographique montre les trois couches successives : la paroi du verre, la couche de pénétration et le volume de l'échantillon. Le volume de l'échantillon paraît sombre à cause de l'effritement lors du polissage(50X/Réf C19).
- c : Fritté par CAP à 1200°C pendant 3h50mn; cette section métallographique montre la difficulté de délimiter le front de pénétration (50X/Réf C22).



**Figure 26: Photos optiques montrant les microstructures de différents échantillons frittés par le procédé CAP :**

- a : Cette photo montre l'aspect microstructurale d'un échantillon fritté par CAP à 1260°C pendant 1h 50mn la phase blanche représente des carbures fins dispersés (500X/Réf C5)
- b : Fritté par CAP à 1300°C pendant 1h 50mn; Cette photo révèle la présence des dendrites ce qui montre la fusion partielle de l'échantillon (500X/Réf C11).
- c : Fritté par CAP à 1300°C pendant 1h 50mn; Cette photo montre l'aspect de la microstructure à faible grossissement (100X/Réf C11).

- Réduire la taille moyenne des particules par classification (tamisage par exemple), par conséquent réduire la taille initiale des pores ce qui inhibe la pénétration.
  - Etudier le remplacement du verre utilisé par d'autres qualités qui présentent une faible tension superficielle dans l'intervalle utile du frittage. Chose qui permettra de réduire la profondeur de pénétration.
  - Augmenter la densité initiale de la poudre par compactage, ce qui réduit la taille initiale des pores et accélère la densification.

Nous avons alors opté pour le deuxième choix puisqu'il assure les deux avantages à la fois: inhiber la pénétration et améliorer la densification.

#### 4. FRITTAGE DE LA POUDRE IRRÉGULIÈRE A L'ÉTAT COMPRIME.

##### 4.1. Etude du compactage.

Afin de mettre en évidence l'effet de la pression de mise en forme à froid sur les propriétés du produit fritté, nous avons choisi 5 pressions différentes: 840, 560, 480, 400 et 280 MPa.

Les résultats de mesure de la densité verte en fonction des pressions de mise en forme utilisées sont regroupés dans le Tableau 11. La densité est mesurée par la technique géométrique ensuite confirmée par la technique d'immersion dans l'eau. Les densités à zéro MPa correspondent aux densités tassées.

Pression, MPa	Densité moyenne (%)	
	matrice lubrifiée	Matrice non lubrifiée
840	83,07	81,91
560	76,75	75,97
480	71,96	71,18
400	70,51	68,95
280	65,45	62,63
0	45,12	45,12

Tableau 11: Résultats du compactage uniaxial à froid de la poudre irrégulière avec et sans lubrification de la matrice, sous 840, 560, 480, 400 et 280 MPa.

##### 4.1.1. Effet de la pression sur la densité verte.

Afin d'étudier l'effet de la pression sur la densification à froid, nous avons déterminé les densités moyennes, tel que c'est présenté dans le Tableau 11 ci-dessus. Nous remarquons d'après ces résultats et d'après la Figure 27 que la densité verte, dans l'intervalle des pressions utilisées, augmente avec l'augmentation de la pression. La dernière ligne du Tableau 11 correspond à la densité tassée qui représente le maximum de densité sans l'apport de la pression. Puisque la lubrification de la matrice n'affecte pas la densité de la poudre, la densité à pression nulle est donc la même pour les deux cas, avec et sans lubrification.

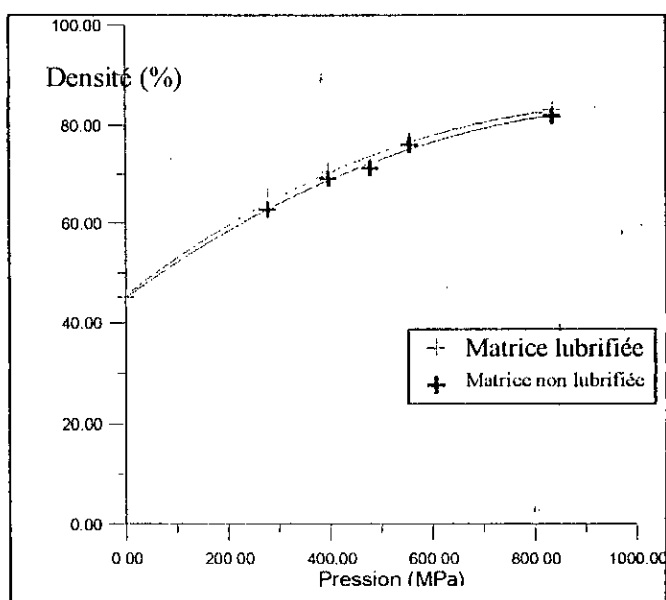


Figure 27 : Evolution de la densité en fonction de la pression appliquée lors du compactage.

#### 4.1.2. Effet de la lubrification de la matrice sur la densité.

D'après le Tableau 11 et la Figure 27, nous remarquons que l'effet de la lubrification de la matrice, dans l'intervalle des pressions de mise en forme entre 0 et 840 MPa, n'est pas significatif. Ce résultat n'est pas en contradiction avec la littérature puisque la lubrification des matrices agit généralement, pour réduire la force d'éjection. Cependant, si la lubrification concernait le volume de la poudre, la densité aurait été plus grande et la force d'éjection plus faible.

#### 4.2. Etude du frittage par le procédé «CAP» des comprimés verts.

Nous avons procédé au frittage des capsules des comprimés préparées à différentes températures et à des durées de maintien variables. Nous avons choisi les températures de frittage inférieures à la température de début de fusion de l'acier rapide T15 qui est autour de 1265°C.

##### 4.2.1. Influence du temps et de la température sur la profondeur de pénétration.

Le phénomène de pénétration n'a pas été observé dans le cas du frittage par le procédé (CAP) des comprimés verts même aux températures les plus élevées. Ceci est expliqué par le fait que lors de l'éjection après compactage les pores se trouvant sur la surface externe de la pastille tendent à disparaître sous l'effet de la déformation plastique par cisaillement. Rappelons que la pénétration du verre à travers les pores ne peut avoir lieu que lorsque les pores dépassent une taille critique ( $R_c$ ) qui est fonction de la tension de surface ( $\gamma$ ) et de la dépression ( $\Delta P=1\text{atm.}$ ) responsable de la pénétration, suivant la relation suivante:

$$R_c = -\frac{2\gamma}{\Delta P} \dots \dots \dots (18)$$

La taille critique est d'autant plus faible que la tension de surface  $\gamma$  est faible et la dépression  $\Delta P$  est grande. La tension de surface du verre peut être abaissée par l'augmentation de la température. Par contre la dépression peut être augmenté avec un dégazage prolongé et un niveau de vide élevé.

La pénétration du verre est nulle pour un comprimé avec des pores de tailles qui sont inférieures à cette taille critique et est de plus en plus grande pour des tailles supérieures. En effet, les résultats de Kasser [43] ont montré l'effet de la granulométrie (et par conséquent la taille des pores) sur la profondeur de pénétration. Il trouve que la pénétration est d'autant plus significative que la taille des particules est grande (voir la Figure 28).

##### 4.2.2. Influence des paramètres de frittage par procédé «CAP» sur la densité frittée.

Nous avons élaboré plusieurs séries d'échantillons afin de mettre en évidence l'effet de chaque paramètre à part sur la densité frittée. La densité étant mesurée par la technique d'immersion dans l'eau. Le Tableau 12 ci-dessous récapitule les résultats les plus importants :

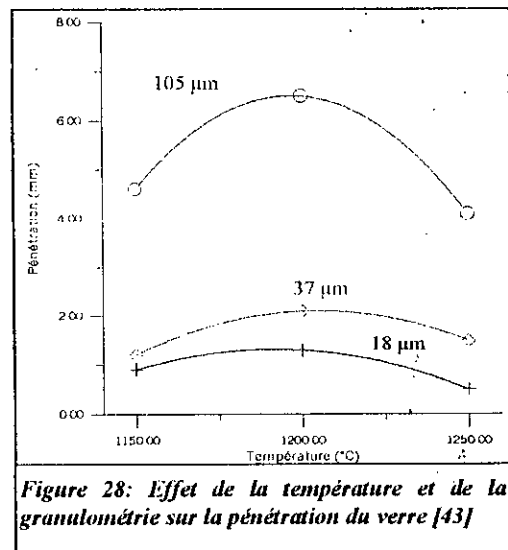


Figure 28: Effet de la température et de la granulométrie sur la pénétration du verre [43]

Réf	P(MPa)	T(°C)	t(hrs)	D(%)
III-3	280	1200	01:00	84,86
2-III	280	1200	02:00	96,05
III-2	280	1250	01:00	96,17
II-1	480	1110	00:30	74,21
II-2	480	1130	02:05	73,58
II-6	480	1150	01:00	91,20
2-II	480	1150	02:00	78,00
II-3	480	1160	02:00	77,56
II-4	480	1200	01:00	94,19
II-8	480	1200	02:00	97,63
II-7	480	1200	00:30	97,10
II-8	480	1200	02:00	97,63
1-II	480	1230	02:03	97,02
IV-3	560	1200	01:00	92,85
5-IV	560	1230	01:00	97,12
6-IV	560	1230	02:00	96,67
2-IV	560	1230	02:03	96,42
3-IV	560	1230	03:30	97,21
I-7	840	1130	02:05	83,75
I-10	840	1155	02:00	97,18
I-1	840	1200	00:32	96,93
1-1	840	1200	03:10	96,41
I-9	840	1200	02:05	97,86
3-1	840	1200	01:00	95,01

Tableau 12: Tableau récapitulatif des résultats de mesure de la densité par la technique d'immersion

P/T°	Réf.	Temps (min)	D(%)
280/1200	Moy	0	65.45
	III-3	60	84.86
	2-III	120	95.05
480/1200	Moy	0	71.96
	II-4	60	94.19
	II-8	120	97.63
	II-7	30	97.10
560/1230	Moy	0	75.97
	5-IV	60	97.12
	6-IV	120	96.67
	2-IV	123	96.41
840/1200	Moy	0	83.07
	1-1	32	96.93
	3-1	60	95.01
	1-9	125	97.86

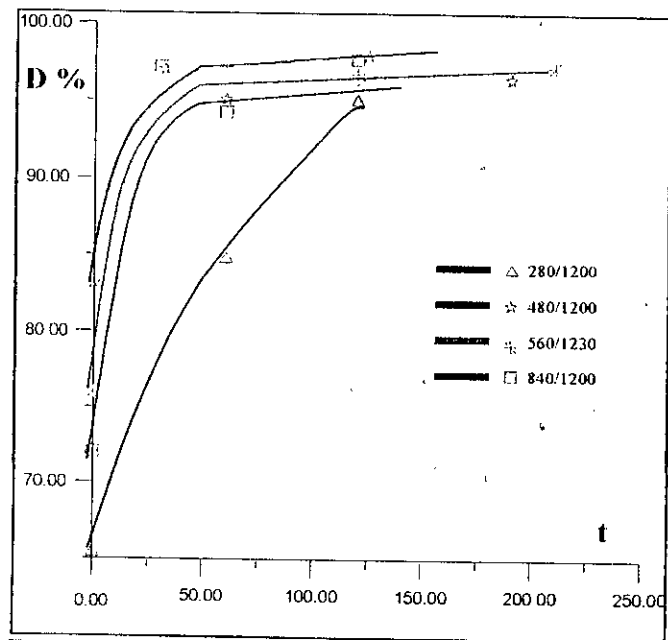


Figure 29: Effet du temps de frittage sur la densité frittée.

4.2.2.1. Influence du temps de frittage sur la densité.

Puisque le frittage est un phénomène thermiquement activé, l'augmentation du temps de maintien augmente la densité frittée comme le montre la Figure 29. Cette allure est conservée

quelque soient la température et la pression appliquée. La vitesse de densification (qui peut être représentée par la tangente aux courbes tracées sur la Figure 29) diminue avec l'augmentation du temps de frittage. Cette décroissance est accentuée lorsque la densité est élevée. Les courbes de la Figure 29 peuvent être divisées selon cette vitesse en deux parties: partie où la densification est relativement grande (partie exponentielle) correspondant aux deux premiers stades du frittage et partie où la densification est très faible (partie sous forme de palier) correspondant au dernier stade du frittage. D'après la Figure 29, la vitesse de densification, est d'autant plus importante que la pression et la température sont élevées.

**4.2.2.2. Influence de la température sur la densité frittée.**

D'après les résultats des Figures 30 et 31 nous confirmons que la densité frittée augmente avec l'augmentation de la température. En effet, pour un temps de maintien de 2 heures et une pression de 480 MPa, la densité passe de 73% pour une température de 1130°C à un maximum de 97% pour 1200°C.

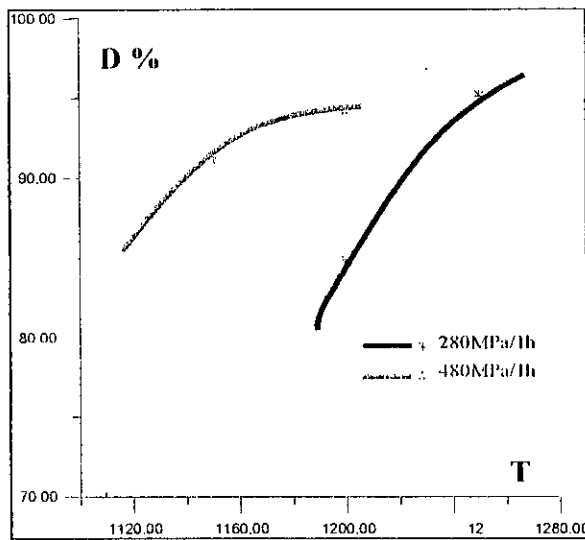


Figure 30: Effet de la température sur la densité temps de frittage: 1h.

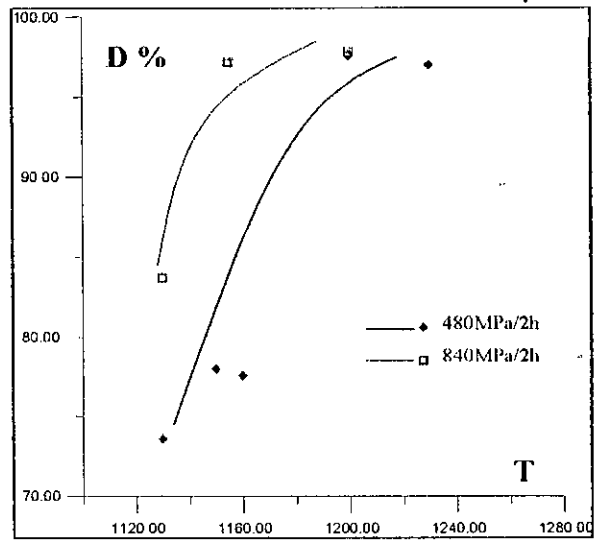


Figure 31: Effet de la température sur la densité temps de frittage: 2h.

P/t	Réf.	T(°C)	Densité
280/1h	III-3	1200	84.86
	III-2	1250	95.17
480/1h	II-6	1150	91.20
	II-4	1200	94.19

P/temps	Réf.	T(°C)	D (%)
480/2h	II-2	1130	73.58
	2-II	1150	78.00
	II-3	1160	77.56
	II-8	1200	97.63
	I-II	1230	97.02
840/2h	I-7	1130	83.75
	I-10	1155	97.17949
	I-9	1200	97.85564

Les résultats expérimentaux obtenus montrent que l'effet de la température l'emporte sur l'effet du temps de frittage. En effet, les pastilles vertes pressées à 280 MPa observent une densité de 84.86% à 1200°C après 1 heure de frittage. Afin d'améliorer la densité obtenue d'environ 10%, il faut soit augmenter la température de 50°C (on obtient une densité de 95.17%) soit doubler la durée du frittage à 2 heures (on obtient une densité de 95.05 %). Ce comportement est typiquement observé dans les phénomènes thermiquement activés.

Les Figures 30 et 31 peuvent montrer l'effet positif de la pression sur la densification : plus la pression de compactage est grande plus la densité frittée est grande.

4.2.2.3. Influence de la pression de compactage sur la densité.

L'effet de la pression sur la densité frittée ne diffère pas des effets de la température et du temps de frittage; plus la pression augmente plus la densité frittée est grande (Figure 32). La pression accélère la densification par l'augmentation de la densité initiale (ou verte) et/ou par l'affinement des grains de la microstructure (suite au mécanisme de recristallisation) en favorisant le mécanisme de diffusion intergranulaire [29].

En plus de la fermeture de la majorité des pores durant le compactage à froid, l'action de la pression sur les particules de poudre provoque une déformation plastique de celles-ci. Cette déformation qui se produit principalement par cisaillement provoque un écrasement des particules. Cet écrasement s'exprime en terme de frittage par une énergie emmagasinée dans les défauts créés dans les particules de poudre. Durant le traitement thermique de frittage, cette énergie emmagasinée devient une force motrice additionnelle qui s'ajoutera aux autres forces motrices du frittage. La somme totale des énergies provoque une recristallisation (formation de nouveaux petits grains entre les particules déformées). Cela permet également aux dislocations de sauter d'un grain à un autre et à travers les joints interparticules et par conséquent à véhiculer de la matière (atomes), ce qui provoque une densification accrue et continue du comprimé de poudre.

P/t	Réf.	P(MPa)	D(%)
1130/2h ☆	II-2	480	73.58
	I-7	840	83.75
1150/2h ○	2-II	480	78.00
	I-10	840	97.18
1200/2h □	2-III	280	95.05
	II-8	480	97.63
	I-9	840	97.86
1200/1h 84.86	III-3	280	
	II-4	480	94.19

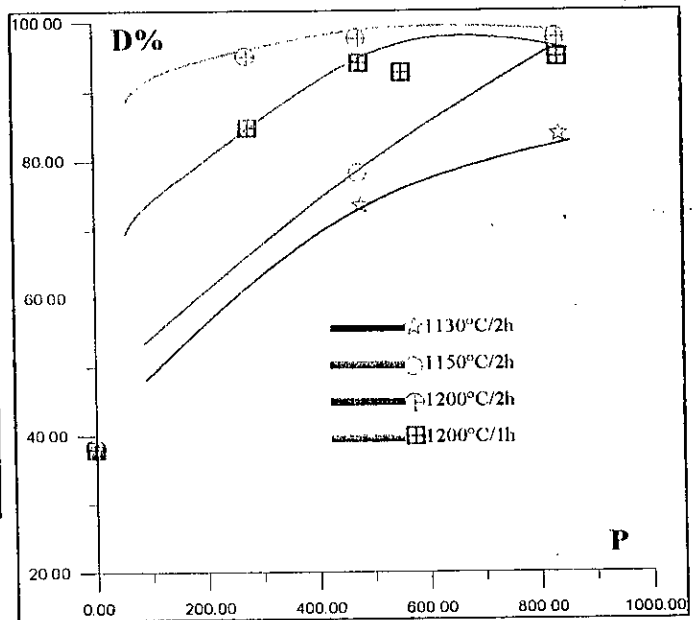


Figure 32: Influence de la pression de compactage sur la densité frittée..

4.2.3. Influence des paramètres du frittage sur la taille des grains.

Nous avons élaboré différentes séries d'échantillons à des températures pour des durées et des pressions de compactage variables, afin d'étudier les effets de chacun de ces paramètres sur la taille moyenne des grains. La taille moyenne étant mesurée par la méthode d'interception linéaire selon la norme ASTM E112 [15], où chaque mesure représente la moyenne arithmétique de plus de cinq plages échantillonnées au hasard. Le Tableau 13 ci-dessous récapitule ces résultats.



Réf	P(MPa)	T(°C)	t(h)	G(µm)
III-3	280	1200	01:00	38,45
3-III	280	1200	01:00	41,80
3-III	280	1200	01:00	41,80
4-III	280	1250	01:30	49,39
1-III	280	1200	03:10	48,17
4-III	280	1250	01:30	49,39
III-3	280	1200	01:00	38,45
V-3	400	1250	01:00	59,78
V-2	400	1200	01:00	50,50
1-V	400	1230	00:30	34,67
II-8	480	1200	02:00	38,79
1-II	480	1230	02:03	57,68
II-4	480	1200	01:00	44,24
1-IV	560	1250	01:30	67,49
5-IV	560	1230	01:00	48,33
4-IV	560	1240	01:00	61,20
6-IV	560	1230	02:00	55,39
IV-3	560	1200	01:00	29,78
2-IV	560	1230	02:03	54,51
I-8	840	1250	01:00	67,28
3-I	840	1200	01:00	40,31
5-I	840	1230	00:32	27,57
I-5	840	1200	02:00	61,40
I-4	840	1200	04:00	65,37
4-I	840	1250	01:00	46,13
I-6	840	1200	04:03	77,91
I-3	840	1200	02:00	61,08

Tableau 13: Tableau résumant les résultats de mesure de la taille moyenne des grains par la technique d'interception linéaire.

#### 4.2.3.1. Influence du temps de frittage sur la taille des grains.

La Figure 33 montre l'effet du temps de frittage sur la taille moyenne des grains. Comme prévu, plus le temps est élevé plus la taille des grains est élevée. L'augmentation de la taille moyenne des grains est due au mouvement des joints de grains qui est dû à son tour à des phénomènes diffusionnels. De plus l'augmentation de la durée de maintien permet, d'une part, de réduire le volume et le nombre total des pores et d'autre part, de faire passer en solution les carbures qui gênent le mouvement des joints de grains surtout aux températures élevées.

La même Figure peut montrer l'effet de la pression sur la taille moyenne des grains, en comparant entre la courbe (840MPa/1200°C) et la courbe (280MPa/1200°C). En effet, le compactage contribue au phénomène de grossissement des grains en augmentant la densité initiale du comprimé. Il est évident qu'un comprimé de haute densité verte se consolidera plus rapidement qu'un comprimé moins dense. Dans le premier cas la fermeture des pores résiduels permettra un grossissement conséquent des grains. Dans le deuxième cas, la présence d'une porosité importante constitue une barrière contre la migration des joints de grains.

#### 4.2.3.2. Influence de la température sur la taille moyenne des grains.

Comme le montre les courbes de la Figure 34, la taille moyenne des grains est accentuée par l'augmentation de la température du frittage. Le grossissement des grains est accentué

grâce à l'élimination de la porosité et la dissolution des carbures aux hautes températures (Figure 39).

En comparant l'effet du temps du frittage à celui de la température, l'effet de cette dernière l'emporte comme dans le cas de la densification car c'est un phénomène qui est dû principalement à des processus diffusionnels. Par exemple, pour les échantillons compactés à 560 MPa et frittés pendant 1 heure, l'augmentation de la température de 40 °C (de 1200° à 1240°C) permet de doubler la taille moyenne des grains (de 29.77 à 61.20µm). Par contre, il faut doubler le temps de frittage pour remarquer une augmentation de l'ordre de 33% dans la taille moyenne des grains (cas des échantillons compactés à 840 MPa et frittés à 1200°C).

P/T°	Réf.	t(mn)	D(%)
840/1200°C +	3-I	60	45.90
	1-3	120	61.08
	1-5	120	61.40
	1-4	240	65.38
	1-6	243	77.91
560/1230°C ◇	5-IV	60	48.33
	6-IV	120	55.39
	2-IV	123	54.51
280/1200 □	III-3	60	38.45
	3-III	60	41.80
	1-III	190	48.17

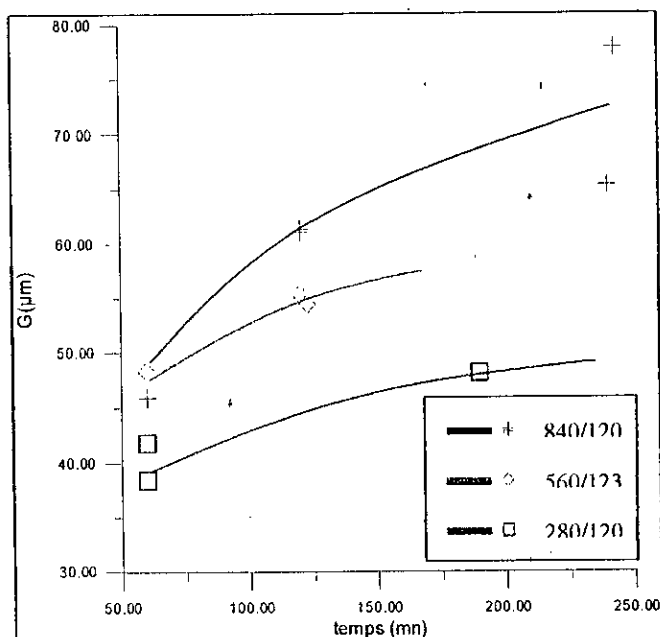


Figure 33 : Evolution de la taille moyenne des grains en fonction du temps de frittage.

P/t	Réf.	T(°C)	G(µm)
840/1H +	3-I	1200	40.31
	4-I	1250	46.13
	1-8	1250	67.28
560/1H ◇	IV-3	1200	29.77
	5-IV	1230	48.33
	4-IV	1240	61.20
480/2H ○	II-8	1200	38.79
	1-II	1230	57.68

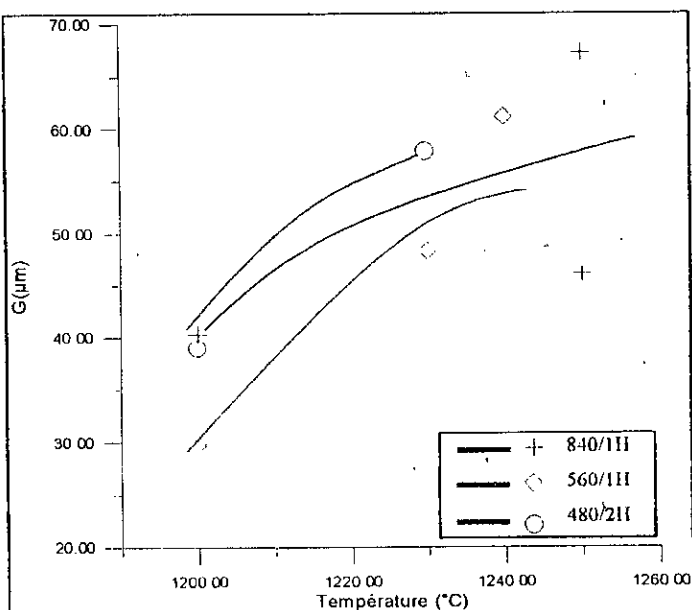


Figure 34 : Evolution de la taille moyenne des grains en fonction de la température de frittage.

T°/t	Réf.	P(MPa)	G( $\mu\text{m}$ )
1200°/1H — +	III-3	280	38.45
	3-III	280	41.80
	V-2	400	50.50
1250°/1H — ○	V-3	400	59.78
	1-8	840	67.28
1250/1H½ - - - □	4-III	280	49.39
	1-IV	560	67.49

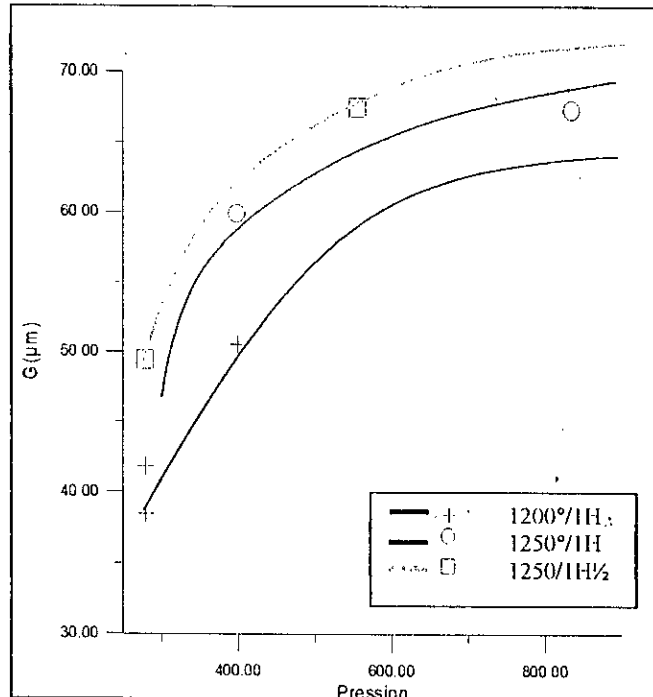


Figure 35 : Evolution de la taille moyenne des grains en fonction de la pression de compactage.

#### 4.2.3.3. Influence de la pression de compactage sur la taille moyenne des grains.

La pression de compactage apporte une contribution dans le phénomène de grossissement des grains. En effet, comme c'est montré sur les courbes de la Figure 35, plus la pression de mise en forme est grande, plus la taille moyenne des grains l'est aussi (Figure 36). L'augmentation de la pression de compactage permet d'améliorer la densification, à travers l'augmentation de la densité initiale et l'augmentation de la quantité de défauts qui constitue une force motrice de frittage, activant de ce fait le mouvement des joints de grains.

Quoique l'effet de la pression l'emporte sur l'effet du temps de frittage, l'effet de la température du frittage reste toujours prépondérant. L'effet de la pression est lié à l'élimination de la porosité, car le mouvement des joints des grains peut être inhibé par la présence des pores. De ce fait, l'augmentation de la pression améliore la densification par réduction du volume et du nombre total des pores et par conséquent accentue le grossissement des grains.

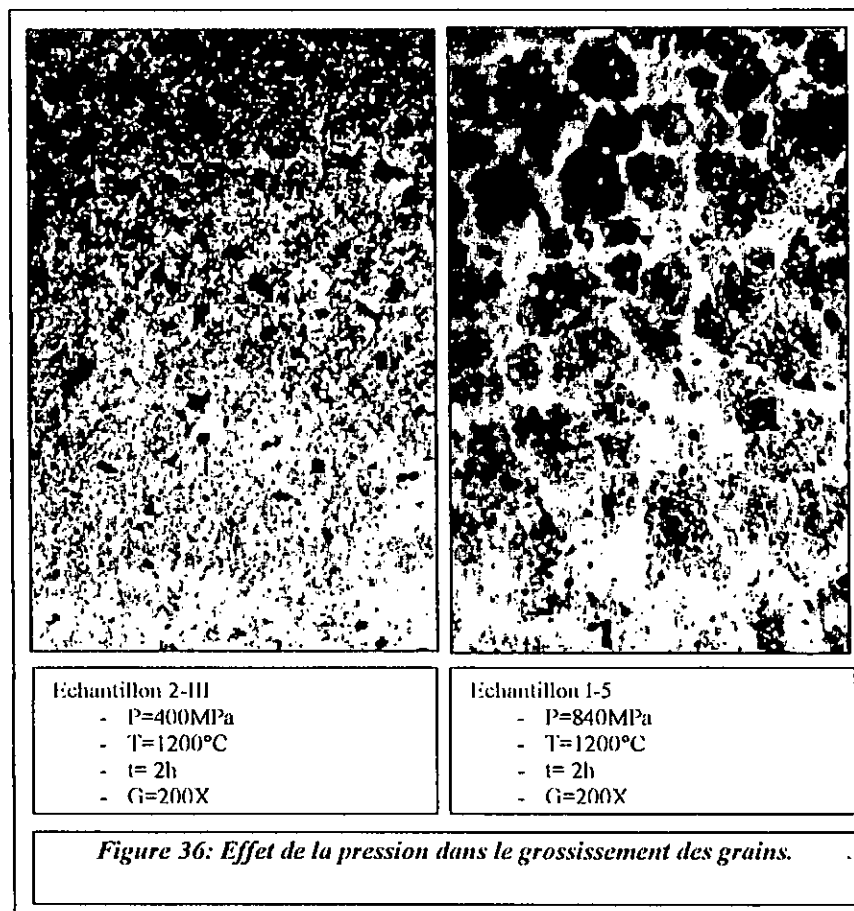
#### 4.2.4. Influence des paramètres du frittage sur la taille moyenne des pores.

Afin d'étudier les effets des différents paramètres du procédé sur la taille moyenne des pores, nous avons estimé les tailles moyennes des pores des échantillons déjà élaborés à l'aide d'un programme informatique que nous avons développé (voir Annexe E). Les résultats obtenus sont présentés dans le Tableau 14 ci-après.

D'après le Tableau 14 ci-dessous, nous remarquons que la taille moyenne des pores exhibe une évolution complexe en fonction du temps de traitement. En effet, pour les densités faibles (correspondant au premier et au deuxième stade du frittage) la taille moyenne présente une allure décroissante (diminution du volume des pores sans changement dans le nombre total de ces derniers), ce qui explique le phénomène de densification. Par contre, pour les densités supérieures (dernier stade du frittage), nous remarquons une allure qui n'est pas monotone; croissante puis décroissante (Figure 37). Cette allure, correspond au phénomène de coalescence des pores (grossissement des gros pores au détriment des petits). Après cette

coalescence qui provoque l'augmentation de la fraction des gros pores, il y a forcément une diminution de la taille moyenne (théoriquement jusqu'à zéro) sous l'effet des forces motrices du frittage (élimination des pores par diminution de leur volume).

Par exemple, dans le cas des échantillons compactés à 480 MPa et frittés à 1150°C (Figure 38 - Courbe 480/1150°C), la taille moyenne décroît depuis 6,97 jusqu'à 3,92 $\mu\text{m}$  en prolongeant le temps de maintien de 1 à 2 heures. Dans le cas de ces échantillons, la densité est bien inférieure à 78% (voir le Tableau 12) ce qui indique que le dernier stade de frittage n'est pas encore atteint. Dans le cas des échantillons compactés à 280 MPa et frittés à 1250°C (Figure 38- Courbe 280/1250°C), la taille moyenne des pores, passe de 5,45 (fritté pendant 1h), à 5,90 (fritté pendant 1h 30mn) puis descend jusqu'à 4,45 $\mu\text{m}$  (fritté pendant 2h 04mn). La densité pour ces derniers échantillons étant supérieure à 95.17% ce qui correspond au dernier stade du frittage.



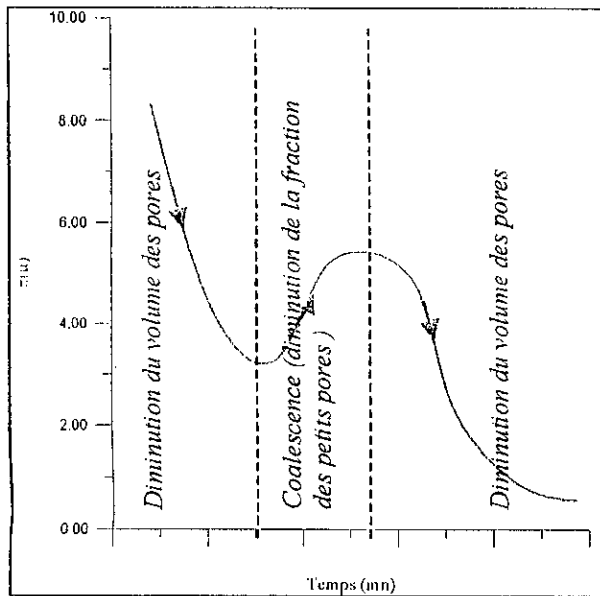


Figure 37 : Courbe typique montrant l'évolution de la taille moyenne des pores.

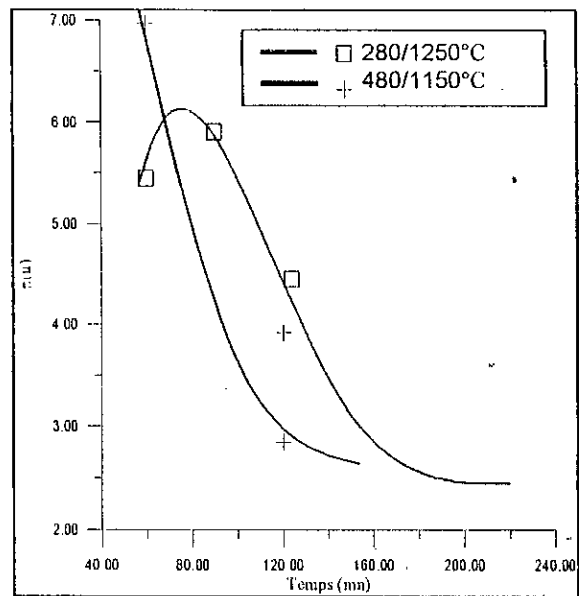


Figure 38 : Evolution de la taille moyenne des pores en fonction du temps de maintien.

Réf.	P (MPa)	T (°C)	temps (h)	$\rho(\mu\text{m})$
I-7	840	1130	02:05	5,04
I-10	840	1155	02:00	2,84
1-1	840	1200	03:10	3,06
2-1	840	1200	02:00	4,39
3-1	840	1200	01:00	4,09
I-1	840	1200	00:32	4,32
I-2	840	1200	01:00	10,84
I-4	840	1200	04:00	5,62
I-5	840	1200	02:00	4,41
I-6	840	1200	04:03	5,80
I-9	840	1200	02:05	4,52
4-1	840	1250	01:00	5,92
I-8	840	1250	01:00	5,19
IV-3	560	1200	01:00	1,87
IV-3	560	1200	01:00	4,83
2-IV	560	1230	02:03	5,21
3-IV	560	1230	03:30	4,83
5-IV	560	1230	01:00	5,05
6-IV	560	1230	02:00	5,17
4-IV	560	1240	01:00	6,36
IV-1	560	1250	01:00	5,99
1-IV	560	1250	01:30	4,18
II-1	480	1110	00:30	2,91
II-2	480	1130	02:05	3,77
2-II	480	1150	02:00	2,85
2-II	480	1150	02:00	3,92
II-6	480	1150	01:00	6,97
II-3	480	1160	02:00	4,78
II-4	480	1200	01:00	5,57
II-7	480	1200	00:30	6,22
1-II	480	1230	02:03	5,14
V-2	400	1200	01:00	4,72
1-V	400	1230	00:30	4,02
1-III	280	1200	03:10	5,23
2-III	280	1200	02:00	7,16
3-III	280	1200	01:00	4,85
4-III	280	1250	01:30	5,90
5-III	280	1250	02:04	4,45
III-2	280	1250	01:00	5,45

Tableau 14 : Résultats de l'estimation de la taille moyenne des pores ( $\rho$ ), par analyse d'images.

**4.2.5. Influence des conditions du frittage sur la coalescence et la dissolution des carbures.**

Les éléments carburigènes rencontrés dans la composition des aciers à outil sont principalement : W, V, Cr et Mo. Ces éléments combinés avec le carbone sont susceptibles de donner les carbures de type  $Cr_7C_3$ ,  $V_4C_3$ ,  $Fe_4W_2C$ ,  $Fe_4Mo_2C$ . Dans le cas des aciers rapides les carbures de type VC et  $W_6C$  sont souvent rencontrés. Selon les conditions de traitement subi, le carbure dure à angle vif de type  $V_4C_3$  peut apparaître, ce dernier est favorable pour améliorer les propriétés d'usinage de l'outil.

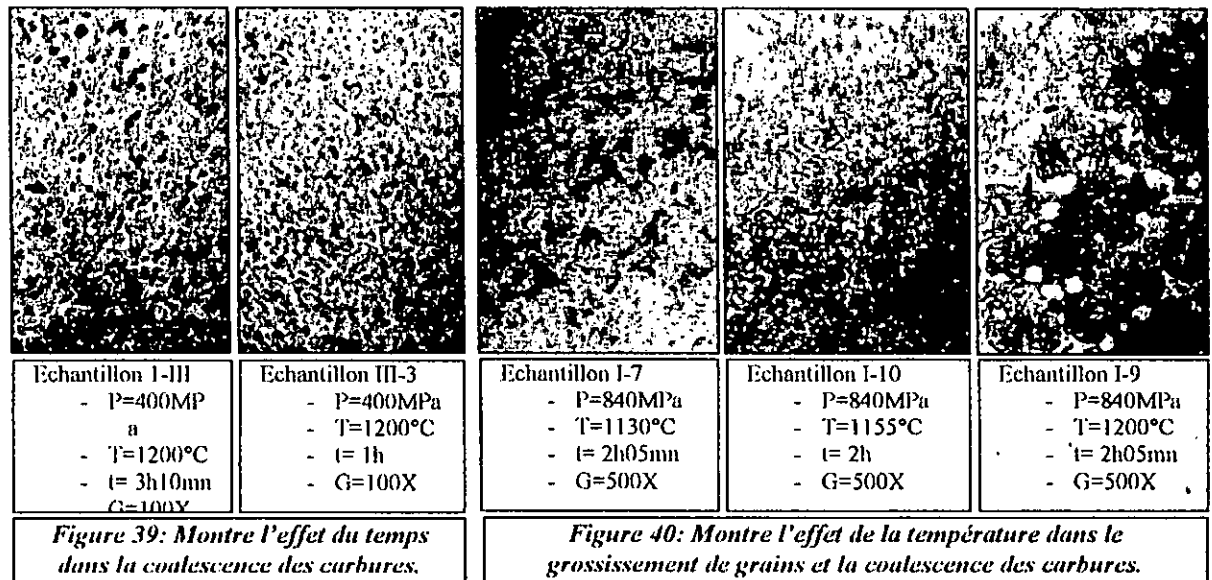
En général, la majorité des carbures peuvent passer en solution lors du traitement vers  $1250^{\circ}C$ .

Les conditions de traitement thermique fixent la nature des carbures et leurs fractions respectives ainsi que leurs dispersion. Le rôle des carbures alliés apparaît dans l'inhibition du mouvement des joints de grains de l'austénite et pas dans l'amélioration de la résistance à l'usure. Plus ces carbures sont fins et leurs fractions volumique est grande, plus le mouvement du joint de grain est limité.

Le traitement aux hautes températures conduit à un grossissement de grains indésirable résultant de la dissolution et la coalescence des carbures dans l'austénite.

Nous avons remarqué que les échantillons de hautes densités présentent des microstructures où la fraction des carbures est assez élevée. Ceci confirme l'effet positif que jouent les carbures dans la densification en stabilisant le mécanisme de diffusion intergranulaire en empêchant la séparation pore-joint de grains, car tant qu'un pore se trouve sur un joint de grain, il finira par disparaître.

La Figure 39 montre l'effet du temps dans la coalescence des carbures. par contre la Figure 40 montre l'effet de la température sur la coalescence des carbures. De plus, il est à noter que la coalescence est accompagnée par un grossissement des grains.



### 4.3. Caractérisations métallographiques.

Nous présentons ci-après une discussion sur le résultats de la caractérisation métallographique (Figure 41):

#### *L'échantillon 1-IV :*

- Pressé à 560MPa, Fritté à 1250°C, Pendant 1H et ½, Grossissement (500X).
- Montre la présence des dendrites lors du frittage aux hautes température. La phase sombre est la phase martensitique.

#### *L'échantillon 4-III :*

- Pressé à 400MPa, Fritté à 1250°C, Pendant 1H et ½, Grossissement (500X).
- Montre la forte dominance de la phase dendritique. La phase sombre est la phase martensitique.

#### *L'échantillon 1-4 :*

- Pressé à 840MPa, Fritté à 1200°C, Pendant 4H, Grossissement (50X).
- Montre une microstructure très uniforme. La phase sombre représente les pores et les carbures confondus.

#### *L'échantillon 1-1 :*

- Pressé à 840MPa, Fritté à 1200°C, Pendant 3H et 10mn, Grossissement (200X).
- Montre une microstructure uniforme. La phase en noir représente les pores et la phase blanche les carbures.

#### *L'échantillon 11-2:*

- Pressé à 480MPa, Fritté à 1130°C, Pendant 2H et 05mn, Grossissement (100X).
- Montre un échantillon de faible densité (D=73.58%). La phase noir est la porosité.

#### *L'échantillon 1-10 :*

- Pressé à 840MPa, Fritté à 1155°C, Pendant 2H, Grossissement (1000X).
- Montre la morphologie des carbures: sphériques, et prismatique (à angles vifs). La fraction des carbures étant très élevée.

#### *L'échantillon 1-8 :*

- Pressé à 840MPa, Fritté à 1250°C, Pendant 1H, Grossissement (200X).
- Montre la morphologie des carbures (phase blanche) après coalescence.

#### *L'échantillon 3-IV :*

- Pressé à 560MPa, Fritté à 1230°C, Pendant 3H et ½, Grossissement (500X).
- Montre la présence la dominance des carbure de forme sphérique.

#### *L'échantillon 1-1:*

- Pressé à 840MPa, Fritté à 1200°C, Pendant ½ H, Grossissement (500X).
- Montre les différentes formes des carbures rencontrées.

#### *L'échantillon 1-III:*

- Pressé à 400MPa, Fritté à 1200°C, Pendant 3H et 10mn, Grossissement (100X).
- Montre la disparition progressive des carbures (diminution de la taille) après la coalescence.

#### *L'échantillon 11-8:*

- Pressé à 480MPa, Fritté à 1200°C, Pendant 2H, Grossissement (500X).
- Montre la dominance des carbures.

#### *L'échantillon 3-III:*

- Pressé à 400MPa, Fritté à 1200°C, Pendant 1H, Grossissement (500X).
- Montre la précipitation préférentielle des carbures aux joints de grains et surtout aux joints triples.

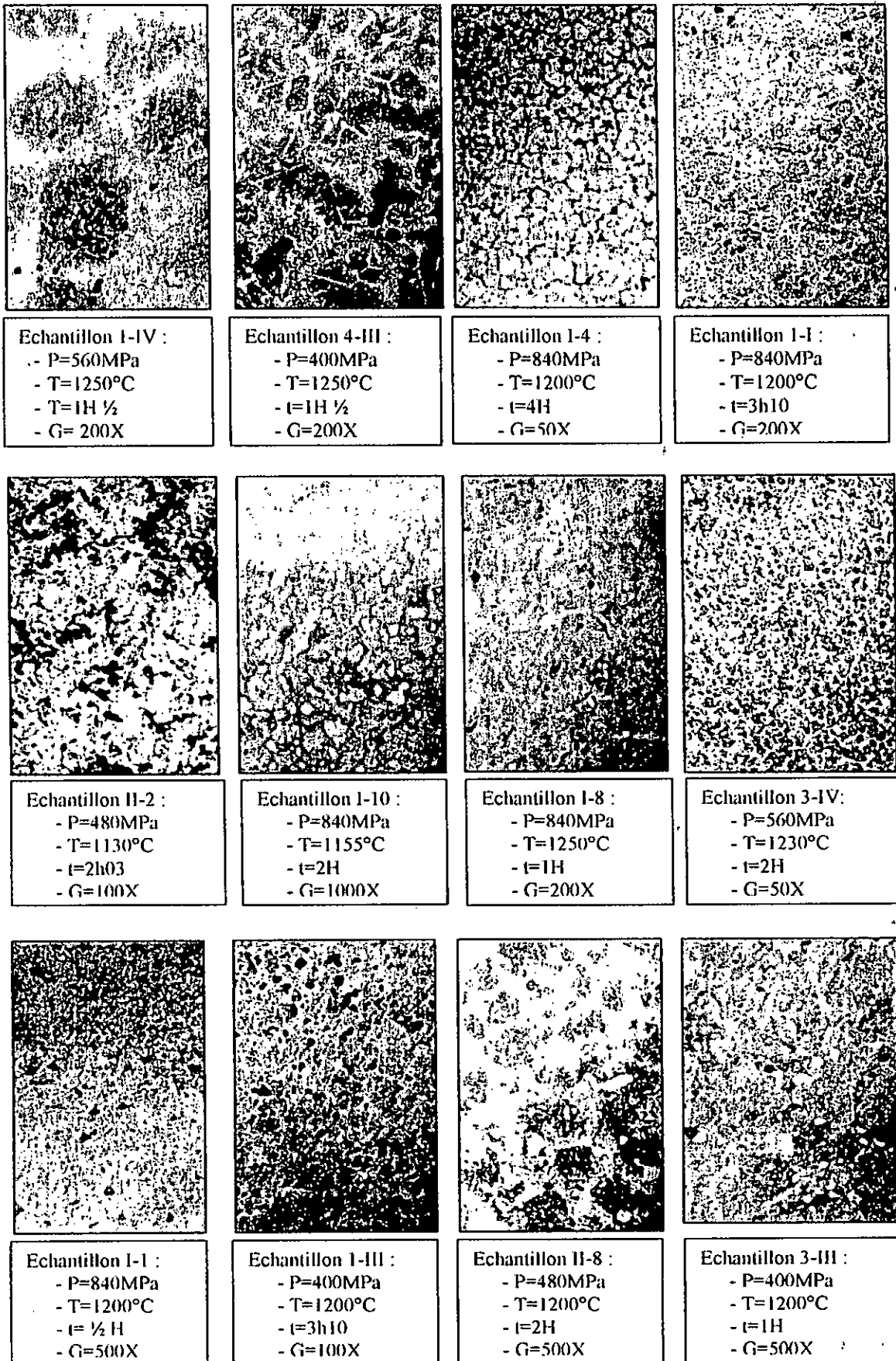


Figure 41 : micrographies optiques de quelques échantillons élaborés par le procédé CAP.



## CONCLUSION

A travers les séries d'expériences conduites par le frittage par le procédé (CAP), sur la poudre d'acier rapide T15 à particules de formes irrégulières, à l'état libre et compactée, nous avons tiré les remarques et conclusions suivantes:

- Le procédé de Consolidation par pression atmosphérique de la poudre irrégulière à l'état libre n'a pas permis l'obtention de produits suffisamment denses à cause de la forte pénétration du verre, du moins pour les échantillons de faibles tailles. Cette pénétration est plus prononcée pour des temps de frittage élevés et des températures relativement faibles. Cependant, pour les températures légèrement supérieures à 1250°C et inférieures à la température de fusion de matériau, le densification peut avoir lieu en phase liquide, mais avec formation des dendrites qui fragilisent la microstructure de l'outil.
- Le compactage permet d'améliorer la densité initiale de la poudre et de pallier les problème de pénétration de verre des capsules. La densité verte est d'autant plus grande que la pression de mise en forme est grande. La lubrification des matrice n'apporte pratiquement pas de grand effet sur la densité verte. Par contre elle augmente la durée de vie de l'outillage de pressage.
- La consolidation par pression atmosphérique des comprimés de la poudre irrégulière a permis de d'atteindre des densités de plus de 97%. La densité frittée est d'autant plus grande que le temps, la température et la pression de compactage sont élevés. Cette augmentation est plus sensible pour la température et la pression que pour l'augmentation du temps.
- La taille moyenne des grains qui est une caractéristique qui contrôle certaines propriétés mécaniques, augmente avec l'augmentation de la température, du temps de traitement et de la pression de compactage. Le grossissement de grains est gêné par la présence des carbures et de la porosité.
- La taille moyenne des pores observe une évolution complexe. A partir de la taille initiale, les pores continuent à diminuer leurs tailles jusqu'au déclenchement du phénomène de coalescence où ils observent une augmentation suivie par une autre diminution jusqu'à élimination.
- Les hautes densités (de plus de 95%) sont obtenues pour des temps de traitement (inférieurs à 2 heures), des températures du frittage raisonnables (comprises entre 1200 et 1250°C) et pour des pressions de compactage supérieures à 481 MPa.

## Chapitre V

### Modélisation de la densification par le procédé (CAP)

#### 1. INTRODUCTION

L'utilisation de la modélisation comme un outil pour la prédiction du frittage, permet de sélectionner les paramètres optimaux du procédé utilisé. Cette approche est de plus en plus adoptée à cause des coûts élevés de l'expérimentation et de la diversité des paramètres qui régissent le processus du frittage [55]. La compréhension du phénomène du frittage, et particulièrement la prédiction de la cinétique de densification a été, depuis plus d'une cinquantaine d'années, l'objet d'études de modélisation par plusieurs auteurs [56]. Ces modèles sont trop simplifiés et par conséquent limités, d'où la nécessité de proposer des modèles plus proches de la réalité pratique du frittage.

#### 2. PRESENTATION DU MODELE

##### 2.1. Les différents stades du frittage

Par convention, la littérature du frittage définit trois stades distincts décrits sur la base de la géométrie des ponts de raccordement et de l'interconnexion ou non des pores. Le premier stade correspond au développement et croissance des ponts de raccordement entre les particules de la poudre (ou d'un comprimé). Pendant ce stade, les particules conservent leurs identités et les pores sont interconnectés. Le troisième et dernier stade commence par l'isolement des pores qui se rapprochent de la forme sphérique et se termine par l'élimination de tous ces pores. Généralement, pendant ce stade le grossissement des grains est observé. Le second stade est un stade transitoire entre le stade initial et le stade final. Les cous sont larges et les pores sont proches de la forme cylindrique mais toujours interconnectés. En plus de ces trois stades, on définit le stade zéro [25,27] qui correspond à l'établissement spontané des ponts de raccordement dans un amas de poudre, par l'effet des forces faibles sans application de la température ni de la pression.

Cette description permet d'écrire pour chaque géométrie, les équations adéquates qui permettent de modéliser la cinétique du frittage. Pour chacun de ces stades de frittage, on a développé l'équation exprimant l'évolution de la vitesse de densification ( $\dot{D}$ ), en supposant un seul mécanisme qui agit seul. La densification est exprimée par la somme des contributions de tous les mécanismes possibles.

Dans la pratique de la modélisation, lorsqu'on s'intéresse à la cinétique de densification par frittage, ce sont le premier et le dernier stades qui sont concernés. En effet, le second stade est ignoré, et on procède grâce à une courbe de tendance à un raccordement des courbes exprimant le premier et le dernier stades. Ceci est dû au fait que la description de la géométrie des pores, pendant ce deuxième stade reste imprécise [27]. En pratique les pores ne sont pas cylindriques mais sont des canaux interconnectés de sections variables. De même le stade zéro est également ignoré puisqu'on ne s'intéresse qu'à la vitesse de densification ( $\dot{D}$ ) et pas à l'élargissement des cous exprimé par le rapport «  $x/R$  ».

##### 2.2. Les phénomènes du transport de matière

Dans le cas du frittage sous pression atmosphérique, où une poudre libre (ou comprimée) encapsulée, dégazée et soumise à l'effet du chauffage dans un four à moufle, la densification est influencée par la contribution des mécanismes de densification par écoulement plastique, par diffusion, par fluage exponentiel, par fluage du type «Nabarro-Herring-Coble», ainsi que par le mécanisme d'inhibition de la densification par l'isolement des pores des joints de grains.

Chaque mécanisme est défini en fonction du chemin de transport de matière, de la source à partir de laquelle la matière est envoyée et de l'endroit vers lequel la matière sera déposée. Ces mécanismes dépendent des paramètres de frittage, des propriétés de la poudre et des caractéristiques du matériau qui constitue cette poudre, d'une manière qui diffère d'un mécanisme à un autre. Et puisque la vitesse de densification est la somme de toutes les contributions des différents mécanismes, la prédiction de la densification et l'identification du mécanisme dominant sont trop compliquées. La construction des diagrammes de frittage proposée par Ashby [25] constitue une approche qui permet la simplification du problème. Ces diagrammes sont représentés sous forme de contours qui délimitent les domaines de prédominance des mécanismes de transport de matière. A l'intérieur de ceux-ci on représente les courbes d'évolution de la densité en fonction du paramètre étudié telle que la température.

**2.3. La géométrie du modèle**

Puisque le frittage par le procédé (CAP) est un cas particulier du frittage par HIPing, mais avec une pression fixe et de faible valeur, d'environ 0.1 MPa, nous avons choisi parmi les équations utilisées dans le cas du frittage par HIPing, celles qui semblent les mieux établies et validées. Les travaux des auteurs Ashby, Easterling, Swinkles, Wilkinson, Arzt, Helle et les autres [24-27,55,57-59] présentent un intérêt particulier pour notre cas.

Comme nous l'avons déjà signalé, nous ne considérons que deux stades de frittage. Le premier correspond aux densités inférieures à 90% ( $D_0 \leq D < 0.9$ ) où les particules supposées de forme sphérique et égales en taille demeurent identifiables. La densification pendant ce stade est modélisée par le développement des cous et l'augmentation du nombre de coordination (nombre de contacts par particule). L'autre stade, qui correspond au stade final ( $0.9 < D < 1$ ) est modélisé par le retrait des pores sphériques isolés par les différents mécanismes de transport de matière.

**2.4. Les équations du modèle**

**2.4.1. Mécanisme de densification par déformation plastique**

Lorsqu'une poudre ou un comprimé sont soumis à une pression externe (P), ceci provoque une densification par déformation plastique suivie d'un élargissement des cous. Cette densification continue jusqu'à ce que la pression effective au niveau du cou égalise la limite élastique du matériau ( $\sigma_y$ ). La densification par ce mécanisme est indépendante du temps et elle est presque instantanée.

Au cours du premier stade de frittage, lorsque la pression effective ( $P_{eff}$ ) est supérieure à la limite élastique, la déformation continue à produire une densification et un élargissement du cou ce qui diminue la pression effective. Une fois que la pression effective atteint la limite élastique la déformation cesse et la densification abouti à une valeur limite ( $D_y$ ) qui peut être déduite, à l'aide d'une méthode numérique, en utilisant l'égalité suivante [55]:

$$P_{eff} = \frac{1 - D_0}{D_y^2(D_y - D_0)} P = 3\sigma_y \dots\dots\dots(19) \quad \text{avec } D_0: \text{ densité initiale.}$$

Si la densification par ce mécanisme atteint le stade final ( $D \geq 0.9$ ), la valeur limite ( $D_y$ ) peut être donnée par l'égalisation entre la pression effective formulée pour ce dernier stade et la limite d'écoulement plastique, selon l'équation suivante [24,55]:

$$P_{eff} = \frac{9P}{2 \ln\left(\frac{1}{1 - D_y}\right)} = 3\sigma_y \dots\dots\dots(20) \quad D'ou \quad D_y = 1 - \exp\left(-\frac{3P}{2\sigma_y}\right)$$

Pour le cas du frittage sous pression atmosphérique de l'acier à outil rapide T15 ( $P = 0.1 \text{ MPa}$  et  $\sigma_y = 343 \text{ MPa}$  [60]), l'équation (19) montre que la densité ne peut être augmentée de plus de  $3 \cdot 10^{-5}$ , ce qui révèle l'effet insignifiant de ce dernier mécanisme à cause de la faible pression.

**2.4.2. Mécanisme de densification par diffusion intergranulaire**

Les mécanismes de diffusion intergranulaire et en volume constituent des chemins importants de transport de matière et contribuent à la densification. Sous l'effet de la tension due à la différence des rayons de courbure entre les particules et le pont de raccordement, la matière est transportée depuis le cœur et à travers les joints interparticules vers la surface externe du pont. Les équations suivantes donnent la vitesse ( $\mathbb{D}$ ) de densification par ces deux mécanismes confondus, pour le premier et le dernier stade du frittage respectivement [55]:

$$\mathbb{D} = \left[ 43 \frac{(1 - D_0)^2 (\delta D_b + \rho D_v)}{(D - D_0)^2} \right] \Omega P \dots\dots\dots (21)$$

$$\mathbb{D} = \left[ 270 \frac{\sqrt{1 - D} (\delta D_b + r D_v)}{(D - D_0)^2} \right] \Omega P \dots\dots\dots (22)$$

<p><b>D</b>: vitesse de densification égale à <math>dD/dt</math>  <b>P<sub>eff</sub></b>: pression effective au niveau du pont de raccordement  <b>D<sub>0</sub></b>: Densité initiale  <b>D</b>: Densité  <b>D<sub>y</sub></b>: Densité à la fin de la déformation plastique  <b>P</b>: Pression extérieure appliquée  <b>σ<sub>y</sub></b>: limite élastique  <b>ρ</b>: rayon de courbure du pore au 1<sup>o</sup> stade de frittage  <b>r</b>: rayon de pore au dernier stade de frittage  <b>δ</b>: épaisseur du joint de grain  <b>D<sub>b</sub></b>: Coefficient de diffusion intergranulaire  <b>D<sub>v</sub></b>: Coefficient de diffusion en volume  <b>Ω</b>: volume atomique  <b>ε<sub>0</sub>, σ<sub>0</sub>, n</b>: paramètres de fluage exponentiel  <b>G</b>: taille moyenne des grains  <b>K</b>: constante de Boltzmane  <b>D<sub>cr</sub></b>: densité au moment de la séparation des pores des joints  <b>ε</b>: constante caractérisant la largeur de distribution des particules</p>
<p><i>Tableau 16: désignation des symboles utilisés dans les équations et les formules du modèle</i></p>

**2.4.3. Mécanisme de fluage exponentiel**

Le mécanisme de densification par fluage exponentiel semble être parmi les plus importants mécanismes dans le cas du frittage par HIPing. Les équations qui expriment la vitesse de densification durant le premier et le dernier stade de frittage, développées par Wilkinson et al. [24,55,57] sont données, respectivement, par les équations (23) et (24):

$$\mathbb{D} = 5.3(D^2 D_0)^{1/3} \left( \frac{1}{\sqrt{3}} \left[ \frac{D - D_0}{1 - D_0} \right]^{1/3} \right) \left( \frac{\varepsilon_0}{\sigma_0^n} \right) \left( \frac{P_{eff}}{3} \right)^n \dots\dots\dots (23) \quad \text{avec} \quad P_{eff} = \frac{(1 - D_0)}{D^2(D - D_0)} P$$

$$\mathbb{D} = 1.5 \left( \frac{\varepsilon_0}{\sigma_0^n} \right) \frac{D(1 - D)}{\left[ 1 - (1 - D)^{1/n} \right]^n} \left( \frac{3}{2n} P \right)^n \dots\dots\dots (24)$$

**2.4.4. Mécanisme de densification par fluage du type Nabarro-Herring-Coble**

La densification due à la contribution des joints de grains (cas des particules de poudre polycristallines), peut être exprimée selon les équation (25) et (26) pour le cas où la taille des grains «G» est largement inférieure à la taille des particules «2R», pour le premier et le dernier stade de frittage, selon :

$$\mathbb{D} = 24.9 \frac{\Omega}{KTG^2} (D^2 D_0)^{1/3} \frac{x}{R} \left[ D_v + \frac{\pi \delta D_b}{G} \right] P_{eff} \dots\dots\dots (25)$$

$$\dot{D} = 31.5 \frac{\Omega}{KTG^3} (1-D) \left[ D_v + \frac{\pi \delta D_b}{G} \right] P \dots\dots\dots (26)$$

**2.4.5. Effet d'inhibition de la densification par séparation des pores des joints de grains.**

L'inhibition de la densification par l'effet de séparation des pores des joints de grains commence une fois la densité atteint une valeur critique « $D_{cr}$ » qui peut être donnée par .

$$D_{cr} = 1 - \left[ \frac{\eta}{3.3} \left( 1 - \frac{\bar{R}}{R_{max}} \right) \right]^3 \dots\dots\dots (27)$$

où  $R$  : la taille moyenne des particules       $R_{max}$  : est la taille maximale des particules

$\eta = 5/4$  pour  $R_{max} \leq 2R$     et     $\eta = 3/2$  pour  $R_{max} \gg R$

La loi d'inhibition de la densification peut être donnée selon l'équation (28) pour  $D \geq D_{cr}$ .

$$\dot{D} = 2.7(1 - D)^{3/2} \dot{D}_0 \dots\dots\dots (28)$$

Avec  $\dot{D}_0$ : est la vitesse de densification calculée lorsque les pores se trouvent sur les joints de grains.

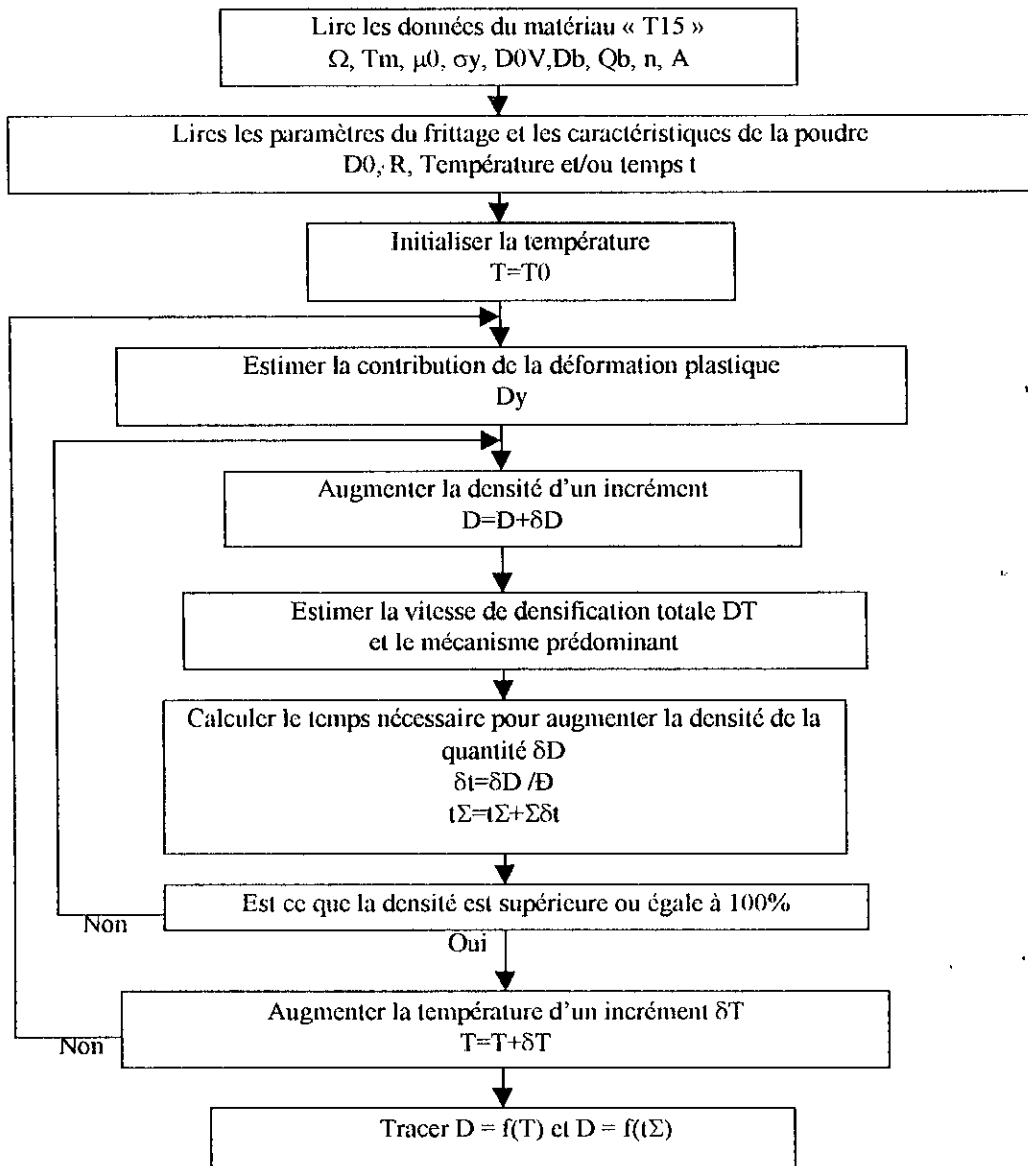


Figure 42 : Diagramme montrant l'organigramme simplifié permettant la construction des cartes de frittage.

### 3. CONSTRUCTION DES DIAGRAMMES

Nous avons construit deux types de diagrammes. Le premier consiste à tracer les lignes délimitant les domaines de prédominance des différents mécanismes. Superposées à ces diagrammes, on trace les courbes de densification isochrone (courbes montrant l'évolution des densités obtenues en fonction de la température pour des temps de frittage fixes). Nous avons construit ce type de diagrammes en évaluant la somme des contributions inhérentes à chaque mécanisme de densification (équations de (21) à (26)), selon l'organigramme de la Figure 42 (voir annexe F). Pour chaque température, on fait augmenter séquentiellement la densité d'un incrément « $\delta D$ » et on calcule pour chaque incrément le temps « $\delta t$ » nécessaire pour atteindre cette nouvelle valeur de densité « $D$ », selon la formule « $\delta t = \delta D / \dot{D}$ ». Une fois que la densité augmentée atteint la densité critique  $D_{cr}$ , (équation 27), pour tenir compte de l'effet de séparation des pores des joints de grains, la densité est corrigée selon l'équation 28. On trace ainsi les lignes séparant les domaines de prédominance. Les courbes de densification isochrones sont déterminées en augmentant séquentiellement la densité par l'incrément « $\delta D$ » jusqu'à atteindre la durée limite « $t_{\Sigma} + \sum \delta t = t_{limite}$ ».

Le deuxième type de diagrammes que nous avons proposés, consiste à tracer les courbes permettant de déterminer la température nécessaire pour atteindre la densité complète de 100% (ou une densité donnée  $D_x$ ), pour une durée de frittage donnée. Ce type de diagramme peut être déterminé, en augmentant séquentiellement la densité de l'incrément « $\delta D$ » jusqu'à atteindre la densité maximale de 100% (ou une densité donnée  $D_x$ ).

### 4. RESULTATS ET DISCUSSIONS

Les résultats obtenus par calcul itératif sont présentés sur les figures 43, 44, 45 et 46.

La figure 43 présente la carte de frittage par le procédé (CAP) de la première poudre (utilisée par Kasser [43], ayant une densité initiale de « $D_0 = 67.8\%$ », une taille moyenne des particule de « $2R = 87\mu m$ » et une taille moyenne initiale des grains de « $G = 2.5\mu m$ ») tracée grâce au modèle discuté en utilisant le programme «Map.PAS» (voir *annexe F*). Cette carte montre une prédominance du mécanisme de densification «Nabarro-Herring-Coble» pour les températures allant de 800 jusqu'à la température de fusion le long de tout le processus de densification. En effet, le mécanisme de «déformation plastique» ne contribue que par quelques  $10^{-3}\%$  de densification (voir § 2.4.1). Le mécanisme de «fluage exponentiel», selon les calculs, présente une très faible contribution, contrairement au cas du frittage par le procédé HIP. Cependant, le mécanisme de densification par «diffusion intergranulaire» contribue au début et la fin de frittage sans qu'il soit prédominant. Les autres mécanismes, où la source de matière est la surface des particules tels que la diffusion en surface par exemple, ne présente aucun effet sur le retrait et par conséquent sur la densification.

La figure 44 montre un exemple de diagramme qu'on peut utiliser pour déterminer la densité frittée suite au frittage isotherme de la première poudre, pendant un temps donné.

Les figure 45 et 46 montrent un exemple de diagrammes (ou abaqués) très intéressants permettant de sélectionner le temps et la température requises pour atteindre une densité visée, suite au frittage (95 ou 97% par exemple). La figure 45 est relative à la première poudre ( $D_0 = 67.8\%$ ,  $R = 44\mu m$ ,  $G = 2.5\mu m$ ). Par contre, la figure 46 est relative à la deuxième poudre ( $D_0 = 45.2\%$ ,  $R = 28\mu m$ ,  $G = 2.5\mu m$ ) et pour des pressions de compactage à froid variables (840, 560, 480 et 280 Mpa). L'introduction des pression de compactage à froid dans le modèle n'est pas possibles mais il est possible qu'elles soient représentés par les densités vertes qui l'en découlent de compactage.

Quoique le model semble validé selon plusieurs auteurs [24,55] pour le cas de l'acier à outil rapide T15 fritté par HIPing, la prédiction de la densification par ce dernier modèle, pour le cas du frittage par le procédé (CAP), ne semble pas assez précise. En effet, les tableaux 15 et 16 présentent une comparaison entre les résultats expérimentaux et calculés par le modèle.

Le Tableau 15 concerne le cas de la première poudre utilisée par la référence [43] et le Tableau 16 concerne la deuxième poudre que nous avons frittée.

$T, ^\circ\text{C}$	Temps, hrs	D'expérience, % [43]	D calculée, %
1150	4	95.1	95
1150	8	94.7	97
1200	4	79.8	97
1200	8	96.83	98
1200	16	96.44	99
1200	24	94.5	99
1250	0.125	87.2	78
1250	0.25	97.9	83
1250	0.50	95.1	90
1250	0.75	94	92
1250	1	89.7	93
1250	1.25	98.5	93
1250	1.5	100	94
1250	2	100	96
1250	4	100	97
1250	8	100	98
1250	12	100	99
1250	16	100	99
1250	24	100	99
1250	72	100	100

Tableau 15 : Comparaison entre les résultats expérimentaux de la référence [43] de la première poudre et les résultats calculés par le modèle.

$D_{initiale}$	$P(\text{Mpa})$	$T(^{\circ}\text{C})$	$t(\text{h})$	$D(\%)$	Modèle(2.5)
65,45	280	1200	01:00	84,86	0.908
65,45	280	1200	02:00	95,05	0.934
65,45	280	1250	01:00	95,17	0.924
71,96	480	1110	00:30	74,21	0.823
71,96	480	1130	02:05	73,58	0.916
71,96	480	1150	01:00	91,20	0.904
71,96	480	1150	02:00	78,00	0.923
71,96	480	1160	02:00	77,56	0.926
71,96	480	1200	01:00	94,19	0.915
71,96	480	1200	02:00	97,63	0.939
71,96	480	1200	00:30	97,10	0.891
71,96	480	1200	02:00	97,63	0.939
71,96	480	1230	02:03	97,02	0.950
76,75	560	1200	01:00	92,85	0.920
76,75	560	1230	01:00	97,12	0.927
76,75	560	1230	02:00	96,67	0.952
76,75	560	1230	02:03	96,42	0.952
76,75	560	1230	03:30	97,21	0.975
83,07	840	1130	02:05	83,75	0.928
83,07	840	1155	02:00	97,18	0.933
83,07	840	1200	00:32	96,93	0.912
83,07	840	1200	03:10	96,41	0.963
83,07	840	1200	02:05	97,86	0.948
83,07	840	1200	01:00	95,01	0.926

Tableau 16 : Comparaison entre les résultats expérimentaux de la deuxième poudre et les résultats calculés par le modèle.

L'écart entre ces résultats est remarquable pour la température de frittage de 1250°C. Cet écart peut être aux:

- La poudre utilisée présente une taille des particules qui n'est pas uniforme. Alors la géométrie du modèle suppose une poudre d'une taille des particules fixe. De ce fait, la géométrie des cous et le nombre de proches voisins calculé diffèrent de la réalité.
- Lors du frittage de la première poudre, Kasser [43] utilisé un ajout activant à la poudre. Cependant, le modèle ne tient pas compte de ce dernier paramètre.
- Le modèle ne tient pas compte de la présence des carbures qui présente un effet remarquable et sur l'élimination de la porosité et l'inhibition du grossissement des grains. Cet effet est complexe puisqu'il y a évolution de la taille de ces carbures et de leurs fractions.

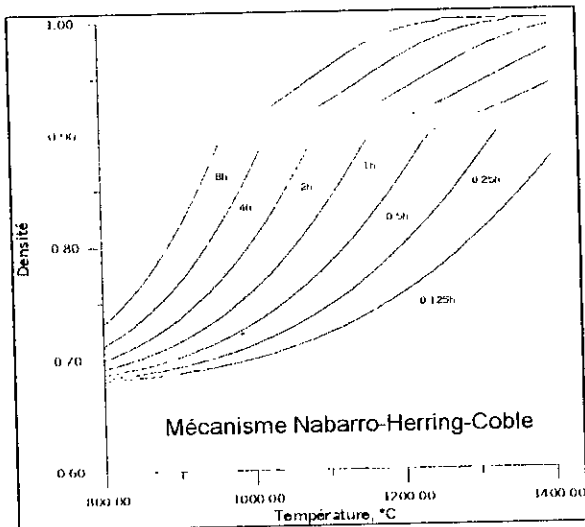


Figure 43: carte de frittage de la 1° poudre T15, ( $D_0=59.7\%$ ,  $R_{moy}=2.4\mu$ ,  $G=2.5\mu$ ,  $P=0.1\text{ atm}$ )

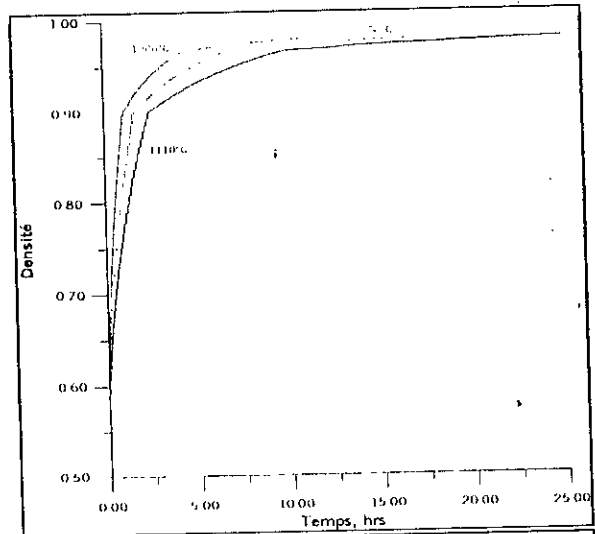


Figure 44 : Exemple de diagramme montrant l'évolution des densités calculées en fonction du temps de frittage pour 1110, 1150, 1200 et 1250°C, pour de la 1° poudre T15.

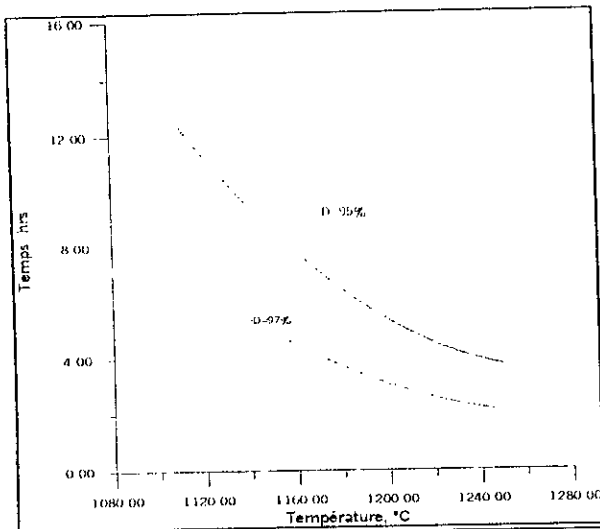


Figure 45 : Exemple de diagramme relatif à la 1° poudre T15, permettant la détermination du temps nécessaire pour atteindre une densité de 95% et 90% pour une température donnée.

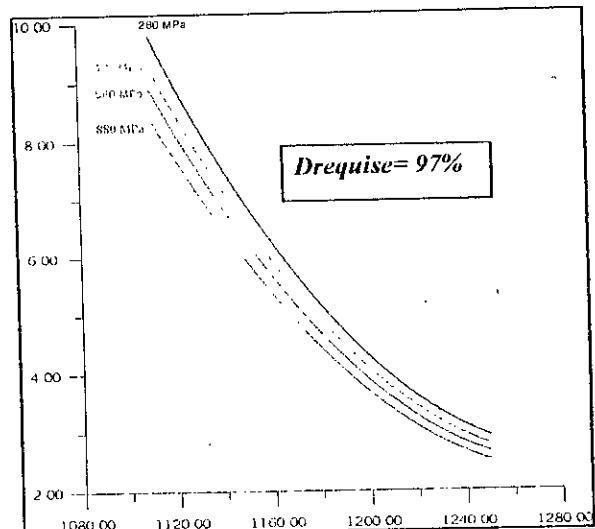


Figure 46 : Diagrammes Temps-température pour les pressions 880, 560, 480 et 280 MPa, nécessaires pour atteindre une densité de 97%, pour la 2° poudre T15.



### **5. Conclusion.**

La comparaison entre les résultats obtenus par le modèle adopté et les résultats expérimentaux montre un écart qui n'est pas négligeable. Comme nous l'avons déjà signalé, cet écart aurait dû principalement aux hypothèses simplificatrices du modèle sur la géométrie et la répartition granulométrique d'une part et à la négligence du rôle des carbures d'une autre part. L'introduction des équations qui tiennent compte de l'effet des carbures (nature et fractions) est nécessaire pour affiner le modèle. L'effet de la répartition granulométrique présente un deuxième paramètre qui contrôle la cinétique du frittage, l'introduction des paramètres de la distribution en tailles (la taille moyenne, la taille maximale, la taille minimale, ... etc.) dans les équations du modèle peut apporter des effets concluants.

## **SUGGESTIONS POUR TRAVAUX ULTERIEURS.**

1. Pour le cas du frittage par le procédé (CAP) de la poudre de forme irrégulière, nous proposons les suggestions suivantes :
  - Etudier l'effet de la lubrification des poudres par sur la densité verte, en utilisant différents lubrifiants.
  - Etudier l'effet de la granulométrie de la poudre sur la profondeur de pénétration. Nous attendons une pénétration plus faible et même nulle pour des granulométrie faibles.
  - Etudier l'effet de la qualité du verre d'encapsulation sur la profondeur de pénétration. Un verre de tension superficielle plus faible et une température de fusion plus grande doit conduire à une pénétration plus faible.
  - Etudier l'effet de la qualité du vide, le temps de dégazage, la température de dégazage sur densité frittée.
  - Etudier l'effet des ajouts activant tels que le bore sur la densification.
  - Etudier l'effet de temps, de la température et de la pression de compactage sur distribution en taille, la dissolution, les fraction volumique des carbures. Cette étude permettra de chercher les conditions optimales pour comprendre l'effet des précipités sur la porosité et la taille des grains.
  
2. Pour le cas de l'étude de la modélisation de la densification par le procédé (CAP) des poudres sphérique et irrégulière, nous proposons les suggestions suivantes :
  - L'introduction des équations qui tiennent compte de l'effet des carbures (nature et fractions) est nécessaire pour affiner le modèle.
  - La modifications des équations du modèle afin de permettre l'introduction des paramètres de la distribution en tailles (taille moyenne, taille maximale, taille minimale, ... etc.).
  - L'introduire une équation qui tient compte de grossissement de grains, pendant le frittage.

## Bibliographie

- [1]. F.V.Lengl - Powder Metallurgy Principles and Applications - Edition (1980).
- [2]. Production of Metal Powders - Metals Handbook - Vol 7, pp.23 - Edition (1987).
- [3]. R.Meyer - Les Techniques de l'ingénieur M862 - (1978).
- [4]. R.M.Germain - Powder Metallurgy sciences - Ed. (1994).
- [5]. M.Santos et al. - 30 Processing Variables and Failure Properties of Water atomized Sintered T15 High speed Steels -
- [6]. ASTM B215-82 - Standard Methods of Sampling finished Lots of Metal Powders.
- [7]. ASTM B214-76 - Sieve analysis of granular metal powders.
- [8]. ASTM B213-83 - Standard method for determining the flow rate of metal powders.
- [9]. ASTM B-212 - Standard method for determining apparent density of loose powder.
- [10]. Mesure des surfaces spécifiques - Tech. de l'Ing. - P 1045, Vol. PII- (1982).
- [11]. T.Allen - Etude des structures: Granulométrie - Tech. de l'Ing. - P1044, Vol. PII - (1988).
- [12]. Advances in Powder Technology - 1981 ASM Material Science Seminar - Oct., USA - (1981).
- [13]. ASTM E352 - Chemical analysis of tool steels and other similar medium and high alloy steels.
- [14]. ASM Committee on physical fundamentals of consolidation - Physical Fundamentals of consolidation - Metals Handbook, Vol 7, P308-321, - (1987).
- [15]. ASTM E112-84 - Standard Methods for Determining Average Grain Size.
- [16]. ASTM E 562 - Standard practice for determining volume fraction by systematic manual point count - (1983).
- [17]. Caractérisation de la texture poreuse des matériaux divisés - P1050, Vol. PII - (1987).
- [18]. ASTM B 312 - Standard test method for green strength for compacted metal powder specimens - (1982).
- [19]. G.Cizeron - Sur les mécanismes de frittage - Institut de Céramiques Française.
- [20]. Chimie physique du frittage - D.Bernache - France 1993.
- [21]. P.Vergnon et F.Juillet - Sur Quelques Mécanismes du Frittage - Rev. Int. Hautes Tempér. et Réfract. t.3, P421-428 - (1966).
- [22]. R.L. Coble - Sintering Crystalline Solids (I); Intermediate and Final State Diffusion Models - J. of Appl. Phys., Vol32, N5 - May - (1961).
- [23]. R.L. Coble - Sintering Crystalline Solids (II); Experimental Test of Diffusion Models in Powder Compacts - J. of Appl. Phys., Vol32, N5-May- 1961.
- [24]. E.Arza, M.E. Ashby - Practical Application of Hot Isostatic Pressing Diagrams ... - Metallurgical Transactions A, Vol.14A, February, P211 - (1983).
- [25]. M.F.Ashby - A First Report on Sintering Diagrams - Acta Metallurgica, Vol.22, March, P275-289- (1974).
- [26]. Harold J Frost & M.F. Ashby - Deformation Mechanism Maps, The Plasticity and creep of Metals and Ceramics - Pergamon, Press - 1<sup>re</sup> Edition 1982.
- [27]. F.B.Swinkels and M.F. Ashby - Overview II : A Second Report on Sintering Diagrams - Acta metall. Vol.29, pp.259-281 - (1981).
- [28]. ASTM-E30-76 - Standard methods for chemical analysis of steel, cast iron, open-hearth iron and wrought iron.
- [29]. Tool Materials - ASM Specialty Handbook - Edited by J.R.Davis - First printing 1995 USA.
- [30]. High Speed Steels - Geoffrey Hoyle - First edition, Butterworths 1988 - Angland
- [31]. Etude de l'optimisation des paramètres de consolidation par procédé CAP d'une poudre d'acier T15- Mini projet de Magister - A.SEHISSEH - 1995
- [32]. PM Methods for the production of H.S.S. - P.BEISS - MPR 1983 N04.
- [33]. P.Hellman, et al. Mod. Developement Powder Met. Vol. 4, 573-582, Plenum press, New York, 1971.
- [34]. K.Zander. Powder Met. Int. Vol. 2, 1970, 129-134.
- [35]. E.A Dickinson, Metal Powder Report. Vol. 32, 1977, 85-88.
- [36]. M.T.Podob, et al. Mod. Developm. Pow. Met. Vol. 13, 71-92, MPIF, 1981.
- [37]. A.R.Johnson, J.C.Hamaker. Met. Eng. Quart. Aug. 1969, 6-12.
- [38]. C.Yong Jia, et al. Mod. Developm. Pow. Met. Vol. 13, 213-227, MPIF, 1981.
- [39]. George J.McManus - New program points up importance of PM in aerospace- Iron Age, February 1, pp.13-16 - (1982).
- [40]. T.H.C Childs. Metals Technology, Vol. 1, 1974, 305-309.
- [41]. Consolidation by Atmospheric Pressure - B.Lynn Ferguson - Metals Handbook - Vol 7, P533-536-1987
- [42]. An alternative method of producing high speed steel - William B.Kent - Universal-Cyclops Specialty Steel Division - Cyclops Coporation -
- [43]. Structural Changes in AISI 316L stainless Steel and T15 Steel Powders during high temperature consolidation by hot forging and the CAP process - Thèse Phd - A.Kasser- University of Scheffield - 1993.
- [44]. Cytemp's powder metallurgy automation project - MPR February, pp.102-106 - (1988).
- [45]. R.L.Lévesque - Les aciers à outils - Vol. M2(II), M332, Tech. de l'Ing. - Ed. (1994).
- [46]. D.A.Karandikar et al. - An Investigation on the Atmospheric Pressure Sintering of a Ferrous Alloy -
- [47]. CAP Challenge to HIP - PM superalloy processing - MPR October, pp.579-580 - (1983).
- [48]. ASTM E 3 - Standard Methods of Preparation of Metallographic Specimens.
- [49]. Vander Voort - Metallography Principles and practice - McGraw-Hill - (1984).
- [50]. ASTM E407 - Microetching Metals and Alloys.
- [51]. ASTM B243 - Standard definitions of terminology used in PM.
- [52]. ASTM E384 - Microhardness of Materials.
- [53]. ASTM E883 - Metallographic Photomicrography.
- [54]. Précis d'analyses d'images - M.Coster et J.L.Chermant - CNRS 1989.
- [55]. A.S.Helle et al. - Acta Metall. Vol.33, N12, P2163-2174, 1985.
- [56]. G.C. Kuczynski - Acta Metallurgica, Vol.4, January 1956.
- [57]. D.S. Wilkinson et al. - Acta Metallurgica, Vol.23, November 1975.
- [58]. E.Arza - Acta metall. Vol.30, pp.1883 to 1890, 1982.
- [59]. F.B.Swinkels and al. - Acta Metall. Vol. 31, N11, pp.1829-1840, 1983.
- [60]. W.B.Li et al. - Acta metall Vol. 35, No.12, pp.2831-2842, 1987.
- [61]. Raymond F.Walker - Journal of the american ceramic Society - Vol. 38, N°6, pp.187-197, 1955.
- [62]. J.G.R.Rockland - Acta Metall, Vol.15, N°2, pp277-286, 1967.
- [63]. Boon Wong et al. - Journal of the American Society - Vol. 62, N°3, pp138-146, 1979.
- [64]. N. Ramakrishnan et al. - Acta metall, Vol. 32, N°3, pp.357-370, 1984.
- [65]. M.N.Ranek et al. - MPR may, 1989.
- [66]. J.W.Ross et al. - Acta met., Vol. 30, pp.203-212, 1982.
- [67]. H.L.Black et al. - Germain Patent N° 29 13 623- Nov., 1980.

## Démonstration des équations utilisées dans le calcul de la densité par la technique d'immersion et calcul de précision

### Calcul de la densité Apparente :

- Concéderons une masse pesée dans l'air (A) d'un matériau poreux,
- Après imprégnation dans le liquide imprégnant (Xylène), la masse augmente et devient (B),
- Au cours de la pesée dans l'eau de la masse imprégnée, si au moment de l'équilibre la masse apparente est (C),

La densité apparente peut être exprimée par la formule suivante :

$$D_{app} = \frac{A}{B - C} \cdot \rho \quad \dots\dots\dots (1)$$

Avec :

- $D_{app}$  : densité apparente,                      -  $\rho$  : densité du liquide (l'eau), dans lequel on fait la pesée.

### Démonstration :

La densité apparente se définit comme le rapport de la masse de l'échantillon, dans l'air (A), sur le volume apparent ( $V_0$ ). Le volume apparent peut être déduit à partir de l'équation d'équilibre du système «masse suspendue par un fil dans l'eau». Ce volume va être exprimé en fonction des paramètres A, B, C et  $m_f$ .

$$D_{app} = \frac{A}{V} \quad \dots\dots\dots (2)$$

En effet :

- A l'équilibre nous avons :  $P = P + P_a$   
Ou  $B.g = C.g + V.\rho.g$

$$\text{D'où : } V = \frac{B - C}{\rho} \quad \dots\dots\dots (3)$$

En injectons la relation (3) dans (2) on retrouve la relation (1).

### Détermination de la porosité ouverte :

La porosité ( $\varepsilon$ ) peut être déterminée par l'estimation du volume de la porosité interconnectée ( $V_0$ ).

$$\text{En effet : } \varepsilon_0 = \frac{V_0}{V} \quad \dots\dots\dots (4)$$

- Avec  $\varepsilon_0$ : Porosité ouverte.  
 $V$ : Volume apparent (ou extérieur),  
 $V_0$ : Volume de la porosité interconnectée.

$$\text{Le volume } V_0 \text{ peut donc être exprimé par : } V_0 = \frac{(W_1 - W_0)}{\rho_x}$$

Avec  $\rho_x$ : densité du Xylène

Et la porosité ouverte devient:

$$\varepsilon_0 = \frac{B - A}{B - C} \cdot \frac{\rho}{\rho_x} \quad \dots\dots\dots (5)$$

### Détermination de la porosité fermée :

La porosité fermée peut être définie comme le complément de la porosité ouverte

$$\text{D'où } \varepsilon_f = 1 - \varepsilon_0 \quad \dots\dots\dots (6)$$

### Remarque :

Dans le cas où la masse du fil de suspension ( $m_f$ ) n'est pas négligeable nous remplaçons la valeur (B) par (B+ $m_f$ ) dans les équations (1,3 et 5). Cependant dans le cas du densimètre que nous avons utilisé ce problème ne se pose pas puisque nous procédons à la pesée (B) et (C) tout en gardant le fil immergé ce qui conduit à la compensation de la grandeur ( $m_f$ ) dans ces équations.

## Correction et calcul d'erreurs

### Corrections

Plusieurs corrections doivent être portées sur la densité calculée. La densité apparente corrigée « $D_{appC}$ » est exprimée de la manière suivante:

$$D_{appC} = D_{app} + \sum C_i$$

### Correction sur la poussée de l'air

Il est évident que la poussée d'air introduit une erreur sur la mesure de la masse et par conséquent sur l'estimation de la densité. Pour le cas des pastilles caractérisées dont le volume se situe autour de  $1\text{cm}^3$ , la quantité à rajouter à la densité estimée est :

$$C_{pa} = 0.001\text{g/cm}^3$$

### Correction due à la profondeur d'immersion

Vu la différence entre la poussée de l'eau sur le porte échantillon, lors de la mesure des deux masses à l'air «A» et dans l'eau «B», due à la différence de niveau d'eau, nous portons une correction (pour un volume moyen de  $1\text{cm}^3$ ) de l'ordre de :

$$C_{pi} = 0.0015\text{g/cm}^3$$

### Correction due à la tension superficielle

L'effet de la tension superficielle introduit une correction qui peut être négligée et est estimée à :

$$C_{ts} = 0.00005\text{g/cm}^3$$

### Correction totale

La correction totale étant la somme de toutes les corrections portées sur la densité calculée :

$$C_{totale} = C_{PA} + C_{PI} + C_{TS} = 0.00255\text{g/cm}^3$$

### Calcul des erreurs

#### Erreur due à la variation de la température

Puisque la précision de mesure du thermomètre utilisé était de  $\pm 0.5^\circ\text{C}$ , nous avons estimé l'erreur due aux fluctuations de la température à :

$$\Delta_T = 0.001\text{g/cm}^3$$

#### Erreur due à la pesée

La balance utilisée a une précision de  $10^{-4}$  g. D'où une erreur sur l'estimation de la densité de :

$$\Delta_m = 0.00078\text{g/cm}^3$$

#### Erreur due à la contamination de l'eau par le Xylène

Nous avons effectué toutes les mesures (une trentaine de mesures) sans que l'eau soit régénérée pour chaque mesure. La détermination de la densité de l'eau après ces mesures montre une augmentation de l'ordre de  $10^{-4}$ , par conséquent une augmentation de la densité des pastilles de l'ordre de  $10^{-3}\text{g/cm}^3$  qui représente l'erreur maximale due à la contamination de l'eau par le Xylène.

$$\Delta_x = 0.001\text{g/cm}^3$$

#### Erreur totale

L'erreur totale étant la somme de toutes les erreurs:

$$\Delta_{totale} = \Delta_T + \Delta_p + \Delta_x = 2,78.10^{-3} \approx 0.003\text{g/cm}^3$$

D'où une précision de l'ordre de :

$$\frac{\Delta_{totale}}{D_{app}} = 0.03\%$$

**ANNEXE B**

**Composition chimique des aciers rapides T et M [29]**

Nuance	C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	W	V	Co
T1	0.65-0.80	0.10-0.40	0.20-0.40	3.75-4.50	0.30 max	...	17.25-18.75	0.90-1.30	...
T2	0.80-0.90	0.20-0.40	0.20-0.40	3.75-4.50	0.30 max	1.0 max	17.50-19.00	1.80-2.40	...
T4	0.70-0.80	0.10-0.40	0.20-0.40	3.75-4.50	0.30 max	0.40-1.00	17.50-19.00	0.80-1.20	4.25-5.75
T5	0.75-0.85	0.20-0.40	0.20-0.40	3.75-5.00	0.30 max	0.50-1.25	17.50-19.00	1.80-2.40	7.00-9.50
T6	0.75-0.85	0.20-0.40	0.20-0.40	4.00-4.75	0.30 max	0.40-1.00	18.50-21.00	1.50-2.10	11.00-13.00
T8	0.75-0.85	0.20-0.40	0.20-0.40	3.75-4.50	0.30 max	0.40-1.00	13.25-14.75	1.80-2.40	4.25-5.75
T15	1.50-1.60	0.15-0.40	0.15-0.40	3.75-5.00	0.30 max	1.00 max.	11.75-13.00	4.50-5.25	4.75-5.25
M1	0.78-0.88	0.15-0.40	0.20-0.50	3.50-4.00	0.30 max	8.20-9.20	1.40-2.10	1.00-1.35	...
M2	0.78-0.88	0.15-0.40	0.20-0.45	3.75-4.50	0.30 max	4.50-5.50	5.50-6.75	1.75-2.20	...
M3	1.00-1.10	0.15-0.40	0.20-0.45	3.75-4.50	0.30 max	4.75-6.50	5.00-6.75	2.25-2.75	...
M4	1.25-1.40	0.15-0.40	0.20-0.45	3.75-4.75	0.30 max	4.25-5.50	5.25-6.50	3.75-4.50	...
M7	0.97-1.05	0.15-0.40	0.20-0.55	3.50-4.00	0.30 max	8.20-9.20	1.40-2.10	1.75-2.25	...
M10	0.84-0.94	0.15-0.40	0.20-0.45	3.75-4.50	0.30 max	7.75-8.50	...	1.80-2.20	...
M30	0.75-0.85	0.15-0.40	0.20-0.45	3.50-4.25	0.30 max	7.75-9.00	1.30-2.30	1.00-1.40	4.50-5.50
M33	0.85-0.92	0.15-0.40	0.15-0.50	3.50-4.00	0.30 max	9.00-10.00	1.30-2.10	1.00-1.35	7.75-8.75
M34	0.85-0.92	0.15-0.40	0.20-0.45	3.50-4.00	0.30 max	7.75-9.20	1.40-2.10	1.90-2.30	7.75-8.75
M35	0.82-0.88	0.15-0.40	0.20-0.45	3.75-4.50	0.30 max	4.50-5.50	5.50-6.75	1.75-2.20	4.50-5.50
M36	0.80-0.90	0.15-0.40	0.20-0.45	3.75-4.50	0.30 max	4.50-5.50	5.50-6.50	1.75-2.25	7.75-8.75
M41	1.05-1.15	0.20-0.60	0.15-0.50	4.50-3.50	0.30 max	3.25-4.25	6.25-7.00	1.75-2.25	4.75-5.75
M42	1.05-1.15	0.15-0.40	0.15-0.65	3.50-4.25	0.30 max	9.00-10.00	1.15-1.85	0.95-1.35	7.75-8.75
M43	1.15-1.25	0.20-0.40	0.15-0.65	3.50-4.25	0.30 max	7.50-8.50	1.25-3.00	1.50-1.75	7.75-8.75
M44	1.10-1.20	0.20-0.40	0.30-0.55	4.00-4.75	0.30 max	6.00-7.00	5.00-5.75	1.85-2.20	11.00-12.25
M46	1.22-1.30	0.20-0.40	0.40-0.65	3.70-4.20	0.30 max	8.00-8.50	1.90-2.20	3.00-3.30	7.80-8.80
M47	1.05-1.15	0.15-0.40	0.20-0.45	3.50-4.00	0.30 max	9.25-10.00	1.30-1.80	1.15-1.35	4.75-5.25
M48	1.42-1.52	0.15-0.40	0.15-0.40	3.50-4.00	0.30 max	4.75-5.50	9.50-10.50	2.75-3.25	8.00-10.00
M62	1.25-1.35	0.15-0.40	0.15-0.40	3.50-4.00	0.30 max	10.00-11.00	5.75-6.50	1.80-2.10	...

*Compositions limites des classes d'acier rapide types T et M (ASTM A600) [réf 29].*

## Traitements thermiques des aciers rapides T et M [29]

Nuance	Recuit *	Dureté HB	Préchauffage	T° austénisation	Temps	T° revenu
T1	870-900	217-255	815-870	1260-1300	2-5	540-595
T2	870-900	223-255	815-870	1260-1300	2-5	540-595
T4	870-900	229-269	815-870	1260-1300	2-5	540-595
T5	870-900	235-277	815-870	1275-1300	2-5	540-595
T6	870-900	248-293	815-870	1275-1300	2-5	540-595
T8	870-900	229-255	815-870	1260-1300	2-5	540-595
T15	870-900	241-277	815-870	1205-1260	2-5	540-650
M1	815-870	207-235	730-845	1175-1220	2-5	540-595
M2	870-900	212-241	730-845	1190-1230	2-5	540-595
M3	870-900	223-255	730-845	1205-1230	2-5	540-595
M4	870-900	248-277	730-845	1205-1230	2-5	540-595
M7	815-870	217-255	730-845	1175-1220	2-5	540-595
M10	815-870	207-235	730-845	1175-1220	2-5	540-595
M30	870-900	235-269	730-845	1205-1230	2-5	540-595
M33	870-900	235-269	730-845	1205-1230	2-5	540-595
M34	870-900	235-269	730-845	1205-1230	2-5	540-595
M36	870-900	235-269	730-845	1220-1245	2-5	540-595
M41	870-900	235-269	730-845	1190-1215	2-5	540-595
M42	870-900	235-269	730-845	1190-1210	2-5	510-595
M43	870-900	248-269	730-845	1190-1215	2-5	510-595
M44	870-900	248-293	730-845	1200-1225	2-5	540-625
M46	870-900	235-269	730-845	1190-1220	2-5	225-265
M47	870-900	235-269	730-845	1180-1205	2-5	225-295

(\*) : vitesse de refroidissement maximale autour de 22 °C/h.

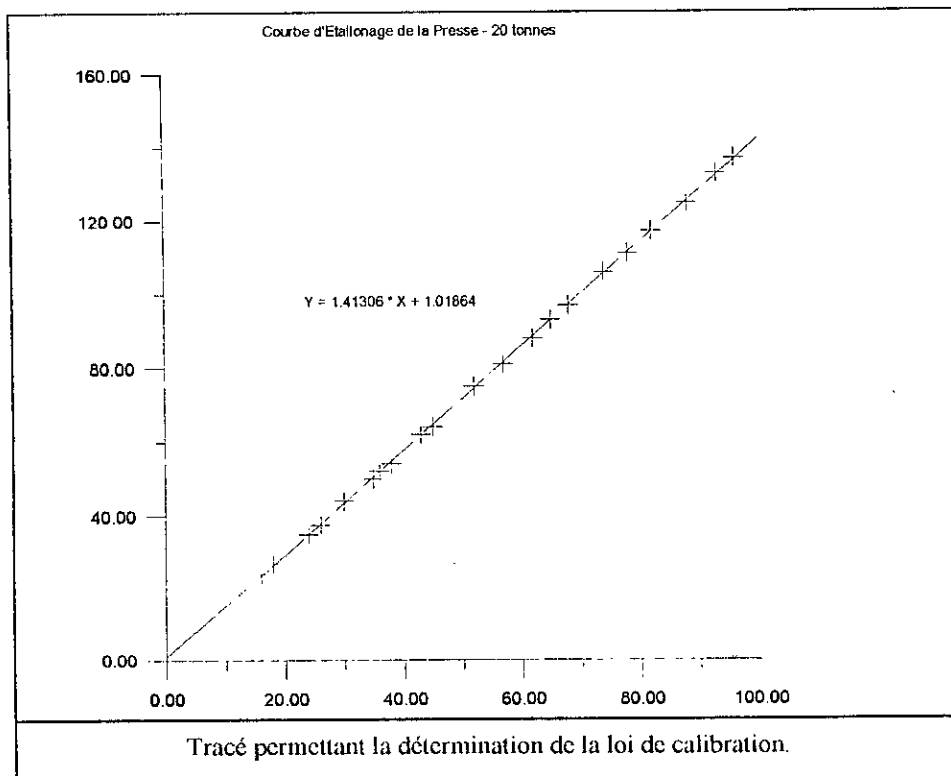
*Traitements thermiques des classes T et M [Réf 29, P295-297].*

## ANNEXE D

### Calibration des efforts de la presse utilisée pour la mise en forme de la poudre

Nous avons procédé à la calibration des efforts lus sur l'afficheur de la presse utilisée à l'aide d'un dynamomètre approprié. Les efforts lus sur le dynamomètre sont donnés en «KNewton» par contre ceux affichés sur la presse qui correspondent à la pression d'huile dans le vérin hydraulique sont donnés en «Bars».

Effort (KN) - Dynamo	Pression (Bar) - Afficheur
16	24
18	27
24	35
26	37.5
30	44
35	50
36	52
38	54
43	62
45	64
52	75
57	81
62	88
65	93
68	97
74	106
78	111
82	117
88	125
93	133
96	137
102	138
108	140
116	141
121	142





## Programme permettant la conversion des fichiers créés par le programme « Granul.bas »

Ce programme est écrit en Pascal Version 7.0 permettant la conversion des fichiers de données issus du programme "Distrib.Bas" en tableaux de fréquences de distributions.

---

### PROGRAMME DCONVERT.PAS

---

```
type
champ=record
Deq,GL,GW:word;
END;

Var F1,F2:text;
    Ch:champ;
    I,Nbr_Deq,J:word;
    Finput,Foutput:string;
begin
write('File input: ');readln(Finput);
write('File output: ');readln(Foutput);
assign(F1,Finput);
assign(F2,Foutput);
rewrite(f2);
for I:=1 to 350 do
begin
reset(f1);
repeat
readln(F1,Ch.Deq);{read(F1,Ch.Deq,Ch.GL,Ch.GW);}
if Ch.Deq=I then Nbr_Deq:=Nbr_Deq+1;
until eof(F1);
if (Nbr_Deq<>0) then writeln(F2,I,'      ',Nbr_Deq);
Nbr_Deq:=0;
close(F1);
end;
close(F2);
end.
```

---

## ANNEXE F : Programme «MAP.PAS » utilisé pour la modélisation

```
{SN+,E+}
Uses winprt;
label 1;

Var
Omega,b,Tm,Mu0,Shear,Yield,D0v,Qv,
dD0b,Qb,n,A_ :extended;
T,P:extended; {Data}
D,R,G,Rmoy,Rmax:extended;
{Geometric Variables}
PO,ZO,DO,C,K,R_e:extended;
Dyild:extended;
Rate_Diff,Rate_Creep,Rate_Nabaro,
Rate_Sum,rate_Sum0:extended;
Dominant:string;
Time,time1 :extended;
valeurf :extended;
Map_Limit:string;{Output file variables}
limit_bound,Map_lim,Bound_tim,
Map_data :string; {Output file variables}
Res,Lim:text;
res_Tim_bound,res_lim_bound,
res_lim_tab,res_lim_data:text;
incr:integer;
{increment les abscises Températures}
q1,q2,q3,q4,q5,q6:extended;
Bound1,bound2,Big:string;
D_max,D_min,D_deb,l:extended;
D_preci:extended;
t_limit,t_limit1,t_preci:extended;
pas:extended;
Path:string;
ch:char;
m,l:word;
{Fonction Top of Three Numbers}
Function top(one,two,three:extended):string;
begin
if (one>two) and (one>three) then Top:='Diffusion';
if (two>one) and (two>three) then Top:='Creep';
if (three>one) and (three>two) then Top:='Nabaro';
end;
Function Puis(argument,exponent:extended):extended;
begin
Puis:=Exp((Ln(argument))^exponent);
end;
Function fp(D:extended):extended;
begin
fp:=2.7^puis((1-D),2/3)
end;
-{Density at Witch Pore Separation and Grain Growth Begin}
```

```
Function Dc(R,Rmax:extended):extended;
begin
Dc:=1-puis((e/3.3)*(1-R/Rmax),3);
{Densité apartir il y a separation pore-joint de grains}
end;
{Read Material Data Procedure - Tool Steel}
Procedure Data;
Begin
Omega:=1.21E-29;{Atomic Volume,(m3)}
b:=2.58E-10;{Burgers vector,(m)}
Tm:=1680;{Melting Temperature,(° K)}
Mu0:=8.1E4;{Shear Modulus, at 300K,(MPa)}
Shear:=-0.85;{Shear modulus,Rapport "Tmdμ/μ0dT"}
Yield:=200;{Yield Strength,(MPa)}
D0v:=3.7E-5;
{Diffusion data, Volume Diffusion Coefficient, (m³/s)}
Qv:=280E3;
{Diffusion data, Volume Diffusion Activation Energy,(J/mol)}
dD0b:=2E-13;
{Diffusion data, Grain Boundary Diffusion Coefficient, (m³/s)}
Qb:=167E3;
{Diffusion data, Grain Boundary Diffusion Activation Energy, J/mol}
n:=7.5; {Creep Data, Exponent}
A_:=1.5E12; {Creep Data, Dorn Constant}
end;
{More Data}
Procedure More_data;{To be revised}
begin
PO:=1E-6; {Outgazing Pressure, MPa}
ZO:=7.7; {Initial Number Contact}
C:=0; {The Slope of radial Distribution Function}
K:=1.3803752263E-23; {Boltzman Constante J/k}
R_:=8.314; {Constante des Gaz Parfaits, J/K.Mol}
e:=5/4;
{Geometric Constant}
{e=5/4 if Rmax>>2*Rmoy and e=3/2 Rmax<=2*Rmoy}
end;
{Temperature Dependent Modulus Procedure}
Function Mu(T:extended):extended;{Shear modulus}
Begin
{Mu0:μ0; shear Modulus at 300°K}
{Shear:Segma}
Mu:=Mu0*(1+((T-300)/Tm)*(Shear));
end;
{Volume diffusion Coefficient}
Function Dv(T:extended):extended;
{D:Coefficient of Diffusion, V:Volume}
Begin
Dv:=D0v*exp(-Qv/(R_*T));
end;
Function dDb(T:extended):extended;
```

```
{d:Delta-Thickness of Boundary, D:Coefficient of Diffusion,
B:Boundary}
Begin
dDb:=dD0b*exp(-Qb/(R_*T));
end;
{Power Law Creep paramètre, "epsilon/sigma"}
Function creep(T:extended):extended;
{"epseilon-point/segma0-puissance n"}
Begin
Creep:=(A_*b*Dv(T))/(K*T^Puis(Mu(T),n-1));
end;
{EQ 01}
{Coordinaance:Z}
Function Z(D:extended):extended;{Z:Coordinaance}
Begin
Z:=12*D;
end;
{EQ 02}
{Area per Particle}
Function a(D:extended):extended;{a:Area per Particle}
Begin
a:=((pi*(D-DO))/(3*(1-DO)))^2*R*R;
end;
{EQ 03 / Neck radius}
Function x(D:extended):extended;{Neck radius}
Begin
x:=R*sqrt((D-DO)/(3*(1-DO)));
end;
{EQ 05 / Curvature of the neck}
Function Roo(R:extended):extended;{Curvature of the neck}
Begin
Roo:=sqrt(x(D))/(2*(R-x(D)));
end;
{EQ 09 / effective pressure}
Function Peff(P,D:extended):extended;
{effective pressure}
Begin
Peff:=P*(1-DO)/(sqrt(D)*(D-DO));
end;
{EQ 10 / Pore Radius}
Function pore(D,R:extended):extended;{Pore Radius}
Begin
Pore:=R*puis(((1-D)/6),1/3);
end;
{EQ 11 / Internal Pressure}
Function Pint(D:extended):extended;{Internal Pressure}
Begin
Pint:=PO*((1-Dc(R;Rmax))^D)/((1-D)*Dc(R,Rmax));
end;
{Densification By Yielding-Pressure limit-1st Stage}
{EQ 13}
```

**ANNEXE F : Programme «MAP.PAS » utilisé pour la modélisation**

```

Function PI1(D:extended):extended;
  {P:Density, l:Limit, 1:1st Stage}
Begin
  PI1:=3*sqr(D)*((D-DO)/(1-DO))*Yield;
end;
  { EQ 15 }
Function Dy1(DO,P:extended):extended;
  {D:Density, y:Yielding, 1:1st Stage}
Begin
  Dy1:=puis((1-DO)*P/(1.3*Yield)+puis(DO,3),1/3);
end;
  { Densification By Yielding-Pressure limit-Last Stage }
  { EQ 16 }
Function PI2(D:extended):extended;
  {P:Density, l:Limit, 2:2nd Stage}
Begin
  PI2:=2*Yield*ln(1/(1-D))/3;
end;
  { EQ 17 }
Function Dy2(P:extended):extended;
  {D:Density, y:Yielding, 2:2nd Stage}
Begin
  Dy2:=1-exp(-3*P/(2*Yield));
end;
  { Densification By interparticle Boundary 1st Stage }
  { EQ 18 }
{Function G(D:extended):extended;
Begin
  G:=(puis((D/DO),1/3)-1)*(2*ZO+C*puis((D/DO),1/3)-1);
end;}
  { EQ 18 }
{Function VDb1(D:extended):extended;
  {V:Densification rate, Db:Boundary Diffusion Mecanisme, 1:1st Stage}
Begin
  VDb1:=(12*puis(D,1/3)*puis(DO,2/3)*(dDb(T)+Roo(D)*Dv(T)))*Omega*
  P/(sqr(D-DO)*K*T*puis(R,3));
  {1E+6: Facteur de correction d'unité}
end;}
  { Densification By interparticle Boundary 1st Stage }
  { EQ 19 / Approximation }
Function VDb1(D,T,P:extended):extended;
  {V:Densification rate, Db:Boundary Diffusion Mecanisme, 1:1st Stage}
Begin
  VDb1:=43E+6*sqr(1-DO)*(dDb(T)+roo(R)*Dv(T))*Omega*
  P/(sqr(D-DO)*K*T*puis(R,3));
  {1E+6: Facteur de correction d'unité}
end;
  {Densification By interparticle Boundary 2nd Stage}
  { EQ 20 }
Function GG(D:extended):extended;

```

```

Begin
  GG:=(1-puis((1-D),2/3))/(3*puis((1-D),2/3)-(1+puis((1-
  D),2/3))*ln(1-D)-3);
end;}
  { EQ 20 }
{Function VDb2(D:extended):extended;
  {V:Densification rate, Db:Boundary Diffusion Mecanisme, 2:2nd Stage}
Begin
  VDb2:=54*(Omega*(dDb(T)+Roo*Dv(T)))/(K*T*R*R)*G
  G(D)*P;
end;}
  { Densification By interparticle Boundary 2nd Stage }
  { EQ 21 / Approximation }
Function VDb2(D,T,P:extended):extended;
  {V:Densification rate, Db:Boundary Diffusion Mecanisme, 2:2nd Stage}
Begin
  VDb2:=54E+6*Omega*(dDb(T)+pore(D,R)*Dv(T))*5*sqr(1-
  D)*P/(K*T*puis(R,3));
end;}
  { Densification By Power Law Creep 1st Stage }
  { EQ 23 }
Function VCr1(D:extended):extended;
  {V:Densification rate, Cr:Creep Mecanisme, 1:1st Stage}
Begin
  VCr1:=5.3*puis(Sqr(D)*DO,1/3)*(x(D)/R)*creep(T)*puis(Peff
  (P,D)/3,n);
end;}
  { Densification By Power Law Creep 2nd Stage }
  { EQ 24 }
Function VCr2(D:extended):extended;
  {V:Densification rate, Cr:Creep Mecanisme, 2:2nd Stage}
Begin
  Vcr2:=(3/2)*Creep(T)*(D*(1-D)/puis(1-
  D,1/n,n))*puis(3*P/(2*n),n);
end;}
  { EQ 26 }
Function VNbc1(D:extended):extended;
  {V:Densification rate, Nbc:Nabaro-Herring and Coble Mecanisme,
  1:1st Stage}
Var Vnabar0:extended;
Begin
  {G:Mean Grain Size-Polycrystalline Powder}
  If G<>0 then
  begin
  VNbc1:=24.9E+6*(Omega/(K*T*sqr(G)))*Puis(sqr(D)*DO,1/
  3)*(x(D)/R)*(Dv(T)+(Pi*dDb(T)/G))*Peff(P,D);
  {le facteur 24.9 est Remplac, par 24.9E-6 pour exprimer la Pression
  en MPa}
  end
  else VNbc1:=0;

```

```

end;
  { EQ 27 }
Function VNbc2(D:extended):extended;
  {V:Densification rate, Nbc:Nabaro-Herring and Coble Mecanisme,
  2:2nd Stage}
Begin
  {G:Mean Grain Size-Polycrystalline Powder}
  If G<>0 then
  begin
  VNbc2:=31.5E+6*(Omega/(K*T*sqr(G)))*(1-
  D)*(Dv(T)+(Pi*dDb(T)/G))*P;
  {le facteur 31.5 est Remplac, par 31.5E-6 pour exprimer la Pression
  en MPA}
  end
  else VNbc2:=0;
end;
  {entete_file }
Procedure head_file_lim;
begin
  write(res_lim_tab,' T=',(T-273):3:0,'°C'; Dyield=
  ',Dyield:1:3);
  write(res_lim_tab,' R=',R:2,' G=',G:1,' P=',P:3:1,'
  DO=',DO:1:3);
  write(res_lim_tab,'');
  write(res_lim_tab,'');
  write(res_lim_tab,' Densité, Rate_Diff Rate_Creep
  Rate_Nabaro Rate_Sum Time ');
  write(res_lim_tab,' Dominant Dv dDb roo ');
  write(res_lim_tab,'');
end;
  {entete_file }
Procedure head_file_data;
begin
  write(res_lim_data,' T=',(T-273):3:0,'°C'; Dyield=
  ',Dyield:1:3);
  write(res_lim_data,' R=',R:2,' G=',G:1,' P=',P:3:1,'
  DO=',DO:1:3);
  write(res_lim_data,'');
  write(res_lim_data,' Densité, Time Rate_Diff
  Rate_Creep Rate_Nabar Rate_Sum Dominant
  Dv);
  write(res_lim_data,' dDb roo');
  write(res_lim_data,'');
end;
  {entete_file_lim_bound}
Procedure head_file_lim_bound;
begin
  write(res_lim_bound,' Density Precision=',D_prci:6;
  R=',R*1E6:2:1,'µm G=',G*1E6:2:1,'µm ');
  write(res_lim_bound,' P=',P:3:1,' DO=',DO:1:2);
  write(res_lim_bound,'');

```

## ANNEXE F : Programme «MAP.PAS » utilisé pour la modélisation

```

writeln(res_lim_bound,' 1st Mecanism      T(°C) Density
Time(h) 1st>2nd Mec);
writeln(res_lim_bound,"");
end;
      { entete_file Timer }
Procedure head_file_Tim;
begin
writeln(res_Tim_bound,"");
write(res_Tim_bound,' Time Boundary=',t_limit:3:3,'(h)';
Precision=');
writeln(res_Tim_bound,t_prci:2:0,'(s) R=',R*1E6:2:1,'µm
G=',G*1E6:2:1,'µm P=',P:3:1,' DO=',DO:1:2);
writeln(res_Tim_bound,"");
write(res_Tim_bound,'Temp,rature (°C) D-0.125h Error
(S) D-0.250h Error (S) ');
write(res_Tim_bound,'D-0.500h      Error (S) D-1h
Error (S) D-2h      Error (S) ');
writeln(res_Tim_bound,'D-4h      Error (S) D-8h
Error (S) D-16h      Error (S)');
writeln(res_Tim_bound,"");
end;
      { Calcul if D<90 % }
Procedure calcul90;(Modèle pour 1° stade)
begin
Rate_Diff:=VDb1(D,T,P);
Rate_Creep:=VCr1(D);
Rate_Nabaro:=VNbc1(D);
end;
      {Calcul if D>90 %}
Procedure calcul100;(Modèle pour 2° stade)
begin
Rate_Diff:=VDb2(D,T,P);
Rate_Creep:=VCr2(D);
Rate_Nabaro:=VNbc2(D);
end;
      {Procédure permettant de déterminer D en fonction du temps}
Procedure tabl_densite_time_100_verticale;
begin
D:=D0;
For incr:=1 to 31 do
Begin
head_file_data;
Repeat
D:=round((1000*D)/1000+0.001;
calcul90;(Modèle du 1° stade)
Rate_Sum0:=Rate_Sum;
Rate_Sum:=Rate_Diff+Rate_Creep+Rate_Nabaro;
If (1000*D)/1000>=Dc(R,Rmax)
then Rate_Sum:=Rate_Sum*fp(D);

```

```

time:=time+2*(0.001)/(rate_Sum0+rate_Sum);
Dominant:=top(Rate_Diff,Rate_Creep,Rate_Nabaro);
write(res_lim_data,' ',D:1:3,' ',(Time/3600):2.'
',Rate_Diff:11,' ',Rate_Creep:11,' ',Rate_Nabaro:11,' ');
writeln(res_lim_data,Rate_Sum:11,' ',Dominant,'
',Dv(T):2,' ',dDb(T):2,' ',Roo(R):2);
Until Round((1000*D)/1000)>=0.90;
Repeat
D:=D+0.001;
calcul100;(Modèle du pour 2° stade)
rate_Sum0:=rate_Sum;
Rate_Sum:=Rate_Diff+Rate_Creep+Rate_Nabaro;
If (1000*D)/1000>=Dc(R,Rmax)
then Rate_Sum:=Rate_Sum*fp(D);
time:=time+2*(0.001)/(rate_Sum0+rate_Sum);
Dominant:=top(Rate_Diff,Rate_Creep,Rate_Nabaro);
write(res_lim_data,' ',D:1:3,' ',(Time/3600):2.'
',Rate_Diff:11,' ',Rate_Creep:11,' ',Rate_Nabaro:11,' ');
writeln(res_lim_data,Rate_Sum:11,' ',Dominant,'
',Dv(T):2,' ',dDb(T):2,' ',Roo(R):2);
Until Round((1000*D)/1000)>=0.999;
writeln(res_lim_data,' ');
writeln(res_lim_data,' ');
Time:=0;
D:=D0;
T:=T+10;
end;
T:=800+273;
D:=D0;
Time:=0;
end;
      {Procédure permettant de déterminer D en fonction du temps}
Procedure tabl_densite_time_100_Horizontale;
begin
D:=D0;
write(res_lim_data,' T(°C) ');
Repeat
D:=D+0.01;
write(res_lim_data,' ',D:1:3,' ');
until Round((1000*D)/1000)>=0.99;
writeln(res_lim_data,"");
D:=D0;
For incr:=1 to 61 do
Begin
      {head_file_data}
write(res_lim_data,' ',(T-273):4:0,' ');
Repeat
D:=D+0.01;
calcul90;(Modèle du pour 1° stade)

```

```

rate_Sum0:=rate_Sum;
Rate_Sum:=Rate_Diff+Rate_Creep+Rate_Nabaro;
time:=time+2*(0.01)/(rate_Sum0+rate_Sum);
Dominant:=top(Rate_Diff,Rate_Creep,Rate_Nabaro);
write(res_lim_data,(Time/3600):2,' ');
Until Round((100*D)/100)>=0.90;
Repeat
D:=D+0.01;
calcul100;(Modèle du pour 2° stade)
rate_Sum0:=rate_Sum;
Rate_Sum:=Rate_Diff+Rate_Creep+Rate_Nabaro;
time:=time+2*(0.01)/(rate_Sum0+rate_Sum);
Dominant:=top(Rate_Diff,Rate_Creep,Rate_Nabaro);
write(res_lim_data,(Time/3600):2,' ');
Until Round((100*D)/100)>=0.99;
writeln(res_lim_data,"");
Time:=0;
D:=D0;
T:=T+10;
end;
T:=800+273;
D:=D0;
Time:=0;
end;
      { Calcul de "D" limite }
Procedure limit_boundaries;
label 1;
begin
Write('Précision de détermination de D= ');
Readln(D_prci);
D_prci:=0.000001; {précision}
head_file_lim_bound;
for incr:=1 to 61 do
begin
head_file_lim;
D:=Round((1000*D0)/1000+0.001;
calcul90;
big:=top(Rate_Diff,Rate_Creep,Rate_Nabaro);
D:=D-0.001;time:=0; {Réinitialisation}
{write(res_lim_bound,' >',Big);}
repeat
repeat
D:=Round((1000*D)/1000+0.001;
if not(Round((1000*D)/1000)>0.90) then begin calcul90;end;
if not(Round((1000*D)/1000)<=0.90) then begin
calcul100;end;
bound1:=top(Rate_Diff,Rate_Creep,Rate_Nabaro);
rate_Sum0:=rate_Sum;
Rate_Sum:=Rate_Diff+Rate_Creep+Rate_Nabaro;

```

## ANNEXE F : Programme «MAP.PAS » utilisé pour la modélisation

```

{If (1000*D)/1000>=Dc(R,Rmax)
then Rate_Sum:=Rate_Sum*fp(D);}
Dominant:=bound1;
time1:=time;
time:=time+2*(0.001)/(rate_Sum0+rate_Sum);
write(res_lim_tab,' ',D:1:3,' ',Rate_Diff:11,'
',Rate_Creep:11,' ',Rate_Nabaro:11,' ');
writeln(res_lim_tab,Rate_Sum:11,' ',(Time/3600):2,'
',Dominant,' ',Dv(T):2,' ',dDb(T):2,' ',Roo(R):2);
until not(big=bound1) or (Round(1000*D)/1000>=0.99);
{if (Round(1000*D)/1000>=0.99) and not(big=bound1) then
begin
writein(res_lim_bound,' ',Big,' ',(T-273):4:0,' ',D:6:4,'
',(Time1/3600):4,' ',big,"Bound2);
goto 1;
end;}
if (Round(1000*D)/1000>=0.99) (and (big=bound1)) then
goto 1;
bound2:=bound1;
D_max:=D;
D_min:=D-0.001;
D_deb:=D-0.001;
l:=0;
repeat
if bound1=big
then
begin
D_min:=D_min+l; D_max:=D_max;end;
if not(bound1=big)
then begin
D_max:=D_max-l; D_min:=D_min;end;
D:=(D_max+D_min)/2;
calcul90;
bound1:=top(Rate_Diff,Rate_Creep,Rate_Nabaro);
l:=(D_max-D_min)/2;
until l<D_prci;
D:=D_max-l/2;
calcul90;
Rate_Sum:=Rate_Diff+Rate_Creep+Rate_Nabaro;
time1:=time+2*(D-D_deb)/(rate_Sum0+rate_Sum);
writein(res_lim_bound,' ',Big,' ',(T-273):4:0,' ',D:6:4,'
',(Time1/3600):4,' ',big,"Bound2);
big:=bound2;
D:=round(1000*D)/1000+0.001;
until Round(1000*D0)/1000>0.99;
writeln(res_lim_bound,"");
1: T:=T+10;
D:=Round(1000*D0)/1000+0.001;
calcul90;

```

```

big:=top(Rate_Diff,Rate_Creep,Rate_Nabaro);
Time:=0;
end;
T:=800+273;
D:=D0;
Time:=0;
end;
{ Calcul les Courbes à temps constant }
Procedure Timer_Boundaryers;
Label 1,2;
begin
D:=D0;
{Write('Pour quel Temps (heures) = ');Readln(t_limit);}
{Write('Pour quel Précision (secondes) = ');Readln(t_prci);}
t_limit:=0.125; {Heures}
t_prci:=1;{Secondes}
t_limit1:=t_limit;
head_file_tim;
for incr:=1 to 61 do
begin
write(res_Tim_bound,' ',(T-273):4:0,' ');
for l:=1 to 8 do
begin
repeat
D:=round(1000*D)/1000+0.001;
if not(round(1000*D)/1000>0.90) then begin calcul90;end;
if not(round(1000*D)/1000<=0.90) then begin
calcul100;end;
rate_Sum0:=rate_Sum;
Rate_Sum:=Rate_Diff+Rate_Creep+Rate_Nabaro;
{If (1000*D)/1000>=Dc(R,Rmax)
then Rate_Sum:=Rate_Sum*fp(D);}
time1:=time;
time:=time+2*(0.001)/(rate_Sum0+rate_Sum);
until
not(Time/3600<t_limit)or(round(1000*D)/1000>=0.9985);
D_max:=D;
D_min:=D-0.001;
D_deb:=D-0.001;
if (round(1000*D)/1000-0.901=0) then
Begin write(res_Tim_bound,'D=0.901?%',' ',-----,' ');
Goto 2;end;
if (time1/3600>t_limit) or ((time/3600>t_limit)
and(time1/3600=0))
then
begin
write(res_Tim_bound,D0:9:7,' ',-----,' ');
Goto 2;

```

```

end;
if ((round(1000*D)/1000>=0.9985)and(time/3600<t_limit))
or((round(1000*D)/1000>=0.9985)and
not(time/3600<t_limit)) then
begin write(res_Tim_bound,'D>0.9985%',' ',-----,' ');
Goto 2;end;
l:=0;m:=0;
repeat
if Time/3600<t_limit
then
begin
D_min:=D_min+l;D_max:=D_max;end;
if Time/3600>t_limit
then
begin D_max:=D_max-l;D_min:=D_min;end;
D:=(D_min+D_max)/2;
pas:=abs(D_deb-D);
if round(1000*D)/1000<=0.90 then calcul90;
if round(1000*D)/1000>0.90 then calcul100;
rate_Sum0:=rate_Sum;
Rate_Sum:=Rate_Diff+Rate_Creep+Rate_Nabaro;
{If (1000*D)/1000>=Dc(R,Rmax)
then Rate_Sum:=Rate_Sum*fp(D);}
time:=time1+2*pas/(rate_Sum0+rate_Sum);
l:=(D_max-D_min)/2;
m:=m+1;
until (abs(Time-t_limit*3600)<t_prci) or (m>100);
write(res_Tim_bound,D:9:7,' ',abs(Time-t_limit*3600):2,'
');
2:t_limit:=2*t_limit;
D:=D0;time:=0;time1:=0;rate_Sum0:=0;rate_Sum:=0;
end;
t_limit:=t_limit1;
writeln(res_Tim_bound,"");
T:=T+10;
m:=0;
D:=D0;
Time:=0;
1:
T:=800+273;
D:=D0;
Time:=0;
end;
{Define Path}.
Procedure Path_define;
begin
Write('Path pour tab1_densite_time_100 (Enter >
"c:\Program\limit") = ');

```

## ANNEXE F : Programme «MAP.PAS » utilisé pour la modélisation

```

Readln(Path);
If path="" then Path:=c:\Program\limit\25_5\;
end;
      { save_to_file }
Procedure Save_to_files_Bnd;
begin
Write('Nom de Fichier de sortie Density_Boundaries
("30_5_bnd")=');
readln(limit_bound);
If limit_bound="" then limit_bound:='30_5_bnd';
assign(res_lim_bound,Path+Limit_bound+'.Seh');
rewrite(res_lim_bound);
end;
Procedure Save_to_files_lim;
begin
Write('Nom de Fichier de sortie Table_Data ("30_5_tab"
=');
readln(Map_lim);
If Map_lim="" then Map_lim:='30_5_tab';
assign(res_lim_tab,Path+map_lim+'.Seh');
rewrite(res_lim_tab);
end;
Procedure Save_to_files_data;
begin
Write('Nom de Fichier de sortie Table_Data("30_5_d")=');
readln(Map_data);
If Map_data="" then Map_data:='30_5_d';
assign(res_lim_data,Path+map_data+'.Seh');
rewrite(res_lim_data);
end;
Procedure Save_to_files_tim;
begin
Write('Nom de Fichier de sortie Time_Boundaries ("timer"
=');
read(Bound_tim);
If Bound_tim="" then Bound_tim:='timer';
assign(res_Tim_bound,Path+Bound_tim+'.Seh');
rewrite(res_Tim_bound);
end;
      { Programme Principal }
Begin
clrscr;
Data;
More_data;
DO:=0.678;
T:=1110 (800)+273 (K);
P:=0.101325 (MPa);
      {Path_define;}
Path:=c:\ashby\helle\40-5\;

```

```

{mkdir('c:\ashby\helle\40-5\);}
{Write('Donner le Rayon des Particules R(µm)= (Esc>
R=15µm) = ');}
{readln(q1);}
{R:=q1*1E-6;}
R:=40E-6;
{Write('Donner la taille moyenne des grains G(µm)= (Esc>
G:=5µm) = ');}
{readln(q2);}
{G:=q2*1E-6;}
G:=5E-6;
Rmax:=65E-6; {il faut voir si Rmax/R<=2 sinon e:=3/2}
if Rmax/R>2 then e:=3/2; {Geometric constant e:=3/2 for wide
distribution}
if Rmax/R<=2 then e:=5/4; {Geometric constant e:=5/4 for
narrow distribution}
if G=0 then G:=2*R;
time:=0;
Repeat
clrscr;
writeln('Tapez 1 pour tabl_densite_time_100');
writeln('Tapez 2 pour Timer_Boundaries');
writeln('Tapez 3 pour limit_boundaries');
ch:=readkey;
case ch of
'1':begin
  Clrscr;
  Write('Construit la table "Density-time");
  Save_to_files_data;
  Write('res_lim_data,' La Table "Density-
time");
  writeln(res_lim_data,',');
  writeln(res_lim_data,',');
  tabl_densite_time_100_Verticale;
  {Si l'incrément de densité est >=0.001}
  {tabl_densite_time_100_Horizontale};
  {Si l'incrément de densité est 0.01}
  close(res_lim_data);
  Write('Search "Density-time" > ',
  Path+map_data+'.Seh');
end;
'2':begin
  Clrscr;
  Write('Construit la table "Timer_Boundaries");
  Save_to_files_tim;
  Write('res_Tim_bound,' La Table
"Timer_Boundaries");
  Timer_Boundaries;
  close(res_Tim_bound);

```

```

  Write('Search "Timer_Boundaries" >
  ',Bound_tim+'.Seh');
end;
'3':begin
  Clrscr;
  Write('Construit la table "Density-Time" et "Limit-
Boundaries");
  Save_to_files_Bnd;
  Save_to_files_lim;
  Write('res_lim_tab,' La Table "Density-
Time");
  Write('res_lim_bound,' La Table "Limit-
Boundaries");
  limit_boundaries;
  close(res_lim_tab);
  close(res_lim_bound);
  Write('Search "Limit-Boundaries" > ',
  Path+Limit_bound+'.Seh');
  Write('Search " Density - Time " > ',
  Path+map_lim+'.Seh');
end;
end;
Until ch=#27;
End.

```

## Terminologie

- **Ajouts**: agents lubrifiant et liant ajoutés à la poudre, soit pour augmenter sa fluidité (coulabilité) pendant la mise en forme dans le but d'améliorer la résistance à vert, soit pour lier les particules l'une à l'autre dans le but d'assurer une mise en forme.
- **CAP**: Procédé de mise en forme par Consolidation sous pression atmosphérique, « Consolidation by Atmospheric Pressing ».
- **Classification**: séparation de la poudre en fractions, selon la taille des particules.
- **Coalescence**: transformation (fusion) de deux objets en un objet plus grand, tel que observé dans le cas des particules en cours de fabrication ou dans le cas des pores et grains durant le frittage.
- **Compact** (comprimé): objet produit par compression d'une poudre (par exemple une poudre métallique).
- **Compaction**: mise en forme, déformation, et densification d'une poudre par application d'une pression à travers les deux poinçon de compactage.
- **compressibilité**: c'est une mesure de l'aptitude d'une poudre au compactage. Le comprimé est produit en suivant une procédure dans laquelle la matrice, la pression, la vitesse d'application de la pression sont spécifiées.
- **Contrôle dimensionnel**: compactage avec de haute pressions et frittage contrôlé afin d'assurer des dimensions uniforme du comprimé.
- **Coordinnance**: nombre de particules proches voisines touchant une particule donnée (en général c'est une moyenne).
- **Cou (ou zone de raccordement)**: zone de raccordement entre particules développée pendant le frittage.
- **Densification**: changement de taux de porosité divisé par le taux de porosité initiale dû au compactage ou au frittage.
- **Densité en vrac**: densité de la poudre estimée dans son conteneur (emballage).
- **Densité apparente**: la masse d'un volume unitaire d'une poudre à l'état libre. Généralement, exprimée en  $g/cm^3$ .
- **Densité tassée**: densité de la poudre obtenue par vibrations, pour un grand nombre de cycles. Cette grandeur caractérise la plus grande densité atteinte par la poudre sans l'apport de la pression.
- **Densité théorique**: densité réelle du cristal d'un matériau. Cette grandeur correspond à la densité limite que peut atteindre un comprimé exempt de pores.
- **Densité verte**: densité mesuré just après l'opération de compactage.
- **Fluage**: déformation dépendant du temps produite sous l'effet d'une contrainte et de la température.
- **Frittage**: Processus thermique qui permet d'augmenter la résistance d'une masse de poudre (ou d'un comprimé) par soudage des particules adjacentes par diffusion ou un autre phénomène de transfert de matière donné. La majorité des propriétés de comprimé de poudre sont améliorées et en particulier la densité.
- **Frittage en phase liquide**: frittage à une température où les deux phases solide et liquide coexistent. Cette coexistence peut être due soit à des réactions soit à une fusion partielle ou à la formation d'un eutectique.
- **HIP**: Procédé de mise en forme par compression isostatique à chaud « Hot Isostatic Pressing ».
- **Imprégnation**: procédé de remplissage de pores d'un matériau poreux par un matériau non métallique tels que l'huile et la résine.
- **Lubrifiant**: substance (en général organique) mélangée avec la poudre ou appliquée sur les parois de la matrice de compactage afin de faciliter le compactage et l'éjection, et minimiser l'usure de l'outil.
- **MDP**: abr. « Métallurgie Des Poudres ».
- **Mesh**: numéro de tamis représentant le nombre de files par pouce (inch), dans une trame carrée. Plus le numéro de tamis est grand plus l'ouverture de tamis est petite.
- **Porosité ouverte**: réseau de pores interconnectés communiquant avec la surface externe du comprimé fritté. Ce terme est généralement utilisé pour indiquer la porosité des matériaux poreux déterminée par la méthode d'immersion.
- **Poudre irrégulière**: poudre dont les particules n'observent pas une symétrie de forme.
- **Résistance à vert**: résistance du comprimé à l'état non fritté.
- **Surface spécifique**: la surface totale d'une poudre rapportée à son poids unitaire.
- **Taux de compactage**: rapport du volume de la poudre à l'état libre sur le volume de comprimé de la même poudre.
- **Travail à chaud**: déformation plastique d'un matériau avec une pression, une vitesse de déformation, une température qui minimisent l'érouissage.