

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique

Ecole Nationale Polytechnique

Département : Métallurgie



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
Ecole Nationale Polytechnique

Mémoire de fin d'études pour l'obtention du diplôme d'Ingénieur d'état
en Métallurgie

Thème :

***CONCEPTION ET REALISATION
D'UNE BAGUE
AUTOLUBRIFIANTE***

Proposé par :

Mr. H. BOUAÏCHA

Dirigé par :

Mr. A. KASSER et Mr. H. BOUAÏCHA

Réalisé par :

OUDJIT Med Zakaria

Effectué à: L'ERIS BATNA

Promotion Juin 2010

ENP : 10, avenue Hacène Badi, El Harrache, Alger

Résumé

L'objectif de ce travail est la conception et la réalisation d'une bague autolubrifiante. Pour cela un travail préliminaire consistant en la caractérisation de la bague d'origine et en la fabrication de l'outillage fut effectué. Une fois ces étapes terminées, la réalisation de la bague a débuté.

Plusieurs granulométries de poudres furent utilisées afin d'obtenir le meilleur pourcentage de porosité ouverte. Porosité ouverte indispensable pour assurer la lubrification.

Mots clés : métallurgie des poudres, bague autolubrifiante, lubrification, porosité ouverte.

Abstract

The objective of this work is the design and implementation of a self-lubricating bearing. For this preliminary work consisting of the characterization of the ring and the original manufacturing plant was completed. Once these steps are completed, the completion of the ring began.

Several sizes of powders were used to obtain the best percentage of open porosity. Open porosity necessary for lubrication

Keywords: powder metallurgy, self-lubricating bearing, lubrication, open porosity.

ملخص

الهدف من هذا العمل هو تصميم وتنفيذ جلبة ذاتية التشحيم. لهذا العمل الأولي التي تتكون من خصائص الحلبة ومصنع الأصلي انتهى. وبمجرد الانتهاء من هذه الخطوات ، الانتهاء من حلقة بدأت. وقد استخدمت العديد من أحجام مساحيق للحصول على أفضل نسبة المسامية مفتوحة. فتح المسامية اللازمة لتزبييت.

كلمات البحث : مسحوق المعادن، خاتم الذاتي التشحيم ، تزبييت ، المسامية

Remerciements

Je présente mes sincères remerciements à tous ceux qui m'ont aidé, dirigé et orienté dans la réalisation de ce travail.

Je cite en particulier :

- Mes encadreurs : Mr. A.KASSER et Mr. H.BOUAICHA ;
- Mr. CHOUAKI, Mr. DJAAFAR et Mr. IDJENADENE.
- Le personnel de l'unité de fabrication des outils au carbure, ainsi que celui du laboratoire physicochimique de l'ERIS BATNA.
- Messieurs les membres du jury.
- Mes chers parents, ainsi que ma sœur.
- Mes amis

Je vous prie de trouver ici mes vifs remerciements et toute ma gratitude.

LISTE DES FIGURES

| | |
|---|----|
| Figure I.1 : Vue schématique d'un atomiseur | 3 |
| Figure I.2 : Pulvérisateur à électrode tournante | 4 |
| Figure I.3 : Exemple de broyeurs | 5 |
| Figure I.4 : | |
| Les différentes variétés de forme des particules de poudre et leur méthode d'obtention | 9 |
| Figure I.5 : Appareil de Hall | 10 |
| Figure II.1 : a) compactage à simple action, b) compactage à double action | 12 |
| Figure II.2 : | |
| Représentation schématique de distribution de la densité dans un aggloméré de poudre | 12 |
| Figure II.3 : Exemples de dispositifs de compactage isostatique | 13 |
| Figure II.4 : Compactage des poudres par laminage | 14 |
| Figure II.5 : | |
| Variation de la densité en fonction de la pression pour différentes poudres métalliques | 16 |
| Figure III.1 : Stades successifs du frittage de poudre sphériques..... | 18 |
| Figure V.1 Plan éclaté du démarreur..... | 27 |
| Figure V.2 Photographie de la bague d'origine..... | 27 |
| Figure V.3 Spectrophotometre d'absorption atomique..... | 28 |
| Figure V.4 Schéma de fonctionnement du SAA | 29 |
| Figure V.5 Densimètre | 30 |
| Figure V.6 Microscopie de la bague d'origine, Grossissement (x50)..... | 32 |
| Figure V.7 Microscopie de la bague d'origine polie, Grossissement (x50)..... | 33 |
| Figure VI.1 Procédé de réduction des oxydes..... | 35 |
| Figure VI.2 Cuivre spongieux..... | 36 |
| Figure VI.3 Tamiseuse..... | 37 |
| Figure VI.4 Mélangeur..... | 38 |
| Figure VI.5 Disposition des éprouvettes dans des nacelles en graphite | 40 |
| Figure VII.1 Différentes morphologies de poudre..... | 46 |
| Figure VII.2 a) Mise à la nuance ; b) Poudre mélangée et lubrifiée..... | 47 |
| Figure VII.3 Bague présentant des stries de compactage..... | 48 |
| Figure VII.4 Photographies comparatives entre 2 états de compression | 49 |
| Figure VII.5 Evolution de la densité de la pièce en fonction de la température de frittage | 50 |
| Figure VII.6 | |
| Evolution du % de la porosité ouverte en fonction de la granulométrie des poudres | 53 |
| Figure VII.7 Une pièce durant l'imprégnation..... | 53 |
| Figure VII.8 | |
| Porosité débouchante de 2 bagues réalisées à partir de poudre à granulométries différentes.. | 54 |
| Figure VII.9 A gauche : bague polie ; A droite bague non polie..... | 55 |
| Figure VII.10 Evolution de la macro dureté en fonction de la granulométrie des poudres | 56 |

LISTE DES TABLEAUX

| | |
|--|----|
| Tableau VII.1 : Composition chimique de la bague d'origine obtenue par SAA..... | 41 |
| Tableau VII.2 : Composition de l'alliage de travail..... | 42 |
| Tableau VII.3 : Masses volumiques et fractions massiques des éléments d'alliage... | 42 |
| Tableau VII.4 : Densités de la bague d'origine..... | 42 |
| Tableau VII.5 : Caractéristiques physiques de la bague d'origine..... | 43 |
| Tableau VII.6 : Valeurs de dureté apparente HV5 de la bague d'origine | 44 |
| Tableau VII.7 Combinaisons des différentes poudres d'alliage..... | 45 |
| Tableau VII.8 Caractéristiques d'un comprimé ayant subit opérations de frittage..... | 50 |
| Tableau VII.9 Valeurs de dureté apparente des bagues réalisées..... | 56 |
| Tableau VII.10 Résultats expérimentaux | |

SOMMAIRE

PARTIE I : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

| | |
|---|----|
| INTRODUCTION GENERALE..... | 01 |
| CHAPITRE I : | |
| PRODUCTION ET CARACTERISATION DES POUDRES..... | 03 |
| I.1 PRODUCTION DES POUDRES METALLIQUES..... | 03 |
| I.1.1 Procédé physique..... | 03 |
| I.1.2 Procédé mécanique..... | 04 |
| I.1.3 Procédé chimique..... | 05 |
| I.1.4 Procédé électrolytique..... | 06 |
| I.2 CARACTERISATION DES POUDRES..... | 06 |
| I.2.1 L'échantillonnage..... | 07 |
| I.2.2 Tests chimiques..... | 07 |
| I.2.3 Analyse granulométrique..... | 07 |
| a) Caractérisation par tamisage | 07 |
| b) Caractérisation par sédimentation..... | 08 |
| c) Caractérisation par microscopie..... | 08 |
| I.2.4 Caractérisation de la forme des particules..... | 09 |
| I.2.5 Compressibilité | 09 |
| I.2.6 Coulabilité et densité apparente..... | 10 |
| CHAPITRE II : | |
| COMPACTAGE..... | 11 |
| II.1 INTRODUCTION..... | 11 |
| II.2 TECHNIQUE DE COMPACTAGE..... | 11 |
| II.2.1 Compactage axial à simple et double action..... | 11 |
| II.2.2 Compactage isostatique..... | 13 |
| II.2.3 Autres techniques de compactage..... | 13 |
| a) Laminage des poudres..... | 13 |
| b) Le moulage par injection..... | 14 |
| c) Extrusion à froid..... | 14 |
| II.3 MECANISME DE COMPACTAGE..... | 15 |
| II.3.1 Distribution des contraintes et de la densité..... | 15 |
| II.4 RELATION ENTRE LES PARAMETRES DE COMPACTAGE..... | 16 |
| II.4.1 Densité-pression | 16 |
| II.4.2 Résistance-densité..... | 17 |
| II.4.3 Résistance-pression de compactage..... | 17 |
| II.4.4 Influence des caractéristiques des poudres..... | 17 |
| CHAPITRE III : | |
| FRITTAGE..... | 18 |
| III.1 INTRODUCTION..... | 18 |
| III.2 FORCE MOTRICE LORS DU FRITTAGE..... | 19 |

| | |
|--|----|
| III.3 MECANISME DU FRITTAGE..... | 19 |
| III.3.1 Evaporation-condensation (ou sublimation)..... | 19 |
| III.3.2 Diffusion superficielle..... | 19 |
| III.3.3 Diffusion en volume..... | 19 |
| III.3.4 Ecoulement plastique..... | 20 |
| III.3.5 Phénomènes chimiques superficiels..... | 20 |
| III.3.6 Recristallisation..... | 20 |
| III.3.7 Grossissement des grains..... | 20 |
| III.4 STADE DE FRITTAGE..... | 20 |
| III.4.1 Stade initial..... | 20 |
| III.4.2 Stade intermédiaire..... | 20 |
| III.4.3 Stade final..... | 21 |
| III.5 FACTEUR INFLUENCANT LE FRITTAGE..... | 21 |
| a) Le temps..... | 21 |
| b) La température..... | 21 |
| c) L'atmosphère..... | 22 |
| d) La densité à vert..... | 22 |
| III.6 FRITTAGE EN PHASE LIQUIDE..... | 22 |
| | |
| CHAPITRE IV : | |
| LE CUIVRE ET SES ALLIAGES..... | 24 |
| | |
| IV.1 INTRODUCTION..... | 24 |
| IV.2 LAITONS..... | 24 |
| IV.2.1 Laitons simples..... | 24 |
| IV.2.2 Laitons au plomb..... | 24 |
| IV.2.3 Laitons spéciaux..... | 24 |
| IV.3 LES BRONZES..... | 25 |
| IV.4 CUPROALUMINIUMS..... | 25 |
| IV.5 MAILLECHORTS..... | 26 |
| | |
| CHAPITRE V : | |
| TRAVAIL PRELIMINAIRE..... | 27 |
| | |
| V.1 CARACTERISATION DE LA PIECE D'ORIGINE..... | 27 |
| V.1.1 Dimensions..... | 28 |
| V.1.2 Composition chimique..... | 28 |
| V.1.2.1 Principe..... | 28 |
| V.1.2.2 Méthode expérimentale..... | 29 |
| V.1.2.3 Titrage du Carbone..... | 30 |
| V.1.3 Masse volumique..... | 30 |
| V.1.4 Porosité ouverte..... | 31 |
| V.1.5 Caractéristiques de l'huile d'imprégnation..... | 31 |
| V.1.6 Dureté..... | 32 |
| V.1.7 Observation microscopique..... | 32 |
| V.2 FABRICATION DE L'OUTILLAGE..... | 34 |
| V.2.1 Dimensionnement..... | 34 |
| V.2.2 Fabrication..... | 34 |

| | |
|--|----|
| CHAPITRE VI : | |
| METHODE EXPERIMENTALE DE REALISATION DE LA BAGUE..... | 35 |
| VI.1 VARIABLES DE FABRICATION | 35 |
| VI.2 PREPARATION DES POUDRES | 35 |
| VI.2.1 Elaboration des poudres | 35 |
| VI.2.1.1 Réduction d'oxydes | 35 |
| VI.2.1.1.1 Poudre de fer | 35 |
| VI.2.1.1.2 Poudre de cuivre | 36 |
| VI.2.1.2 Méthodes mécaniques | 37 |
| VI.2.2 Caractérisation des poudres | 37 |
| VI.2.2.1 Taille des particules | 37 |
| VI.2.2.2 Morphologie des particules | 37 |
| VI.2.3 Mélange et lubrification | 38 |
| VI.3 COMPACTAGE | 39 |
| VI.4 FRITTAGE | 39 |
| VI.5 IMPREGNATION | 40 |
| VI.5.1 Méthode d'imprégnation | 40 |
| CHAPITRE VII: | |
| RESULTATS ET DISCUSSION | 41 |
| VII.1 INTRODUCTION | 41 |
| VII.2 CARACTERISTIQUES DE LA BAGUE D'ORIGINE | 41 |
| VII.2.1 Dimensions | 41 |
| VII.2.2 Composition chimique | 41 |
| VII.2.2.1 Analyse chimique par SAA | 41 |
| VII.2.2.2 Dosage du carbone | 42 |
| VII.2.3 Masse volumique | 42 |
| VII.2.4 Porosité ouverte | 43 |
| VII.2.5 Dureté | 44 |
| VII.3 REALISATION DE LA BAGUE | 45 |
| VII.3.1 Préparation des poudres | 45 |
| VII.3.1.1 Elaboration des poudres | 45 |
| VII.3.1.2 Caractérisation des poudres | 45 |
| VII.3.1.2.1 Tamisage des poudres | 45 |
| VII.3.1.2.2 Observation microscopique des poudres | 46 |
| VII.3.1.3 Mélangeage et lubrification | 46 |
| VII.3.2 Compactage | 48 |
| VII.3.3 Frittage | 50 |
| VII.3.3.1 Détermination et influence de la température | 50 |
| VII.3.3.2 Influence du temps de frittage | 51 |
| VII.3.4 Influence de la granulométrie sur la porosité ouverte | 54 |
| VII.3.5 Résultats de l'imprégnation | 52 |
| VII.3.6 Influence de la granulométrie sur la taille des pores | 54 |
| VII.3.7 Qualité des états de surface | 54 |
| VII.3.8 Dureté | 56 |
| VII.4 Optimisation du procédé de fabrication de bagues autolubrifiantes..... | 57 |
| CONCLUSION GENERALE | |
| PERSPECTIVES | |

INTRODUCTION GENERALE

Contrairement aux procédés conventionnels de mise en forme des métaux tels que la fonderie qui part de métal liquide, la transformation des métaux par déformation qui utilise des brames et des tôles ou encore l'usinage qui démarre d'ébauches métalliques, la métallurgie des poudres comme son nom l'indique met en œuvre des poudres métalliques afin d'obtenir des pièces de très grande qualité.

La MDP comporte 3 grandes étapes : la préparation des poudres de l'élaboration à la lubrification en passant par la caractérisation et le mélangeage ; le compactage des poudres obtenues et enfin le frittage des comprimés.

Hormis le cout élevé des investissements initiaux, la MDP présente beaucoup d'avantages : la quasi suppression de l'usinage, les pièces étant généralement produites aux cotes finales, la quasi absence de pertes de matières premières, une grande diversité des alliages utilisables, une répétabilité pour la production à tres grande série mais aussi la possibilité de fabrication de matériaux poreux impossible à produire autrement.

C'est cette dernière caractéristique que reprennent les bagues autolubrifiantes pour assurer leur rôle de lubrification. Ces pièces ont la particularité de contenir une porosité ouverte pouvant aller jusqu'à 40%. Cette porosité une fois remplie d'huile de lubrification agit comme un véritable réservoir, elle permet au lubrifiant d'enduire un axe qui en raison de sa grande vitesse de rotation l'aspire. Quand cet axe s'immobilise, l'huile regagne son logement par capillarité.

Le reverse engineering ou retro ingénierie est l'activité qui consiste à étudier un objet pour en déterminer le fonctionnement interne ou la méthode de fabrication. Cette discipline a permis la caractérisation d'une douille de guidage d'un axe de démarreur du camion C 260 engin phare de la Société Nationale des Véhicules Industriels (SNVI).

Cette étude a eu pour but la réalisation d'une pièce similaire à celle d'origine. Pour ce faire, plusieurs variables sont intervenus lors de la fabrication : la granulométrie des poudres, le compactage, le temps et la température de frittage.

Afin de bien cerner le sujet, le présent travail comporte 07 chapitres :

Les 04 premiers constituent la partie bibliographique et sont consacrés : A la préparation des poudres ; au compactage ; au frittage des comprimés ; au cuivre et à ses alliages.

Une deuxième partie composée de 03 chapitres est consacrée : A un travail préliminaire servant à la caractérisation de la bague d'origine et à la fabrication de l'outillage ; à la réalisation proprement dite de la pièce : de la préparation des poudres au contrôle de qualité. Et pour finir, une conclusion suivie de perspectives ayant pour but d'orienter de futurs travaux afin de compléter cette étude.

CHAPITRE I :

PRODUCTION ET CARACTERISATION DES POUDRES

I.1 PRODUCTION DES POUDRES METALLIQUES

La production des poudres métalliques constitue le premier stade des processus de la métallurgie des poudres. Elle est d'une très grande importance, car les propriétés du matériau fritté dépendent des caractéristiques des poudres, celles-ci diffèrent selon les procédés de fabrication de cette poudre qui peuvent être classés en quatre groupes essentiels:

- Procédé physique
- Procédé chimique
- Procédé mécanique
- Procédé électrolytique

I.1.1 Procédé physique

Les procédés physiques de production des poudres métalliques sont basés sur la désintégration d'un jet de métal liquide en utilisant un fluide atomiseur. La solidification rapide des gouttelettes liquides dans l'espace transforme le métal liquide à masse initiale continue en une masse de poudre à particules fines discontinues. Cette façon de produire des poudres est appelée atomisation [1]. Le fluide atomiseur peut être un gaz ou un liquide. Si le fluide atomiseur utilisé est un gaz, la forme des particules obtenues est sphérique ; si c'est un liquide la forme sera irrégulière. La taille moyenne des particules de poudre dépend des variables d'atomisation comme la température, la pression du fluide atomiseur, le diamètre du jet métallique, l'angle formé entre les deux jets au point d'impact, la longueur du jet métallique, la nature du produit atomisé...etc. L'atomiseur ainsi que les principaux paramètres d'atomisation sont présentés dans la figure (I.1) ci-dessous :

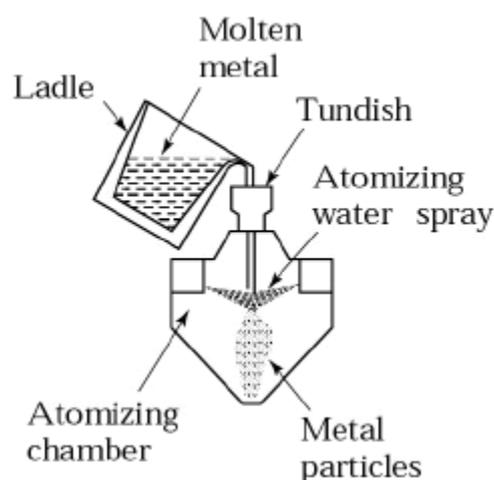


Figure I.1 : Vue schématique d'un atomiseur [2]

Un autre procédé de production des poudres est la méthode de l'électrode tournante, qui consiste à fusionner par un arc électrique le bout frontal d'une barre métallique tournant à grande vitesse (environ 200 tr/min) [4]. Ainsi, sous l'action des forces centrifuges inculquées à la barre, le métal liquide est désintégré puis projeté dans l'espace dans un plan vertical, circulaire et perpendiculaire à la barre. Ainsi, les gouttelettes liquides se solidifient dans l'atmosphère contrôlée de la chambre donnant une poudre à particules sphériques de surface lisse et libre de toute porosité.

Cette méthode est utilisée pour la production des poudres hautement alliées. L'écart de taille entre les particules est très faible. Ce procédé a été conçu et développé par la compagnie américaine *Whittaker Nuclear Metal Division* [3]. La technique est montrée schématiquement dans la figure ci-dessous :

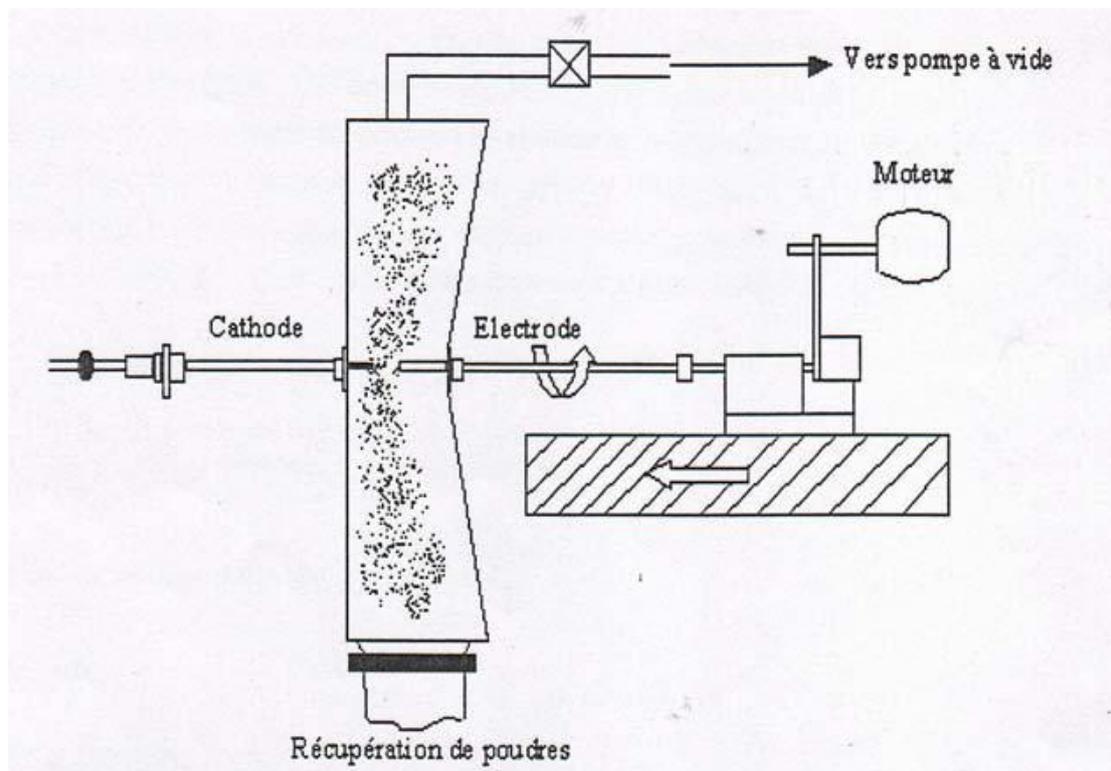


Figure I.2 : Pulvérisateur à électrode tournante

I.1.2 Procédé mécanique

Les procédés mécaniques regroupent toutes les techniques basées sur le broyage des métaux fragiles tels que le manganèse le chrome et certains alliages de cuivre. Si les matériaux à broyer sont ductiles, un traitement préalable de fragilisation à l'hydrogène peut être appliqué pour les rendre fragiles. Des systèmes tels que : Fe-Si, Fe-Cr, Fe-Al peuvent être transformés en poudre en utilisant plusieurs types de broyeurs, comme les broyeurs à boulets, à secousses, à marteaux, à cylindres, les tubes broyeurs, les broyeurs tourbillonnaires ainsi que divers désintégrateurs à choc.

Les broyeurs à mâchoires, à marteaux et à cylindres sont très utilisés pour le broyage grossier. Le broyage fin suit fréquemment le concassage préliminaire, car

celui-ci donne rarement une poudre immédiatement utilisable [4]. Deux principaux procédés de broyage sont importants :

- Le procédé Marco Mesh

Ce procédé est utilisé pour le broyage des copeaux d'usinage d'acier ou de fonte malléable dans des broyeurs à marteau, ce qui permet d'obtenir des poudres d'acier assez grossières pouvant servir à la fabrication des pièces de grandes dimensions.

- Le procédé Cold Stream

Ce procédé est basé sur la projection d'un flux de particules grossières, à la vitesse du son, sur une cible fixe provoquant leur désintégration en fines particules. Ce procédé est utilisé surtout pour l'affinement de la taille des particules jusqu'à environ 2 à 10 μm [5].

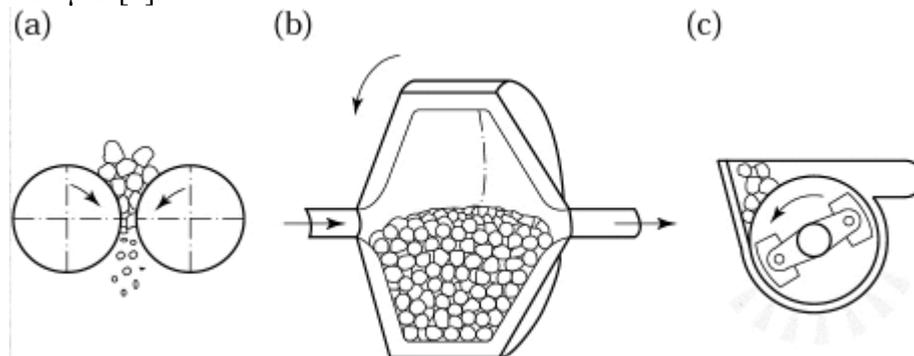


Figure 1.3 : Exemple de broyeurs [6].

a) broyeur à cylindre, b) broyeur à boulet, c) broyeurs à marteau

I.1.3 Procédé chimique

Ce procédé consiste à réduire les oxydes métalliques (à l'état de minerais) en utilisant des agents réducteurs à une température inférieure à la température de fusion du métal. L'agent réducteur utilisé peut être le coke sous forme de poudre ou un gaz réducteur comme l'hydrogène ou le monoxyde de carbone. La poudre obtenue par cette méthode présente des pores dans les particules. A cause de cette porosité, cette poudre est appelée: "sponge powder" [7].

Le procédé connu sous le terme de "Swedish Sponge Iron Process" a été développé par la compagnie suédoise *HOGANAS*. Cette méthode qui permet de produire une grande quantité de poudre de fer, consiste à réduire un minerai de fer très pur par du charbon à une température d'environ 1200 °C en présence de chaux. Après la réduction, on obtient l'éponge de fer qui après broyage, purification par séparation magnétique et recuit réducteur fournit une poudre de taille allant de 10 à 150 μm [8].

Le procédé de décomposition des métaux carbonyles est utilisé pour la préparation des poudres de fer et de nickel très purs. Ces carbonyles liquides à bas point

d'ébullition [43 °C pour Ni(CO)₄ et 103 °C pour Fe(CO)₅], se forment en faisant passer de l'oxyde de carbone sous une pression de 200 bars sur le métal. La décomposition du carbonyle à la pression atmosphérique entre 200 et 300 °C, fournit une poudre à particules sphéroïdales dont la taille varie entre 1 et 50 µm [8].

I.1.4 Procédé électrolytique

L'électrolyse de solutions aqueuses des sels métalliques avec anode soluble ou non soluble est utilisée pour la production de plusieurs poudres métalliques de très haute pureté. Telles que : Fe, Cu, Sn, Cr, Mn...etc. Il existe deux méthodes pour l'électrodéposition.

- La déposition directe d'une poudre de faible adhérence donnant un dépôt spongieux qui est ensuite réduit en poudre fine par broyage mécanique suivi d'un criblage puis d'un recuit.
- La déposition d'un amas dense en couche fragile de métal qui peut être réduit en poudre par broyage mécanique suivi d'un criblage et d'un recuit.

La qualité et la quantité du dépôt électrolytique obtenu dépendent des conditions d'électrolyse comme la composition chimique et la concentration de l'électrolyte, la température du bain, l'agitation de l'électrolyse, et la densité du courant électrique appliquée. Des substances colloïdales qui servent de germes pour une précipitation plus rapide des cristallites, sont fréquemment ajoutées au bain liquide [6].

Les poudres électrolytiques se présentent souvent sous forme de grains à structure dendritique. Leur densité apparente est faible et leur coulabilité est médiocre. Elles s'agglomèrent facilement par imbrication de leurs rameaux dendritiques.

Le plus souvent ces poudres sont broyées, recuites à moyennes températures puis tamisées pour donner la granulométrie désirée, et en même temps pour les rendre plus dense, plus plastique et par conséquent plus compressible si elles sont destinées pour le compactage [2].

I.2 CARACTERSATION DES POUDRES

Le comportement de la poudre pendant le compactage et le frittage, ainsi que les propriétés mécaniques et structurales de produit fritté dépendent des caractéristiques de la poudre qui peut être divisée en trois groupes :

- Caractérisation de la morphologie : La taille des particules, leur forme ainsi que leur distribution dans une masse donnée.
- Les informations cristallographiques de l'échantillon de poudre.
- La composition chimique de l'échantillon de poudre

Il est donc impératif de connaître toutes ces caractéristiques afin de prévoir le comportement de la poudre durant le procédé de fabrication, ainsi que les propriétés finales du produit.

Cependant, les grandeurs suscitées, ne permettent pas, à elle seules d'avoir une approche quantitative de ce comportement, c'est pour cela qu'on a recours à d'autres tests tels que : la coulabilité, la densité apparente, la compressibilité, la résistance à vert et le retrait. Mais avant cela, il faut d'abord s'assurer que l'échantillon prélevé est représentatif de la poudre à caractériser.

I.2.1 L'échantillonnage

Généralement l'échantillon est prélevé au hasard à travers la masse de poudre, cela veut dire que de petits échantillons doivent être prélevés à des intervalles de temps réguliers, si la poudre en question est collectée à travers une chute d'une machine de production, ou alors que ces échantillons doivent être prélevés à des distances régulières si la poudre en question est au repos. Les petits échantillons ainsi prélevés sont alors mélangés ensemble pour former l'échantillon représentatif pour l'ensemble de poudre [9].

I.2.2 Tests chimiques

Les tests chimiques ont pour objectif la caractérisation chimique de la poudre : sa teneur en oxygène, en humidité, et en impuretés (l'oxygène, le carbone, le fer, le silicium).

Une caractéristique importante est la teneur en oxygène, ou taux en oxyde, particulièrement dans le cas d'oxydes difficilement ou non réductible, dans le milieu gazeux de frittage. Cette teneur est déterminée par l'essai de chauffage avec perte dans l'hydrogène [10].

I.2.3 Analyse granulométrique

Une poudre n'est jamais formée de particules d'égales dimensions. La composition granulométrique caractérise la distribution des grains en fonction de leurs dimensions.

L'analyse granulométrique s'effectue par divers procédés. Lorsque les dimensions des grains sont grandes (40 à 500 microns), on utilise une série de tamis.

Pour les grains fins (1 à 40 microns), on peut dénombrer les particules au microscope ou employer des procédés basés sur la formule de Stokes (sédimentation : chute libre, chute dans une colonne liquide ou gazeuse animée d'un mouvement ascendant uniforme) [2].

a) Caractérisation par tamisage

Généralement la poudre est placée au dessus d'une série de tamis, dont la taille des ouvertures diminue du haut en bas. Une vibration mécanique ou sonore permet la séparation de la poudre en un certain nombre de fraction appelée *refus de la taille* en une seule opération, de telle sorte que les particules plus petites que les ouvertures du tamis passent à travers, des tamis de calibre inférieur. Cette technique permet une mesure qualitative, et une séparation en taille rudimentaire.

La taille des particules ainsi mesurées est définie comme étant celle de l'ouverture de tamis qui retient les particules en questions, si celle-ci sont très rapprochées [9].

b) Caractérisation par sédimentation

Cette méthode permet de déterminer la taille des particules d'après leur vitesse de précipitation au sein d'un fluide. En pratique, la relation entre la taille des particules et la vitesse de précipitation est une relation empirique.

Si toutes les particules sont de forme sphérique avec des surfaces lisses et de densité uniforme, alors la loi de Stokes décrit la dynamique des fluides qui stipule qu'aux faibles vitesses, la force de frottement sur un corps sphérique se déplaçant à travers un fluide à vitesse constante est proportionnelle au produit de la vitesse, la viscosité du fluide et le rayon de la sphère. La sédimentation dans les liquides permet de déterminer des tailles de particules allant jusqu'à 0,1µm. La loi de Stokes est donnée par l'équation suivante [9] :

$$v = \frac{g(d-d_f)}{18\mu} \chi^2 \dots\dots\dots(I.1)$$

Où

- v : Vitesse de précipitation (de sédimentation) des particules dans le fluide (m.s⁻¹) ;
- d : Densité des particules (gr.cm⁻³) ;
- d_f : Densité du fluide utilisé (gr.cm⁻³) ;
- g : Accélération de la pesanteur (m.s⁻²) ;
- μ : Viscosité du fluide [poiseuille]. 1poiseuille = 0,1 N.m⁻².s⁻¹ ;
- χ : Diamètre de la particule recherché (m).

c) Caractérisation par microscopie

Elle est considérée comme la méthode standard à partir de laquelle s'inspirent les autres méthodes.

On dispose les particules de poudre sur la platine, une caméra TV balaie la surface recouverte de poudre. On mesure ainsi la taille et la distribution de taille par enregistrement du nombre de particules interceptées par le spot en utilisant la technique de l'intersection linéaire moyenne [11] :

$$D = X_v \frac{(L.10^3)}{N.G} \dots\dots\dots(I.2)$$

- N : Nombre d'intersection entre les particules et le segment test ;
- X_v : Fraction surfacique occupée par les particules du métal dans l'échantillon circulaire.
- L : Longueur du segment moyen en mm, et G : Grossissement.

Pour des particules très fines, on utilise la microscopie électronique en sachant la taille des particules par unité de masse, on peut tracer la courbe qui représente la distribution des tailles dans une masse de poudre donnée. Généralement cette courbe a l'allure d'une cloche.

I.2.4 Caractérisation de la forme des particules

La forme des particules est une caractérisation importante qui doit être tenue en compte pour une utilisation optimale des matériaux en poudre. Le comportement des poudres métalliques tels que la vitesse d'écoulement (coulabilité), la densité apparente, la compressibilité sont tous influencés par la forme et la taille des particules, celle-ci est en fonction du procédé de fabrication, selon la figure (I.4) :

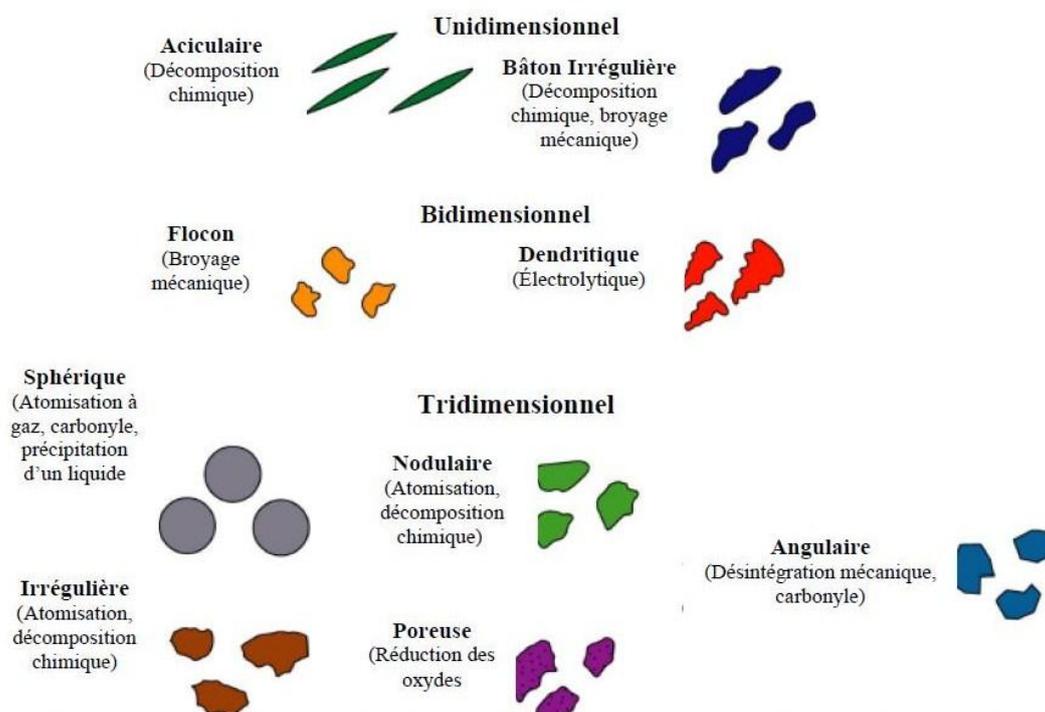


Figure I.4 : Les différentes variétés de forme des particules de poudre et leur méthode d'obtention [9].

La norme 3252 de l'International Standards Organisation (ISO) a dénombré et défini les formes de particules comme montrées dans l'annexe (1).

I.2.5 Compressibilité

L'essai consiste à comprimer une poudre par compactage uniaxial bilatérale dans une matrice. Après éjection de la matrice, on détermine la masse volumique des comprimés.

On peut ainsi soit déterminer la masse volumique pour une pression donnée, soit tracer une courbe de compressibilité en portant la masse volumique en fonction de la pression de compactage.

Cet essai permet également d'estimer l'aptitude à la mise en forme en observant la fragilité des arêtes des comprimés [12].

I.2.6 Coulabilité et densité apparente

La coulabilité et la densité apparente sont déterminées en utilisant l'appareil de Hall, Figure (I.5) :

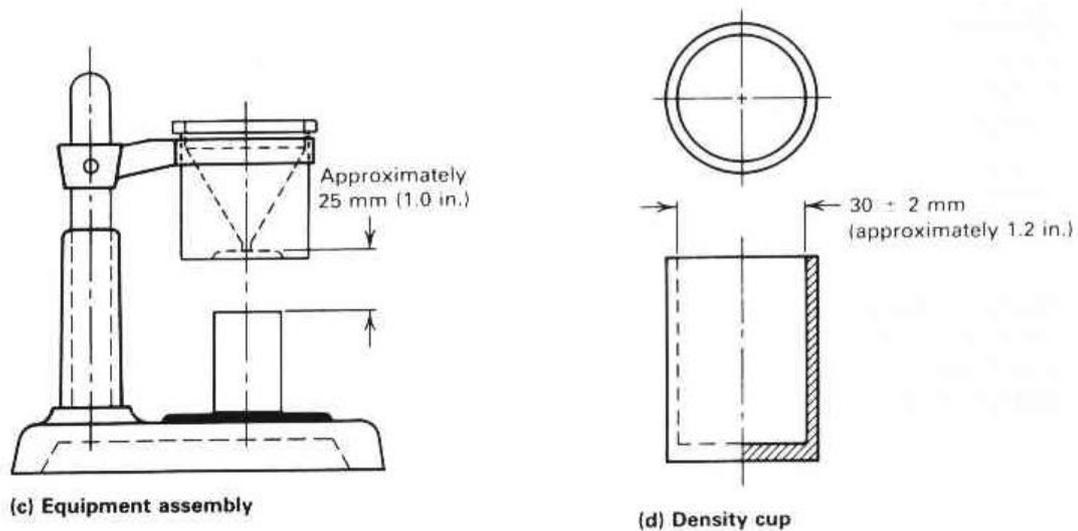


Figure I.5 : appareil de Hall [9].

Pour mesurer la coulabilité, l'opérateur bouche de son doigt le trou de l'entonnoir et y verse 50 g de poudre [11], puis retire son doigt laissant couler la poudre et déclencher en même temps un chronomètre pour mesurer la durée de l'écoulement. Le temps enregistré donne la vitesse d'écoulement.

Pour mesurer la densité apparente, on place sous l'entonnoir de Hall un conteneur cylindrique d'un volume de 25 cm³, une fois celui-ci rempli, on nivelle la poudre à même les bords du cylindre. La masse de la poudre sans le cylindre divisée par le volume est égale à la densité apparente en g/cm³ comme c'est illustré à l'annexe (2) [11].

CHAPITRE II :

COMPACTAGE

II.1 INTRODUCTION

L'agglomération qui précède le frittage s'effectue soit sans compression soit dans la majorité des applications avec compression suivant des techniques diverses. Il s'agit de mettre en contact les particules pour favoriser leur frittage ultérieur et d'obtenir un comprimé dont la forme et les dimensions sont proches de celles de la pièce finie.

Pour des propriétés mécaniques élevées, on recherche dès cette opération une forte masse volumique, autrement dit une porosité résiduelle assez faible.

Cependant avant le compactage, certaines opérations de préparation de la poudre sont nécessaires. Souvent la poudre présente des hétérogénéités granulométriques à cause du phénomène de ségrégation qui peut se produire durant le transport ou les opérations de transvasement.

Le mélange et la lubrification sont les opérations les plus importantes avant le compactage des poudres. Le mélange est nécessaire pour assurer une répartition uniforme et une meilleure lubrification des particules de poudre, il s'effectue en général dans des mélangeurs à double cônes. Le frottement est diminué par la lubrification, qui facilite l'éjection du comprimé et améliore la densification. Les lubrifiants sont solides ou liquides, les plus utilisés sont l'acide stérique, les stéarates métalliques ou les résines synthétiques.

Le compactage est l'étape durant laquelle la majeure partie de densification a lieu. Le comprimé doit avoir une résistance telle qu'il puisse être éjecté et manipulé sans risque de cassure. Cette résistance dépend de la pression appliquée et du type de poudre. Le compactage est le plus souvent uniaxial mais, comme cela conduit à certaines limitations de forme, d'autres moyens sont parfois employés tels que le compactage isostatique. Il existe d'ailleurs de nombreuses méthodes dont le développement industriel est souvent faible mais qui montrent bien la flexibilité du procédé.

II.2 TECHNIQUE DE COMPACTAGE

II.2.1 Compactage axial à simple et double action

Pour réaliser cette opération, on utilise des outils simples tels que : la presse, la matrice et les poinçons.

Pendant le compactage aux matrices rigides, une pression verticale ou horizontale est appliquée à la poudre à travers un ensemble de poinçons qui à leurs tours mobilisent une pression latérale perpendiculaire à l'axe de la matrice. Si l'un des poinçons est fixe, l'autre est mobile, ce compactage est appelé : *compactage à simple action*. Si tous les poinçons sont mobiles, ce compactage est appelé : *compactage à double ou multi- action*, figure (II.1).

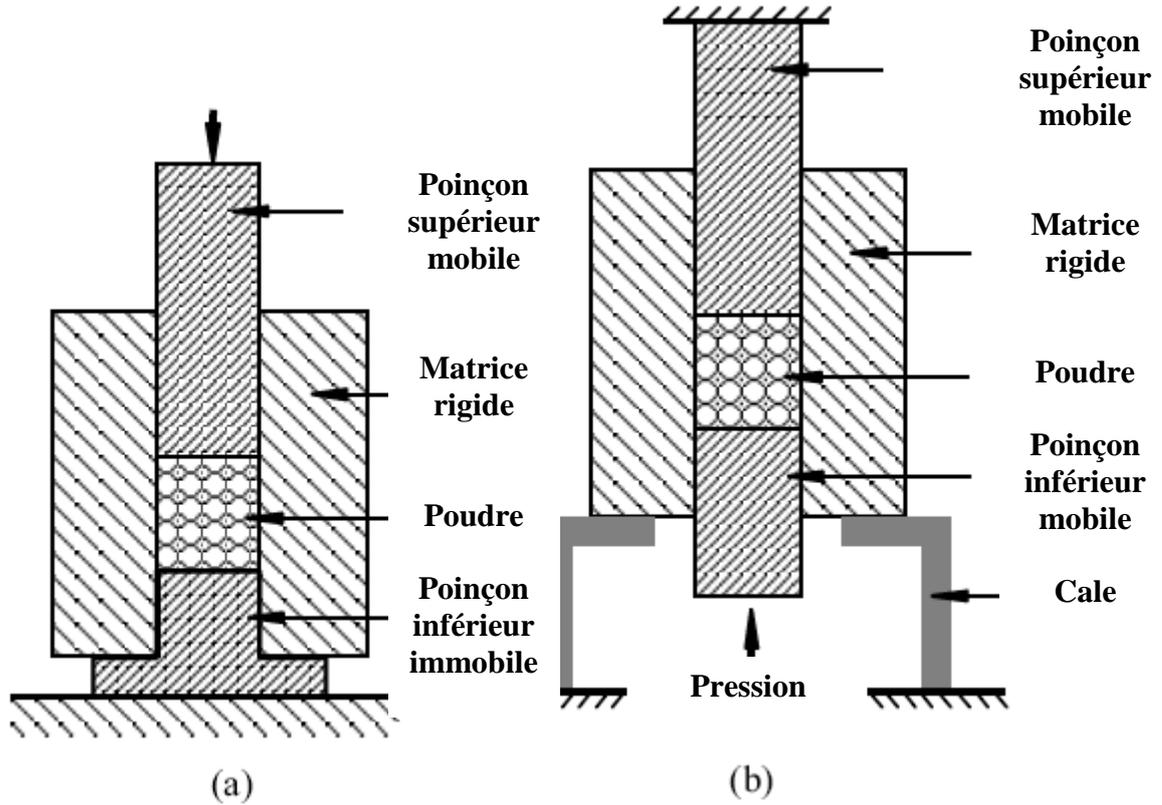


Figure II.1 : a) compactage à simple action, b) compactage à double action.

Généralement les comprimés produits ont une densité entre 85% à 90%. Le plus grand avantage du compactage en matrice rigide est que des pièces de géométrie assez compliquée peuvent être produites à des tolérances assez précises avec des rythmes de production assez grands.

Cependant, des problèmes existent pendant l'utilisation de cette technique, ils sont causé par le frottement entre la poudre et la surface latérale des matrices, ce qui engendre dans les comprimés des régions du haute et de basse densité d'après les mouvements relatifs des poinçons les uns par rapport aux autre comme le montre la figure (II.2) :

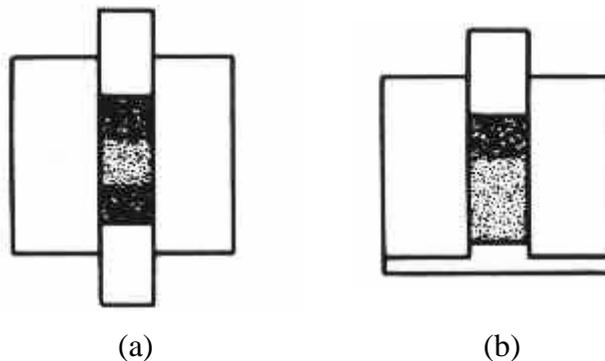


Figure II.2 : Représentation schématique de distribution de la densité dans un aggloméré de poudre [11].

(a) pressé seulement par le haut, (b) pressé par le haut et le bas

Les problèmes d'hétérogénéités de densité observés sur les comprimés ci-dessus peuvent être réduits en utilisant la double ou multi-action, en plus des lubrifiants soit sur la surface latérale des matrices ou mélangés à la poudre.

II.2.2 Compactage isostatique

Dans cette méthode, la pression appliquée à la pièce est uniforme sur l'ensemble de la surface. Pour réaliser le compactage, la poudre est scellée dans une enveloppe flexible immergée dans un fluide sous pression tel que montré sur la figure (II.3). Les surfaces externes de la poudre sont soumises à une pression isotropique.

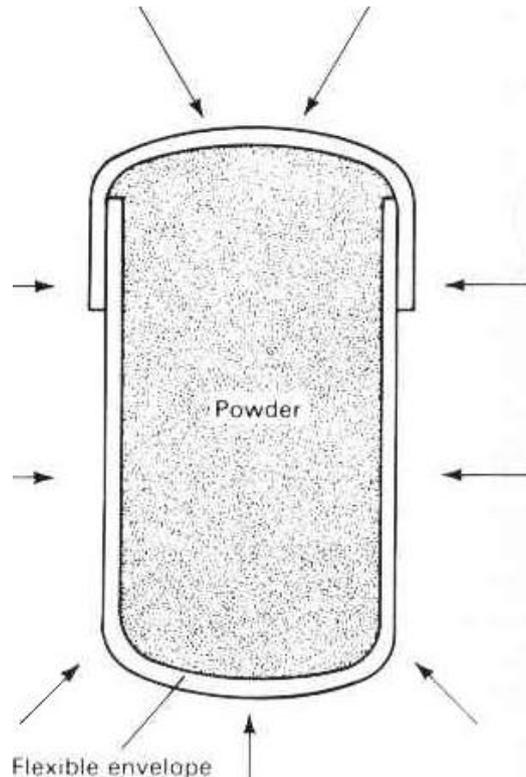


Figure II.3 : Exemples de dispositifs de compactage isostatique [11].

Cette méthode présente l'avantage de donner une meilleure uniformité de la densité et la possibilité de réaliser des pièces de formes compliquées.

Toutefois, on enregistre quelques inconvénients tels que la difficulté de contrôler les dimensions et les rythmes de production bas.

II.2.3 Autres techniques de compactage

a) Laminage des poudres

Le laminage des poudres est utilisé pour la fabrication de certaine forme dont la longueur est beaucoup plus grande que les autres dimensions.

Dans cette technique, la poudre est amenée dans le cylindre à l'aide d'une chute. On passant à travers les cylindres, elle immerge comme une tôle continue et comprimée, telle schématisée sur la figure (II.4). Le produit obtenu est sous forme de bandes, de 2 à 6 mm d'épaisseur, que l'on passe immédiatement dans le four de

frittage. Par la suite, on effectue d'autres passes de déformation avec recuits successifs jusqu'à l'obtention des propriétés désirées.

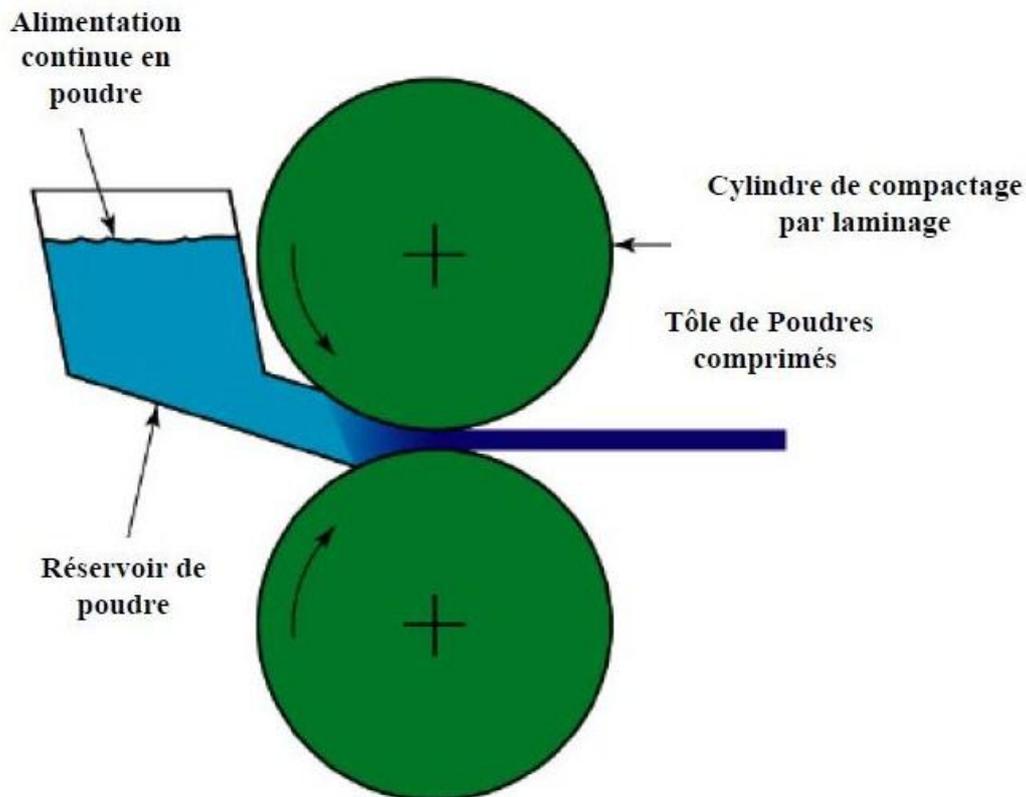


Figure II.4 : Compactage des poudres par laminage [13].

b) Le moulage par injection

La poudre mélangée à un liant organique est injectée dans un moule à une température de 135°C à 205°C et une pression de 140 MPa. Après refroidissement, le liant durcit et on retire la pièce ainsi faite et on la débarrasse du liant par préfrittage, puis on fritte d'une façon similaire à la méthode conventionnelle. Cette technique nécessite l'utilisation des particules très fines pour occuper les angles vifs.

Elle nous permet de réaliser des pièces de géométries complexes impossibles à réaliser par le compactage conventionnel.

c) Extrusion à froid

Les particules de poudres sont mélangées à un liant (ex : matière plastique, graisse) pour être extrudées à froid. Le liant est ensuite volatilisé par un pré-frittage. On obtient par ce procédé des tubes minces, des tubes poreux en inox sans soudure, des fils,...etc.

II.3 MECANISME DE COMPACTAGE

Durant le compactage, on observe plusieurs phénomènes :

- Un stade initial caractérisé par le réarrangement des particules de poudres dans la colonne de la matrice, obtenu par de faibles pressions. Les grands pores sont éliminés par effondrement des ponts interparticules.
- Dans le stade secondaire, les particules de poudres sont déformées élastiquement puis plastiquement par verrouillages inter-particules, sous l’effet d’une grande pression, les zones de contact deviennent aplaties et donc le soudage à froid des particules sous l’effort de cisaillement contribue à la cohésion de l’aggloméré. Pendant la déformation plastique, la poudre durcit par écrouissage rendant difficile la compression ultérieure.
- Le troisième stade s’annonce par la fragmentation des particules sous l’effet de l’écrouissage. Ce stade est atteint aux hautes pressions.

II.3.1 Distribution des contraintes et de la densité

Il faut remarquer qu’il existe une grande différence entre la transmission de la pression dans un liquide et dans une colonne de particules de poudres. Si le liquide est sujet à une pression hydrostatique dans une enceinte fermée, la pression est transmise relativement à toutes les surfaces quelque soit la forme du récipient. Par contre, lorsqu’on applique une pression sur une colonne de poudre emprisonnée dans une enceinte, celle-ci évolue principalement dans la direction de la compression.

Dans le cas des poudres métalliques, la distribution de la contrainte et de la densité dépend de la forme du comprimé et du mode de compactage. Plusieurs approches théoriques ont été faites pour trouver la relation mathématique entre la pression appliquée et la densité. Pour de basses pressions ; Balshin [12] a proposé la relation suivante :

$$\ln P = A \cdot V + B \dots \dots \dots (II.1).$$

Où :

P : est la pression appliquée (MPa).

V : est le volume relatif (%)

A et *B* sont des constantes avec *A* dépend du module d’élasticité.

La relation la plus utilisée est proposée par Heckel [14], et présente la forme suivante :

$$P = \frac{1}{K} \cdot \left[\beta + \ln \frac{1}{1-d} \right] \dots \dots \dots (II.2).$$

Où :

d : est la densité du comprimé

P : est la pression appliquée

K et *B* sont des constantes, déterminés graphiquement à partir de la courbe :

$\ln \frac{1}{1-d} = f(P)$, avec *K* comme pente et *B* ordonnée à l’origine.

Des expériences pratiques menées sur différentes poudres ont montrées que cette relation est linéaire, sauf aux basses pressions (< 100 MPa).

II.4 RELATION ENTRE LES PARAMETRES DE COMPACTAGE

II.4.1 Densité-pression

La compression a un effet direct sur le compactage. Selon Heckel, la densité du comprimé augmente avec la pression appliquée, d’après l’équation suivante :

$$\ln \frac{\epsilon}{\epsilon_0} = -K \cdot P \dots\dots\dots (II.3)$$

Où :

ϵ : est la porosité fractionnelle

ϵ_0 : est la porosité apparente au début de la compression

P : est la pression appliquée

K : est une constante de proportionnalité.

Mais cette équation ne tient pas compte des mécanismes de compactage tels que le réarrangement des particules. C’est ainsi qu’elle a été modifiée comme suit [15] :

$$\ln \epsilon = B - K_1 P - K_2 P^2 \dots\dots\dots (II.4)$$

Où : K_1 et K_2 sont des constantes caractéristiques des mécanismes de densification, et B est le facteur relatif aux réarrangements.

L’effet de la pression sur la densification pour différentes poudres est illustré sur la figure (II.5), où l’on voit bien que les poudres de densité apparente plus élevée sont plus compacter.

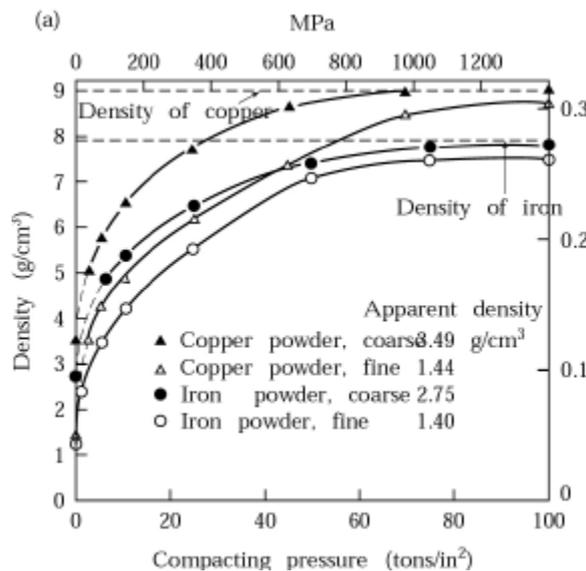


Figure II.5 : Variation de la densité en fonction de la pression pour différentes poudres métalliques [15].

II.4.2 Résistance-densité

Le manque d'uniformité structurale du comprimé favorise la création des pores qui favorisent la formation de fissures et de larges gradients de densité et réduisent dès lors, la résistance du comprimé.

Dans la plupart des cas, la résistance R de l'aggloméré varie avec la densité d selon [15] :

$$R=C.R_0.d^m \dots\dots\dots(\text{II.5})$$

Avec :

$m > 1$

C : est une constante

R_0 : est la résistance du matériau dense (MN.m^{-2}).

La surface et la qualité du contact des particules déterminent la résistance de l'aggloméré : un grand contact, une rugosité élevée et une taille fine des grains donnent une grande résistance de l'aggloméré.

II.4.3 Résistance-pression de compactage

Des relations empiriques montrent que pour de faibles pressions, la résistance augmente avec la pression comme l'indique l'équation suivante :

$$R=R_0.P.B \dots\dots\dots(\text{II.6})$$

Où B est une constante qui dépend du matériau.

Cependant, à haute pression, la ductilité de l'aggloméré est très faible du fait de l'écrasement, ce qui rend la résistance plus faible.

II.4.4 Influence des caractéristiques des poudres

La taille des grains a un effet important sur le frottement interparticules, la taille des pores et l'empilement.

Les poudres grossières et lisses présentent en général, une meilleure densification durant le compactage. Par contre, les poudres fines sont caractérisées par une grande surface spécifique qui implique d'importantes forces de frottement interparticules, ce qui influe négativement sur la résistance à vert et rendent la compression difficile à des hautes densités.

CHAPITRE III :

FRITTAGE

III.1 INTRODUCTION

Le frittage est l'opération de traitement thermique effectué sous atmosphère de protection qui permet une liaison intime physico-chimique entre les grains de poudre agglomérés au préalable ou libres dans un moule. Sous l'influence combinée de la température et du temps le produit seulement aggloméré devient un matériau cohérent plus ou moins compact. La température de frittage est inférieure au point de fusion de la phase la moins fusible de telle sorte que le produit au cours du frittage ou bien reste totalement solide, ou bien reste partiellement solide. Cette évolution entraîne une diminution importante de la porosité initiale de système, et une modification de certaines de ces propriétés dans le sens d'une réduction de l'énergie libre globale de ce système.

Durant le frittage divers phénomènes se produisent et souvent simultanément dans l'ordre général suivant, figure (III.1) [10] :

- Liaison entre les particules, à partir des points de contact des grains agglomérés par compression ; la forme des grains et la pression de compactage favorisent les points de contacts pour le transfert des atomes par diffusion ;
- Développement des plages de contact entre grains ;
- Diminution des vides entre grains jusqu'à la fermeture de ces pores et dans un métal pur ou dans une phase unique, retrait dimensionnel en résultant ;
- Arrondissement des pores et élimination des pores les plus fins ;
- Grossissement des pores restant les plus importants. Il est, de fait, pratiquement impossible d'éliminer totalement tous les pores dans le frittage en solide uniquement ; pour obtenir une compacité totale il est nécessaire de faire appel à une phase liquide d'infiltration dans les pores.

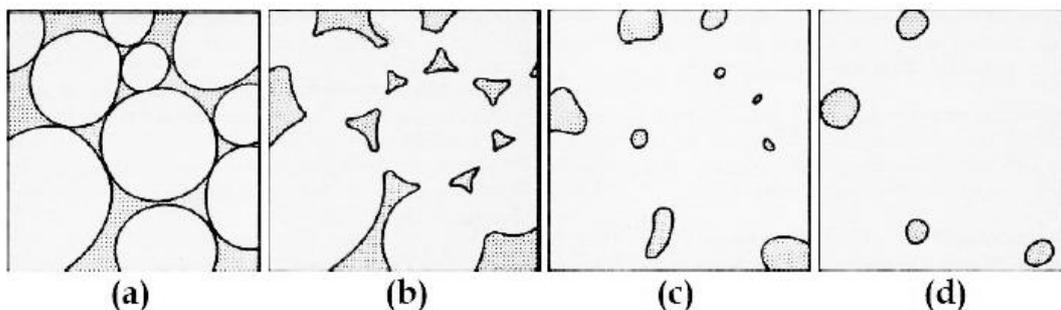


Figure III.1 : Stades successifs du frittage de poudre sphérique : **a)** liaison entre grains ; **b)** développement des surfaces de contact ; **c)** fermeture et isolement des pores ; **d)** arrondissement et élimination des pores [10].

Ces changements sont gouvernés par un nombre de mécanismes de transport de matière en surface et en volume.

III.2 FORCE MOTRICE LORS DU FRITTAGE

D'une façon générale, les forces motrices du frittage sont constituées par l'énergie de surface des particules de poudre. Ces forces exercent des contraintes sur le matériau, ce qui a pour effet d'entraîner des phénomènes d'écoulement de masse par diffusion atomique et donc de réduction de la surface libre et de fermeture des pores.

Avant le frittage, une masse de poudre est considérée comme étant instable, à cause de sa grande énergie qui est liée à la surface libre et donc à la porosité. Au fur et à mesure que le frittage progresse, la surface libre se réduit, les pores s'éliminent et l'énergie de surface diminue. Lorsque la porosité a complètement disparue, l'énergie du système tend à se minimiser, et le matériau fritté est décrit comme étant dans un état énergétique stable similaire à celui d'un matériau solide conventionnel.

Toute la technologie du frittage réside dans la manière avec laquelle une poudre libre, doit être ramenée vers une densité proche de la densité théorique, sans altérer les avantages que procure la (MDP) par rapport à la métallurgie conventionnelle.

Le travail dW fourni pour créer une surface dS , est proportionnel au nombre d'atomes transférés à la surface et la nouvelle surface est créée, c'est-à-dire [16] :

$$dW = \gamma \cdot dS \dots\dots\dots (III.1)$$

Où : γ est la tension de surface (en $J.m^{-2}$)

III.3 MECANISME DU FRITTAGE

Le mécanisme du frittage particulièrement complexe, résulte de la superposition de plusieurs phénomènes physico-chimiques élémentaires de deux types, soit transports de matière, soit transformations :

III.3.1 Evaporation-condensation (ou sublimation)

Tout métal a une tension d'évaporation qui existe déjà à la température ambiante, et qui croît rapidement avec la température. Les éléments et les impuretés en phase gazeuse se transportent d'un grain à l'autre, et des parties convexes vers les parties concaves. L'évaporation est favorisée par activation en atmosphères réductrices d'halogènes.

III.3.2 Diffusion superficielle

Elle se produit à une température qui est environ, en ($^{\circ}C$), les 3/10 de la température de fusion en ($^{\circ}K$). La mobilité des atomes tend, par suite de différence de tension superficielle, à éliminer les parties concaves.

III.3.3 Diffusion en volume

Elle se produit à une température qui est environ, en ($^{\circ}C$), la moitié de la température de fusion en degrés ($^{\circ}K$). C'est le phénomène le plus important du

frittage. Il résulte de la mobilité interne des atomes dans les grains et du phénomène classique de diffusion par suite des gradients de concentrations. Ce phénomène est fonction du temps.

III.3.4 Ecoulement plastique

Il se développe à haute température, car la tension critique de déformation du métal est d'autant plus faible que la température est plus élevée, et cette tension est si faible que des glissements se produisent pour des efforts du même ordre de grandeur que la tension superficielle des grains. On a donc un phénomène de fluage local, fonction du temps.

III.3.5 Phénomènes chimiques superficiels

Ils ont lieu à toutes les températures, mais surtout à la température de début du frittage. Il y a mise à nu du métal par suite de réduction des oxydes, et dégazage des grains (atmosphères réductrices, frittage sous vide).

III.3.6 Recristallisation

Elle est fonction de la température, du temps, et aussi du taux d'écroutissage. Les grains de poudre ont été écroutis au cours de la compression, donc au cours du frittage on a les phénomènes classiques de destruction des tensions, de restauration, d'apparition de germes, de grossissement des germes, de grossissement des cristaux suivant de nouveaux réseaux.

III.3.7 Grossissement des grains

C'est la phase qui suit la recristallisation, elle est aussi fonction du temps et de la température. Elle diminue les vides (pores) entre les grains de poudre initiaux. Ces pores tendent vers de très petites sphères, mais, il reste toujours une faible porosité.

III.4 STADE DE FRITTAGE

Durant le frittage, on distingue trois stades :

III.4.1 Stade initial

Durant le stade initial, les ponts se forment entre les particules. Cette création des ponts est accompagnée d'une baisse importante de l'énergie de surface, ainsi que des surfaces libres. La structure des pores est, à ce moment, ouverte et complètement interconnectée.

III.4.2 Stade intermédiaire

Ce stade est caractérisé par une importante densification qui s'accompagne d'un grossissement de grain et une importante croissance du diamètre des ponts. Il est à noter que pratiquement toute la densification de l'agrégat se produit durant ce stade.

La structure des pores est aussi à ce moment beaucoup plus lisse. Les pores eux-mêmes sont interconnectés et possèdent une structure cylindrique. Il devient à ce moment plus facile de considérer l'ensemble d'un point de vue particules-pores plutôt que d'un point de vue de ponts entre particules.

On observe les mêmes mécanismes de transport de matière que dans le stade initial, en particulier la diffusion volumique. Les pores prennent une forme cylindrique de taille uniforme et se localisent au niveau des joints de grains de forme polyédrique.

III.4.3 Stade final

Le stade final est un processus très lent où les pores auparavant de forme cylindrique, s'effondrent pour former des pores complètement sphériques, rétrécissent au fur et à mesure par mécanisme de transport en volume. Ils se localisent au niveau des points triples des joints de grains avant de s'isoler complètement à l'intérieur des grains.

La porosité est à ce moment est entre 10% et 5% et la densification peut être considérée comme étant importante

Un temps de frittage prolongé provoque la coalescence des pores par phénomène dit d'Oswald-Ripening.

Durant ce stade, les mécanismes de transport de matière en surface demeurent actifs donnant des pores sphériques. Par un maintien suffisamment long, nous pouvons atteindre la densité théorique [15].

III.5 FACTEURS INFLUENCANT LE FRITTAGE

Un certain nombre de facteurs influencent le frittage, tels que :

III.5.1 Le temps

Il peut s'étendre de quelques minutes à une heure et plus rarement jusqu'à plusieurs heures. C'est le facteur important pour le développement de la diffusion en volume, de la recristallisation et du grossissement des grains avec réduction de la porosité. Du point de vue des propriétés mécaniques, le temps de frittage a pour effet de modifier, à divers degrés, la limite élastique en traction, la résistance mécanique, ainsi que le pourcentage d'élongation des pièces frittées. Un temps de frittage plus long aura pour effet d'augmenter ces propriétés. De plus, plus le temps de frittage est long, plus les changements dimensionnels risquent d'être importants, jusqu'à une certaine limite, au-delà de laquelle les changements se produisent moins rapidement. Il est généralement recommandé d'augmenter la température de frittage, plutôt que le temps de frittage, pour obtenir des frittages plus complets [17].

III.5.2 La température

Elle joue un rôle important lors du frittage. En général, plus cette température est élevée, plus le frittage se produit rapidement. Elle est difficile à définir théoriquement, car elle dépend de nombreux facteurs. On admet que la température minimale de frittage à partir de laquelle le maintien durant un temps limité permet l'obtention des

caractéristiques essentielles, exprimée en ($^{\circ}\text{K}$), est voisine des deux tiers ou des trois quarts de la température de fusion en ($^{\circ}\text{K}$).

III.5.3 L'atmosphère

L'atmosphère de frittage a comme rôle principal de brûler le lubrifiant présent dans la poudre, de réduire les oxydes et d'aider la diffusion complète et uniforme d'éléments tels que le cuivre et le carbone [18].

III.5.4 la densité à vert

Plus la densité à vert est faible, plus il y a de frittage et plus les changements dimensionnels sont importants. De plus, la distribution de densité dans une pièce est un facteur tout aussi important que la valeur de la densité à vert en ce qui concerne les dimensions finales des pièces soumises au frittage, une densité non-uniforme étant la cause de gauchissements des pièces et de retraits dimensionnels non-uniformes.

III.6 FRITTAGE EN PHASE LIQUIDE

Dans le cas du frittage en phase liquide, l'aggloméré de départ est en réalité un mélange d'une poudre à haut point de fusion et d'assez fine granulométrie avec une poudre à plus bas point de fusion et de granulométrie quelconque. De nombreux phénomènes interviennent : diffusion en phase liquide, mouillage, remplissage des pores par la phase liquide, frittage entre particules solides en contact mutuel.

Si l'on suppose que le mouillage est parfait, lorsqu'on arrive à la température où l'un des deux éléments du système commence à fondre, les interfaces solide-gaz disparaissent. Ou bien les gaz enfermés primitivement dans les pores lors de la compression sont chassés vers l'extérieur, et il ne reste plus de pores à l'intérieur du compact, ou bien, et c'est le cas le plus probable, les gaz occlus constituent des bulles qui persistent plus ou moins longtemps dans le liquide. La pression interne qui règne dans ces bulles atteint une valeur considérable et crée une pression hydrostatique dans l'ensemble, permettant un déplacement des particules solides dans le liquide.

Lorsque le réarrangement des particules solides est terminé, ces dernières arrivent à être localement en contact les unes avec les autres, le liquide créant au voisinage des points de contact des « veines » liquides capables d'engendrer une pression capillaire. Cette pression a pour conséquence d'augmenter la solubilité du solide aux points de contact. Cette dissolution est complétée par une précipitation en des zones plus éloignées : c'est le mécanisme de dissolution-précipitation.

On observe parfois un dernier stade, appelé coalescence, qui correspond à la soudure de particules de la phase solide indépendamment du liquide, et à la croissance des grains.

Le frittage en phase liquide présente un certain nombre d'avantages : durée de l'opération en général plus courte, pression de mise en forme préalable des

agglomérés nettement réduite, meilleure possibilité de réaliser des pièces de grandes dimensions et, enfin, obtention relativement facile de densités très voisines de la densité théorique du métal.

CHAPITRE IV :

LE CUIVRE ET SES ALLIAGES

IV.1 INTRODUCTION

On estime que plus de 70% de la production de cuivre est utilisée à l'état de cuivre pur pour la fabrication de fils électriques, de laminés, de tubes. Le reste sert à élaborer les très nombreux alliages de cuivre dont l'importance est considérable. Les plus fabriqués d'entre eux sont les laitons dénommés cuivre jaune. Viennent ensuite les bronzes, les cuproaluminiums, les cupronickels, les cuprochromes, les cuprobéryliums, etc...

IV.2 LAITONS

Alliages à base de cuivre contenant de 5 à 45 % de zinc.

IV.2.1 Laitons simples

Laitons simples ou binaires, ils ont pour seuls constituant le cuivre et le zinc. Au fur et à mesure que la teneur en zinc augmente la température de fusion et la conductibilité électrique de l'alliage diminuent alors que ses qualités de résistance mécanique et de dureté augmentent.

La conductibilité électrique du cuivre a été prise comme référence et sa résistivité d'une valeur de $1,724.10^{-8} \Omega.m$ à 20 °C à l'état recuit est l'étalon de mesure. La conductivité du cuivre est alors prise par définition comme étant égale à 100 % IACS (de l'anglais *International Annealed Copper Standard.*). Seul l'argent a des performances supérieures avec une conductivité de 106 % IACS.

IV.2.2 Laitons au plomb

Laitons de décolletage, ils contiennent environ 40 % de zinc et de 1 à 3 % de plomb. Ils sont parmi les matériaux ceux qui présentent la meilleure aptitude au décolletage. En effet, le plomb étant pratiquement insoluble dans les laitons est disséminé en fins nodules qui provoquent une bonne fragmentation des copeaux lors des opérations de décolletage sur tour automatique.

Les laitons au plomb possèdent d'autre part une excellente malléabilité à chaud mise à profit lors d'opérations de matriçage.

Le plomb agit aussi comme lubrifiant.

IV.2.3 Laitons spéciaux

Très nombreux. Ils résultent de l'incorporation d'un ou plusieurs éléments d'addition dont les plus fréquents sont Sn, Al, Mn, Ni, Fe, Si, As, etc...

IV.3 LES BRONZES

Alliages à base de cuivre contenant entre 3 et 20 % d'étain. En raison de leur excellente aptitude au moulage, les bronzes sont largement utilisés en fonderie. Là encore, s'ajoutent aux bronzes simples ou bronzes binaires, les bronzes plus complexes renfermant des éléments d'addition supplémentaires tels que P, Zn, Pb.

Le bronze est très utilisé dans l'industrie électronique sous forme de bandes fabriquées par coulée continue et subissant avant le laminage un traitement d'homogénéisation à haute température.

On désigne parfois, d'une façon générale, par le terme bronze des alliages du cuivre avec un autre métal que l'étain. C'est le cas des bronzes d'aluminium, des bronzes de béryllium, de nickel, de tungstène, etc...

Le bronze est connu depuis longtemps, il a donné son nom à une période de la préhistoire au cours de laquelle s'est diffusée la métallurgie du bronze. L'âge du bronze (-2000) à précédé l'âge du Fer (-1000 a.v. J.C.) On peut distinguer deux types de bronzes : Les bronzes ordinaires : La teneur en étain varie de 4 à 22 % et peuvent contenir jusqu'à 5 % de zinc afin d'améliorer les propriétés de fonderie (œuvres d'art et monnaies). Les bronzes spéciaux : Ce sont des alliages cuivre + étain auxquels ont rajoute du nickel, phosphore, aluminium, plomb, pour en modifier la constitution (utilisateurs Marine et S N C F).

IV.4 CUPROALUMINIUMS

Alliages à base de cuivre et contenant de 4 à 15 % d'aluminium avec possibilité d'addition simultanée de Fe, Ni, Mn à des teneurs maximales de 5 % pour chacun de ces métaux.

Cupronickels

Alliages dits de substitution. l'akkiage renfermant 20 % de nickel est l'un des plus ductiles parmi les alliages commerciaux.

Deux métaux A et B répondant à certaines conditions de taille, de structure cristalline, d'électronégativité, etc (règles de Hume - Rothery) peuvent former des solutions solides de substitution sur l'ensemble du domaine de concentrations. Par exemple, le cuivre et l'or de même configuration électronique, de même structure cristalline C.F.C. et de rayons métalliques voisins (128 et 144 pm respectivement) peuvent former une solution $\text{Cu}_x\text{Au}_{1-x}$ en toutes proportions ($0 < x < 1$).

Les solubilités mutuelles d'autres métaux plus différents sont limitées. Il apparaît alors pour des concentrations intermédiaires des phases intermétalliques ou composés électroniques caractérisés par une structure et des propriétés propres ; c'est le cas des phases CuZn , Cu_5Zn_8 et CuZn_3 .

IV.5 MAILLECHORTS

Alliages ternaire à base de cuivre et contenant de 20 à 28 % de zinc et de 9 à 26 % de nickel. Leur résistance à la corrosion est plus faible que celle des cupronickels. Très utilisés en orfèvrerie où ils peuvent être aisément argentés, chromés ou nickelés. Cuivres faiblement alliés

Alliages contenant des éléments d'addition en faible quantité représentant en général une teneur de 1 % au maximum. Les éléments d'addition permettent d'améliorer les caractéristiques du cuivre sans modifier de façon trop importante les propriétés fondamentales qui sont ses conductivités électrique et thermique et d'autre part sa résistance à la corrosion.

Les principaux sont le cuivre à l'argent, au cadmium, au tellure, au chrome, au béryllium. Ce dernier est le plus performant sur le plan mécanique; après un traitement thermique durant lequel le béryllium précipite sous forme de petites plaquettes, cet alliage présente des caractéristiques mécaniques analogues à celles de certains aciers sur lesquels il présente en outre de nombreux avantages : limite d'élasticité élevée, meilleure résistance à la corrosion, excellente aptitude au moulage, etc..La charge à la rupture d'un alliage chargé à 2 % de Be peut atteindre 1200 MPa alors que le cuivre recuit seul présente seulement une valeur de R_m de 230 MPa. La conductibilité est fortement réduite à 20 % IACS.

CHAPITRE V :

TRAVAIL PRELIMINAIRE

VI.1 CARACTERISATION DE LA PIECE D'ORIGINE :

C'est une douille de guidage auto-lubrifiée de l'axe d'un démarreur pour poids lourds en l'occurrence le C260 (modèle de la SNVI) illustrée ci-dessous :

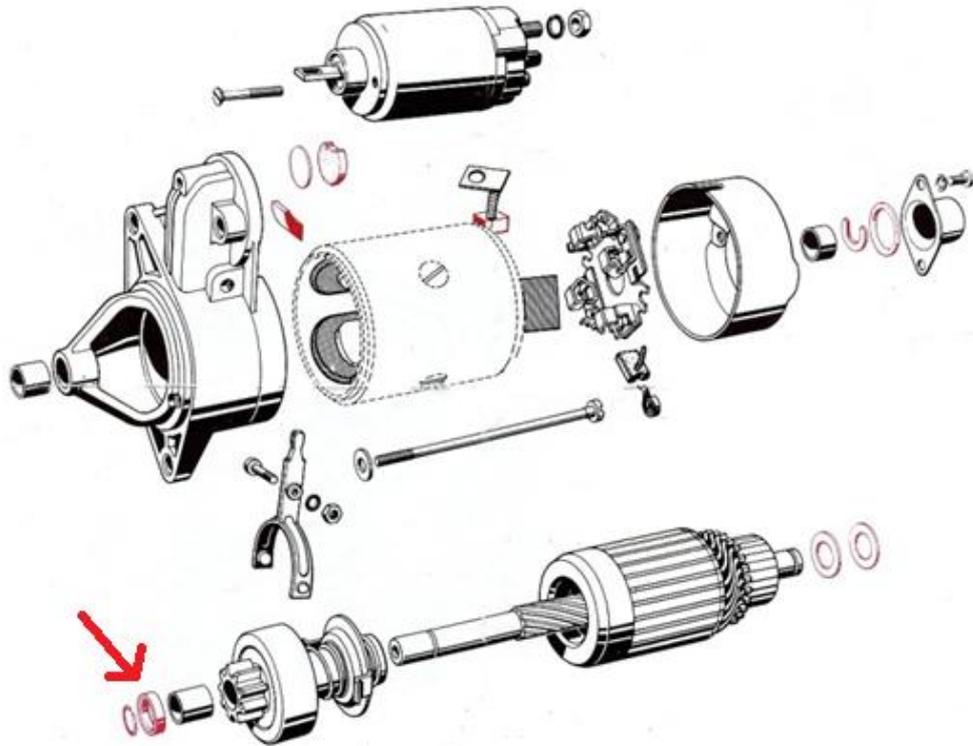


Figure V.1 Plan éclaté du démarreur.



Figure V.2 Photographie de la bague d'origine.

V.1.1 Dimensions :

La prise de dimensions de la pièce s'est faite à l'aide d'instruments de mesure très précis (précision de 0,01 mm) tels que : un pied à coulisse, des Palmer (ou micromètres) intérieur et extérieur. La pièce fut ensuite dessinée sur AUTOCAD et sur SOLID WORKS.

V.1.2 Composition chimique :

Pour l'analyse de la composition chimique de la pièce, nous avons utilisé la spectrophotométrie d'absorption atomique ou SAA.

La SAA est une technique de détermination de la concentration en éléments métalliques d'un échantillon. Elle peut être utilisée pour analyser la concentration de plus de 70 métaux différents dans une solution



Figure V.3 Spectrophotometre d'absorption atomique.

V.1.2.1 Principe :

La spectrométrie AAS consiste à vaporiser l'échantillon liquide et à le chauffer à l'aide d'une flamme celle-ci est dirigée vers une lumière émise par une lampe appropriée émettant les longueurs d'onde caractéristiques de l'élément recherché. En traversant la flamme, les ondes lumineuses - dont les longueurs d'onde correspondent à l'élément dosé - sont absorbées par les ions excités présents dans la flamme.

L'absorption est mesurée à l'aide d'un prisme dispersif et d'une cellule photoélectrique : elle est directement proportionnelle à la concentration de l'élément. Lorsque les atomes d'un élément ont été excités, leur retour à l'état fondamental s'accompagne de l'émission de lumière d'une fréquence F bien définie et propre à cet élément. Le même élément dispersé dans une flamme possède la propriété d'absorber tout rayonnement de même fréquence F . Il en résulte une absorption du rayonnement incident lié à la concentration de l'élément considéré.

La limite de détection est de l'ordre de la ppm. La sensibilité des dosages est limitée par des réactions secondaires (évaporation) et par le temps très court de passage dans la flamme.

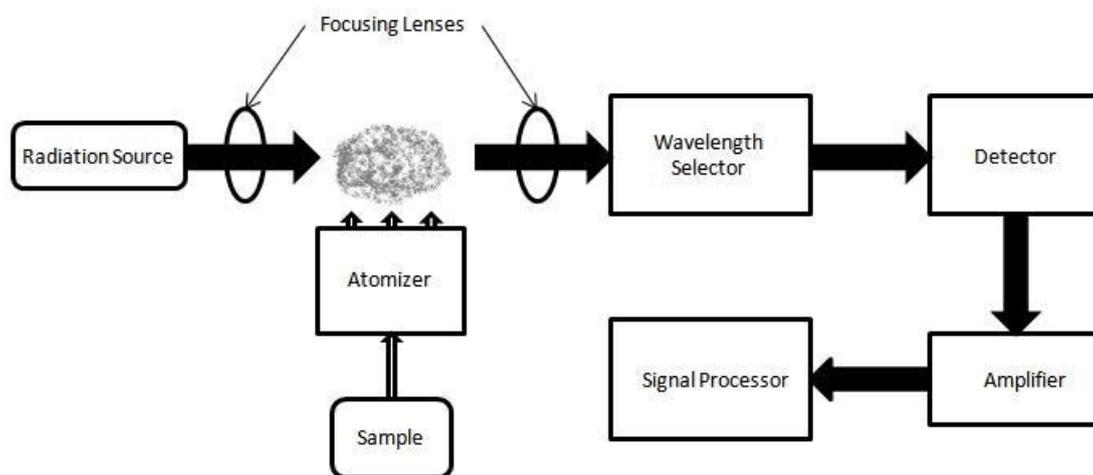


Figure V.4 Schéma de fonctionnement du SAA.

V.1.2.2 Méthode expérimentale :

Un morceau d'environ 0,5 gr est découpé dans la pièce d'origine. Une fois rincé au CCl_4 afin d'éliminer l'huile d'imprégnation, l'attaque chimique de l'échantillon commence.

Successivement, différents acides avec différents rôles sont mis en contact avec l'échantillon dans un becher:

Acide nitrique HNO_3 10 ml 1N pour dissoudre Fe, Cu, Ni, Zn...

Acide chlorhydrique HCl 10 ml 1N pour dissoudre Cr, Sn...

La solution ne contenant pas de précipités (à dissoudre éventuellement), l'attaque est terminée.

La spectrométrie d'absorption atomique étant relative, la connaissance de la prise d'échantillon, des concentrations des acides et de leurs volumes est primordiale afin d'obtenir les résultats les plus précis possibles.

V.1.2.3 Titrage du Carbone :

Pour faciliter cette opération, l'échantillon est présenté sous forme de poudre obtenue par limage de la pièce, après rinçage avec un solvant d'huile (du CCl₄ dans le cas présent) le titrage est fait à l'aide d'un appareil, qui recueille le dioxyde de carbone issu du chauffage dans un four (en présence d'oxygène) de la poudre su citée. En mesurant le volume et la pression du gaz dégagé, la teneur en carbone est calculée.

V.1.3 Masse volumique :

La masse volumique théorique d'un alliage peut être calculée à l'aide de la formule suivante :

$$\rho = \frac{\rho_1 \rho_2 \rho_3 \rho_4 \dots}{\%E1 \rho_2 \rho_3 \rho_4 \dots + \%E2 \rho_1 \rho_3 \rho_4 \dots + \%E3 \rho_1 \rho_2 \rho_4 \dots + \%E4 \rho_1 \rho_2 \rho_3 + \dots} \times 100$$

Où : ρ_i : masse volumique de l'élément i.

$\%E_i$: fraction massique de l'élément i.

Cette formule convient au calcul de la masse volumique de matériaux exempt de toute porosité.

La masse volumique réelle de la pièce est mesurée à l'aide d'un densimètre, avec la formule suivante :

$$d = \frac{\text{masse de la pièce dans l'air}}{\text{masse de la pièce dans l'air} - \text{masse de la pièce dans l'eau}}$$



Figure V.5 Densimètre.

La pièce doit être désimprégnée, puis passer dans l'appareil. De cette façon, l'huile d'imprégnation n'a aucun effet sur la densité mesurée. Les processus d'imprégnation et de désimprégnation sont expliqués dans le paragraphe suivant.

V.1.4 Porosité ouverte :

La porosité ouverte c.-à-d. l'ensemble des pores interconnectés et débouchants à la surface, est mesurée d'après la norme internationale ISO 2738 : 1999 (F) comme suit :

- Elimination de l'huile de la pièce soit par :
 - Extraction au solvant :
 - ❖ Dans un extracteur Soxhlet.
 - ❖ Par trempage de la pièce dans un bain de solvant d'huile pendant 3heures environ et de renouveler à peu près 10 fois le solvant.
 - Chauffage en atmosphère protectrice bien au-dessous des températures de frittage (environ 300°C).
- Imprégnation complète de la pièce :

L'imprégnation se fait en réduisant la pression (à 70kPa max) dans un récipient rempli d'huile chauffée (à 40°C environ pour en augmenter la fluidité) où est déjà plongé l'échantillon. La cessation d'apparition de bulles à la surface du fluide, atteste de la saturation de la pièce en huile. Après avoir rétablie la pression, la pièce sera laissée dans son bain environ 10 minutes.

Le calcul de la porosité ouverte, exprimée en pourcentage en volume, se fait à l'aide de la formule suivante :

La porosité ouverte peut ne pas être complètement imprégnée d'huile. On parlera alors de teneur en huile.

V.1.5 Caractéristiques de l'huile d'imprégnation :

L'huile doit être complètement immiscible à l'eau et doit mouiller le métal. Généralement, l'huile devrait avoir, à 40 °C, une viscosité comprise entre 22 mm²/s et 68 mm²/s¹).

L'imprégnation s'effectue plus rapidement avec une huile de faible viscosité qu'avec une huile de viscosité élevée.

V.1.6 Dureté :

Du fait de la grande porosité de la pièce étudiée, la mesure de dureté la plus commode est la macro-dureté (ou dureté apparente).

La norme ISO 4498 permet de déterminer : les macro-duretés HV, HB ou HR, et la classe de dureté à laquelle appartient la pièce en réalisant l'essai HV5. D'après la valeur de dureté obtenue par l'essai HV5, la pièce sera classée dans l'une des différentes catégories du tableau présenté en annexe Tableau A.1

La pièce étant poreuse, la surface de celle-ci ne réfléchit pas la lumière ce qui occasionne une gêne importante lors de la lecture des diagonales des empreintes (quand celles-ci ne se terminent pas sur un pore) et par conséquent fausse les résultats. Pour remédier à cela un polissage de la surface fonctionnelle est nécessaire. Pour éviter un écaillage superficiel de la pièce, le polissage est fait avec du feutre imbibé d'une solution d'oxyde de chrome.

V.1.7 Observation microscopique :

Voici quelques microscopies de la bague autolubrifiante, illustrant sa porosité ouverte.

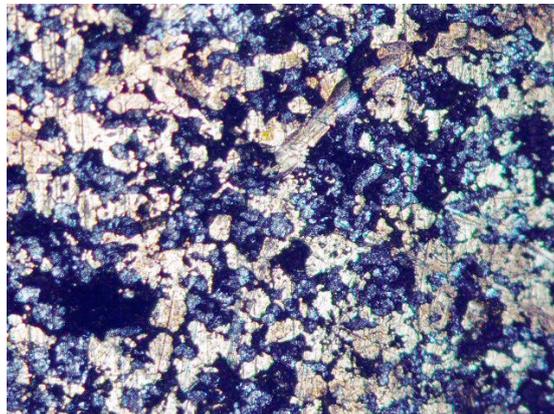


Figure V.6 Microscopie de la bague d'origine, Grossissement (x50)

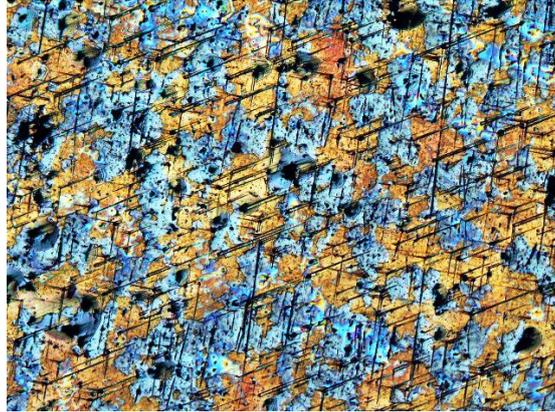


Figure V.7 Microscopie de la bague d'origine polie, Grossissement (x50)

V.2 Fabrication de l'outillage :

L'estampe est composée de chemise ou matrice qui représente la structure extérieure, d'un poinçon inférieur et enfin d'un poinçon supérieur.

V.2.1 Dimensionnement :

Le dimensionnement de l'outillage doit se faire en fonction des cotes de la pièce finie mais aussi des valeurs du retrait dû à la densification pendant le frittage.

V.2.2 Fabrication :

L'outillage est réalisé avec un acier à outils alliés pour travail à froid.

Durant sa fabrication, l'estampe passe par 3 étapes :

a) L'usinage :

De l'ébauche à la finition, les rondins sont usinés jusqu'à une tolérance d'1/10ème de millimètre.

b) Le traitement thermique :

Sévèrement sollicité sous les presses hydrauliques lors du compactage, l'outillage doit jouir de propriétés mécaniques exceptionnelles, c'est pour cela que les différents composants de ce dernier doivent subir un traitement thermique d'austénitisation suivi d'une trempe afin d'accroître leurs duretés jusqu'à environ 60 HRC. la matrice et le poinçon inférieur étant massifs, la trempe se fait à l'eau, par contre le poinçon supérieur de part sa forme creuse doit être trempé dans l'huile pour éviter toutes déformations.

c) La rectification :

Afin d'obtenir les cotes voulues, l'estampe doit être rectifiée. Cela se fait à l'aide de meules pouvant éliminer les quelques centièmes de millimètre restants après la première l'étape d'usinage.

CHAPITRE VI :

METHODE EXPERIMENTALE DE REALISATION DE LA BAGUE

Ayant regroupé toutes les informations utiles sur la bague d'origine, la reproduction de celle-ci peut commencer.

VI.1 Variables de fabrication :

Lors de cette étude, plusieurs variables sont intervenus dans la fabrication de la bague autolubrifiante : la granulométrie des poudres, la pression de compactage et la température de frittage.

L'étude a été menée dans le but de déterminer l'influence des variables su citées sur la densité et la porosité ouverte des bagues réalisées. Au grand regret, l'influence du temps de frittage sur ces caractéristiques n'a pu être mise en évidence en raison d'une panne du four tubulaire de laboratoire programmable en temps et en température. (Celui-ci n'ayant servi que pour la détermination de la température de frittage avant que la panne ne survienne).

VI.2 Préparation des poudres :

VI.2.1 Elaboration des poudres

VI.2.1.1 Réduction d'oxydes :

Cette méthode a été utilisée pour l'obtention des poudres de fer et cuivre.

VI.2.1.1.1 Poudre de fer :

La poudre de fer est obtenue par réduction de l'un de ses oxydes l'hématite Fe_2O_3 sous atmosphère protectrice (H_2 en l'occurrence) entre 950 et 1000° C.



On obtient un gâteau de fer spongieux. Le broyage de ce dernier permet d'avoir la poudre de fer.

Au delà de 1000°C il y a risque de consolidation excessive de l'éponge de fer ce qui compliquera sa pulvérisation.

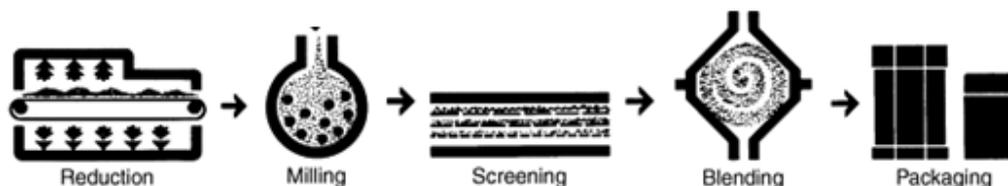


Figure VI.1 Procédé de réduction des oxydes.

VI.2.1.1.2 Poudre de cuivre :

La poudre de cuivre est obtenue par réduction de la cuprite Cu_2O sous atmosphère protectrice d' H_2 à environ 550°C .



Similairement à la réduction de l'hématite, la réduction de la cuprite donne un gâteau spongieux de cuivre qu'il faudra broyer pour obtenir la poudre désirée.

Une réduction à une température dépassant les 700°C causerai un début de frittage entre les particules de cuivre ce qui compliquerai le broyage de l'éponge cuivreuse.



Figure VI.2 Cuivre spongieux.

La porosité des particules, la taille des pores, et la granulométrie de la poudre finale sont régies d'une part par les caractéristiques des oxydes de départ, et d'autre part par les paramètres de réduction à savoir la température, le débit d' H_2 , la durée de l'opération...

Par exemple, la réduction à basse température produit généralement des particules micro poreuses et par conséquent une grande surface spécifique ce qui n'est pas le cas de la réduction à haute température qui produit des particules avec une porosité grossière et donc une surface spécifique plus petite. Cependant, la réduction est plus complète dans le 2eme cas.

VI.2.1.2 Méthodes mécaniques :

Devant l'impossibilité d'obtenir les poudres d'étain et de zinc par atomisation (méthode typique de production de ces poudres pour la fabrication de bagues autolubrifiantes), ces dernières ont été obtenues par limage de leurs lingots respectifs.

La finesse de la poudre est proportionnelle à la finesse de la lime utilisée.

L'étain fut limé à partir de barreau de pureté très élevée car utilisé pour l'étalonnage de solutions chimiques. Le zinc par contre est issu de lingot de coulée, ce qui laisse présager une pureté n'allant pas au delà des 98%.

VI.2.2 Caractérisation des poudres :

VI.2.2.1 Taille des particules :

Une fois obtenues, les différentes poudres doivent être caractérisées. Le tamisage permet la classification par la granulométrie des poudres utilisées. Une série de tamis allant du plus fin 45microns au plus gros 150microns sont utilisés à cet effet.

Dans le cadre de cette étude, plusieurs granulométries des différents éléments Cu, Fe, Sn et Zn ont été retenues.



Figure VI.3 Tamiseuse.

VI.2.2.2 Morphologie des particules :

La forme des particules est tout aussi importante que leurs tailles, en effet la morphologie de celles-ci a un impact direct sur plusieurs paramètres tels que : la coulabilité (la diversité des formes dans un même lot de poudre permet un meilleur remplissage des moules), la compressibilité (le verrouillage inter particules étant favorisé par des particules de forme irrégulière)...

VI.2.3 Mélange et lubrification :

Etapes incontournables, le mélangeage et la lubrification assurent homogénéité et facilité de compression des poudres.

L'un des avantages majeurs de la métallurgie des poudres est l'homogénéité des alliages produits, c'est pourquoi le mélange des poudres est une étape primordiale dans la fabrication de pièces frittées. Cette opération est assurée par un mélangeur composé d'un bocal incliné en rotation.

Cette opération est délicate, car les différences de taille de forme et de densité des particules des différents éléments d'alliage influent sur l'uniformité du mélange final.

En cas de mauvais mélangeage, ces différences peuvent causer des ségrégations entre particules grosses / fines, entre particules lisses/rugueuses entre particules lourdes/légères, ce qui altérerait considérablement l'homogénéité de l'alliage final et donc ses propriétés mécaniques.



Figure VI.4 Mélangeur.

La lubrification est elle aussi importante car elle améliore le remplissage de l'estampe mais aussi la compressibilité de la poudre. En effet, une poudre non lubrifiée a tendance à se comprimer de manière hétérogène en d'autres termes un gradient de densité sera observé entre le cœur de la pièce où la densité sera basse, et les parois où la densité sera grande.

Le lubrifiant est un mélange de colle et de solvant (de l'essence). La colle joue le rôle du lubrifiant proprement dit, le solvant aide à améliorer la fluidité de celle-ci.

Après une bonne lubrification de la poudre, celle-ci est séchée dans une étuve à environ de 150°C afin d'en éliminer le solvant qui est l'essence dans le but de réduire la densité apparente de la poudre.

VI.3 Compactage :

Le compactage est une étape cruciale dans la fabrication des pièces frittées, en effet il permet la mise en forme de la poudre en comprimé dont les cotes sont très proches des cotes finales de la pièce.

Dans notre cas, qui est l'élaboration d'un matériau poreux, la compression de la poudre est encore plus déterminante dans la maîtrise de la porosité ouverte. Une compression excessive risquerait de fermer les pores et donc limiterait l'imprégnation de la pièce. En revanche, si la compression est insuffisante, la porosité serait trop importante, les pores seraient trop gros ce qui limiterait la rétention de l'huile d'imprégnation.

De par ses dimensions (sa hauteur), l'estampe utilisée ne permet pas une variation de pénétration du poinçon supérieur, par conséquent la maîtrise du pressage de la poudre est assurée par le remplissage (quantité de poudre) de l'estampe (le volume de la pièce étant fixe).

A partir des dimensions et des masses des pièces comprimées, on calcule les densités à vert de celles-ci.

VI.4 Frittage :

Dernière étape de la fabrication, le frittage assure la consolidation des pièces comprimées. Il a été réalisé dans un four avec atmosphère contrôlée d' H_2 . Cette atmosphère dite protectrice permet l'homogénéisation de la température et la prévention contre l'oxydation des pièces traitées.

Afin de déterminer les paramètres de frittage qui sont la température et le temps, la première série d'éprouvettes fut consacrée à cet effet.

Ces éprouvettes ont subi 3 opérations de frittage (à durée égale soit 45 minutes) : la première à $800^{\circ}C$, la deuxième à $850^{\circ}C$ et la dernière à $880^{\circ}C$. L'évolution de leur densité permet de déterminer la bonne température de frittage.

Dans notre cas, en raison du risque d'ébullition du zinc à $907^{\circ}C$ (ce qui causerait sa disparition de la pièce), et aussi de l'incertitude des thermocouples du four utilisé, la température de frittage est plafonnée à $900^{\circ}C$.

L'évolution de la densité des pièces fut étudiée sur 3 valeurs de température : 800, 850 et $880^{\circ}C$. Les 3 essais ayant été réalisés à durée égale soit 45 minutes.



Figure VI.5 Disposition des éprouvettes dans des nacelles en graphite

Les pièces à traiter sont disposées dans des nacelles en graphite, et sont recouvertes de Corindon. (Nom commercial de l'alumine Al_2O_3).

En plus de faciliter la manipulation des pièces à l'entrée et à la sortie du four, les nacelles en graphite de part leur grande résistance aux hautes températures présentent des durées de vie intéressantes. L'alumine calcinée donc déshumidifiée assure l'homogénéité de la température autour des pièces assurant un frittage uniforme de celles-ci.

Une fois les paramètres de frittage fixés, les différentes éprouvettes des différents lots de poudre sont frittés.

VI.5 Imprégnation :

Dernière étape, l'imprégnation consiste à gorger les pièces frittées de lubrifiant en l'occurrence d'huile minérale (celle-ci remplissant le « vide » ou la porosité ouverte de la bague).

Le calcul ou la mesure de la densité nous renseignent sur la porosité totale d'une pièce frittée, par contre l'imprégnation nous permet d'estimer uniquement la porosité ouverte excluant donc la porosité fermée (ensemble des pores isolés).

VI.5.1 Méthode d'imprégnation :

Pour que l'imprégnation soit efficace, cette opération doit être réalisée sous vide comme le stipule la norme ISO 2738 citée plus haut.

CHAPITRE VII:

RESULTATS ET DISCUSSION

VII.1 INTRODUCTION :

Dans ce travail, une étude préliminaire à été consacrée à la caractérisation de la bague d'origine. Une fois que les caractéristiques de celle-ci ont été déterminées, la deuxième partie du travail à concerné la fabrication d'une bague autolubrifiante similaire.

VII.2 CARACTERISTIQUES DE LA BAGUE D'ORIGINE :

VII.2.1 Dimensions :

Les dimensions ont été relevées à l'aide d'instruments de mesure ayant une précision de l'ordre du micron.

Une hétérogénéité a été observée sur les 3 grandeurs de la bague : le diamètre extérieur, le diamètre intérieur et la hauteur.

La variation de la hauteur est de l'ordre de quelques microns, cette grandeur n'étant pas fonctionnelle, le défaut est toléré.

Par contre, la variation des diamètres extérieur et intérieur (altérant la cylindricité de la bague) est indésirable. Ce problème est résolu lors de l'emmanchement de la bague dans son emplacement. Celle-ci étant frettée, elle retrouve les dimensions voulues.

Ces imperfections de dimensions prouvent que la pièce est seulement frittée/calibrée et non usinée afin de ne pas altérée sa surface. L'importance de l'état de surface sur les propriétés de lubrification de la bague sera discutée plus loin.

VII.2.2 Composition chimique :

VII.2.2.1 Analyse chimique par SAA :

Plusieurs analyses faites par spectrométrie d'absorption atomique (SAA), ont révélées la présence de différents éléments tels que le cuivre, le fer, l'étain et le zinc.

Les résultats sont présentés dans le tableau suivant :

Tableau VII.1 :Composition chimique de la bague d'origine obtenue par SAA.

| Eléments chimiques | Cu | Fe | Sn | Zn |
|--------------------|---------|---------|-----------|-----------|
| % massiques | 56 - 58 | 35 - 37 | 4,4 – 5,3 | 1,5 - 2,2 |

Comme l'aspect de la bague le laissé présager, cette dernière est faite à base d'alliage de cuivre, du bronze plus précisément.

Le fer remplace une partie du cuivre dans le bronze pour des raisons économiques, le premier étant beaucoup moins onéreux que le deuxième, mais aussi pour des raisons de résistances mécaniques, pour des pièces n'exigeant pas de propriétés mécaniques très élevées. L'alliage obtenu est appelé « Bronze dilué ».

Suite aux résultats obtenus par SAA, la nuance de l'alliage de travail fut fixée aux valeurs suivantes :

Tableau VII.2 : Composition de l'alliage de travail.

| Eléments chimiques | Cu | Fe | Sn | Zn |
|--------------------|----|----|----|----|
| % massiques | 58 | 35 | 05 | 02 |

VII.2.2.2 Dosage du carbone :

La teneur en carbone est d'environ 0,1%, le carbone pouvant provenir des résidus de l'huile d'imprégnation, de la poudre de fer ou des deux. La répétition de l'opération a donné des résultats très voisins au premier.

L'incertitude du matériel utilisé et la qualité de la désimprégnation ne permettent pas la quantification des teneurs respectives de la poudre de fer et des résidus de l'huile.

VII.2.3 Masse volumique :

Le calcul de la densité théorique de l'alliage de travail est possible à partir des densités des éléments le constituant.

Tableau VII.3 : Masses volumiques et fractions massiques des éléments d'alliage.

| Eléments chimiques | Cu | Fe | Sn | Zn |
|--------------------------------------|------|------|------|------|
| Masse volumique (g/cm ³) | 8,96 | 7,86 | 7,26 | 7,14 |
| Fraction massique relative | 58 | 35 | 05 | 02 |

La masse volumique théorique de l'alliage de travail est égale à :

$$\rho = 8,40 \text{ g/cm}^3$$

La masse volumique dite sèche (pièce désimprégnée) est calculée à partir de la masse et du volume, soit mesurée à l'aide d'un densimètre.

Tableau VII.4 : Densités de la bague d'origine.

| | Avant desimprégnation | Après desimprégnation |
|-----------------|-----------------------|-----------------------|
| ρ mesurée | 6,90 | 6,68 |
| ρ calculée | 6,75 | 6,53 |

La différence entre la masse volumique mesurée et celle calculée est principalement due à l'hétérogénéité des dimensions de la bague, ce qui fausse le calcul du volume et par conséquent la valeur finale.

La mesure de la masse volumique se faisant dans l'eau, l'essai doit être réalisé rapidement afin de ne pas permettre à celle-ci de pénétrer dans la pièce ce qui l'alourdirait et donc fausserait le résultat.

La pièce contient 2 types de porosité : une porosité occluse et une porosité ouverte.

Le calcul de la porosité totale se fait par comparaison entre les valeurs théorique et réelle (mesurée) de la masse volumique :

Pour une même masse, le volume occupé par un matériau poreux est plus grand que celui occupé par un matériau massif.

Afin de faciliter les calculs, la masse considérée « m » est égale à 8,4 grammes.

Pour un matériau massif, cette masse occupe un volume égal à 1 cm³.

Pour un matériau poreux, cette même masse occupe un volume égal à 1,25 cm³ (obtenu par simple règle de trois).

Donc, la bague en question est constituée d'une porosité de 25%.

VII.2.4 Porosité ouverte :

Principale caractéristique des bagues autolubrifiantes, la porosité ouverte est mesurée (estimée) grâce à un cycle d'imprégnation/désimprégnation. La variation de masse pendant ce cycle atteste de l'absorption d'huile par la pièce.

Tableau VII.5 : Caractéristiques physiques de la bague d'origine.

| | |
|---|-------|
| Masse sèche (g) | 17,31 |
| Masse humide (g) | 17,71 |
| $\rho_{\text{huile}} \text{ (g/cm}^3\text{)}$ | 0,857 |
| Volume (cm ³) | 2,56 |
| % Porosité ouverte | 18,3 |

L'imprégnation même complète de la pièce ne permet pas de quantifier la porosité occluse. Celle-ci est déduite des 2 valeurs de porosité totale et ouverte :

$$\% \text{ Porosité totale} = \% \text{ Porosité ouverte} + \% \text{ Porosité occluse}$$

Par conséquent, la pièce a environ 07% de porosité occluse.

L'imprégnation des pièces est très sensible à la qualité de leurs états de surface, car ce sont les pores débouchants qui assurent la circulation de l'huile dans les 2 sens : entrée et la sortie. C'est pour cela que le frittage et les retraits dimensionnels de ces bagues doivent être maîtrisés afin d'obtenir les dimensions finales à la sortie du four. Ainsi aucun polissage ou usinage ne seront nécessaires.

VII.2.5 Dureté :

Les essais de macro dureté HV5 ont été effectués comme le stipule la norme ISO 4498. Les valeurs de dureté sur le coté et la face extérieure de la bague sont présentées dans le tableau suivant :

Tableau VII.6 : Valeurs de dureté apparente HV5 de la bague d'origine

| | Valeurs de dureté apparente HV5 | Moyenne de dureté |
|-----------------|---------------------------------|-------------------|
| Bague d'origine | 85 89 93 | 89 |

En raison de la porosité élevée du matériau étudié, la dureté apparente est très faible entre 60 et 100 HV5, ce qui lui vaut une place au bas de l'échelle de dureté.

VII.3 REALISATION DE LA BAGUE :

La réalisation de la bague autolubrifiante suivra le cheminement suivant : la préparation des poudres (de l'élaboration à la lubrification en passant par la caractérisation et le mélangeage), le compactage des mélanges des poudres obtenues, le frittage des comprimés et enfin la caractérisation des densités, des porosités ouvertes ainsi que des duretés des pièces frittées.

VII.3.1 Préparation des poudres :

VII.3.1.1 Elaboration des poudres :

La bonne qualité des poudres élaborées de cuivre et de fer est due à la grande maîtrise de celles-ci par l'entreprise d'accueil en raison de leur importante utilisation.

La qualité des poudres se traduit par le taux d'oxygène dans celles-ci, plus ce taux est bas et plus le frittage est meilleur. (L'oxygène, ou l'oxyde de métal en enrobant les particules « seines » empêche l'interdiffusion entre ces dernières et donc affecte la consolidation du comprimé)

La plus grosse contrainte rencontrée fut l'indisponibilité des poudres d'étain et de zinc. (Au passage, typiquement, la poudre d'étain est obtenue par atomisation à l'air) Trouvant une solution pour l'obtention de ces poudres, par limage de leurs lingots respectifs, restait alors le problème de la quantité, ce qui a considérablement réduit le nombre d'éprouvettes d'essai.

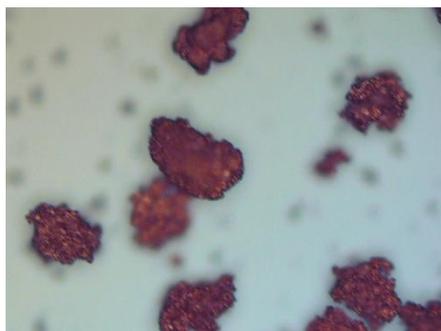
VII.3.1.2 Caractérisation des poudres :

VII.3.1.2.1 Tamisage des poudres :

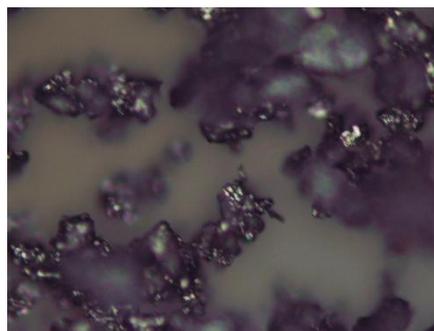
Différents lots de poudre ont été composés avec différentes combinaisons de granulométries entre la phase solide (constituée de cuivre et de fer) et la phase liquide (constituée d'étain et de zinc). Ces derniers sont résumés dans le tableau suivant :

Tableau VII.7 Combinaisons des différentes poudres d'alliage.

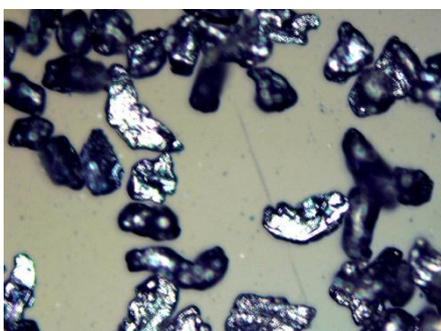
| Lots de poudre | Taille des particules (microns) | | | |
|----------------|---------------------------------|----------|---------------|---------|
| | Phase solide | | Phase liquide | |
| | Cu | Fe | Sn | Zn |
| Lot A | 90 - 150 | <150 | <90 | <90 |
| Lot B | 90 - 150 | 90 - 150 | 75 - 90 | 75 - 90 |
| Lot C | <45 | 53 - 63 | 63 - 75 | 63 - 75 |
| Lot D | <45 | 53 - 63 | 53 - 63 | 53 - 63 |
| Lot E | <45 | 53 63 | <45 | <45 |
| Lot F | <45 | <45 | <45 | <45 |

VII.3.1.2.2 Observation microscopique des poudres :

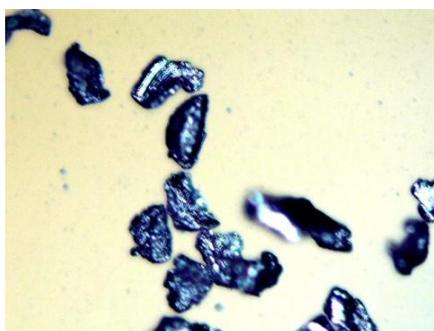
a)



b)



c)



d)

Figure VII.1 Différentes morphologies de poudre.

a) Poudre de Cu ; b) Poudre de Fe. (Obtenues par réduction d'oxydes)

c) Poudre de Sn ; d) Poudre de Zn. (obtenues par limage)

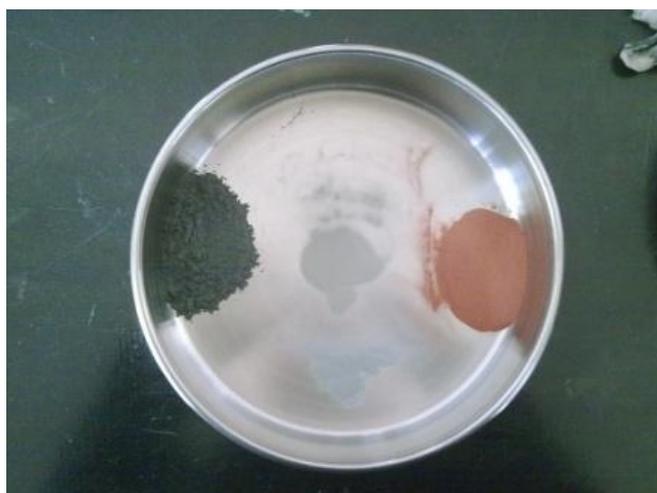
VII.3.1.3 Mélangeage et lubrification :

Une fois la mise à la nuance effectuée dans le bocal du mélangeur, l'opération est lancée pour une durée de 30 minutes.

Un contrôle visuel, plus une observation au microscope optique (grossissement entre 20 et 50) permet de vérifier l'homogénéité des mélanges et la bonne dispersion des différents éléments.

De même pour la lubrification, l'appréciation visuelle reste le meilleur moyen de juger du mouillage des particules de poudre. Cette dernière exigeant des teneurs en lubrifiant différentes en raison des différentes granulométries).

Après un passage de la poudre dans une étuve à 150°C, la poudre est fin prête pour l'opération suivante qui est le compactage.



a)



b)

Figure VII.2 a) Mise à la nuance ; b) Poudre mélangée et lubrifiée.

VII.3.2 Compactage :

Le compactage assure le contact entre les particules de poudre ce qui permet la consolidation de celles-ci pendant le frittage.

La configuration de l'estampe n'offre pas de possibilité de variation de pénétration du poinçon supérieur dans la matrice.

Dans chaque lot de poudre, selon l'abondance du mélange, plusieurs états de compression ont été réalisés.

Dans le cas des bagues, à cause du manque de profondeur de la chemise et de la faible densité apparente de la poudre, le remplissage du moule se fait en plusieurs passes (un tassage est nécessaire entre celles-ci).

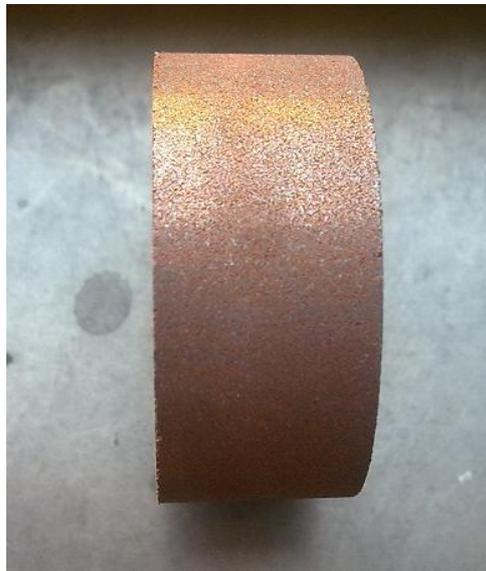
Cette pratique provoque la formation de stries de compression, ce qui nuit gravement à l'homogénéité de la distribution des pores et à l'uniformité des retraits.

Un bon dimensionnement de l'estampe c.à.d. prévoir une hauteur convenable de la matrice permet d'éviter l'apparition de ces défauts (le remplissage de celle-ci devenant plus facile).



Figure VII.3 Bague présentant des stries de compactage.

Connaissant les dimensions des éprouvettes, une simple mesure des masses permet le calcul des densités à vert.



a)



b)

*Figure VII.4 Photographies comparatives entre 2 états de compression :
a)2MPa ;b)9MPa*

VII.3.3 Frittage :

Dernière opération à intervenir sur les propriétés mécaniques des pièces, le frittage assure la consolidation et la densification. La température ainsi que la durée du frittage sont les principaux paramètres à maîtriser.

VII.3.3.1 Détermination et influence de la température :

Afin de déterminer la température de frittage de l'alliage de travail, le « lot A » a subi 3 traitements de consolidation à chaud à : 800, 850 et 880°C de 45 minutes chacun. Le tableau suivant regroupe les masses, les dimensions et les densités et cela avant et après frittage.

Tableau VII.8 Caractéristiques d'un comprimé ayant subi opérations de frittage.

| Caractéristiques | | Avant frittage | Frittage à 800°C | Frittage à 850°C | Frittage à 880°C |
|------------------|------------------------------|----------------|------------------|------------------|------------------|
| Lot A | Diamètre extérieur (mm) | 32,3 | 32,4 | 31,4 | 31,25 |
| | Diamètre intérieur (mm) | 23,1 | 23 | 22,6 | 22,6 |
| | Hauteur (mm) | 13,6 | 13,8 | 13,25 | 13,25 |
| | Masse (grs) | 19,87 | 19,68 | 19,37 | 19,32 |
| | Densité (g/cm ³) | 3,65 | 3,5 | 3,9 | 4 |

Du tableau précédent, l'évolution de la densité peut être tracée en fonction de la température de travail.

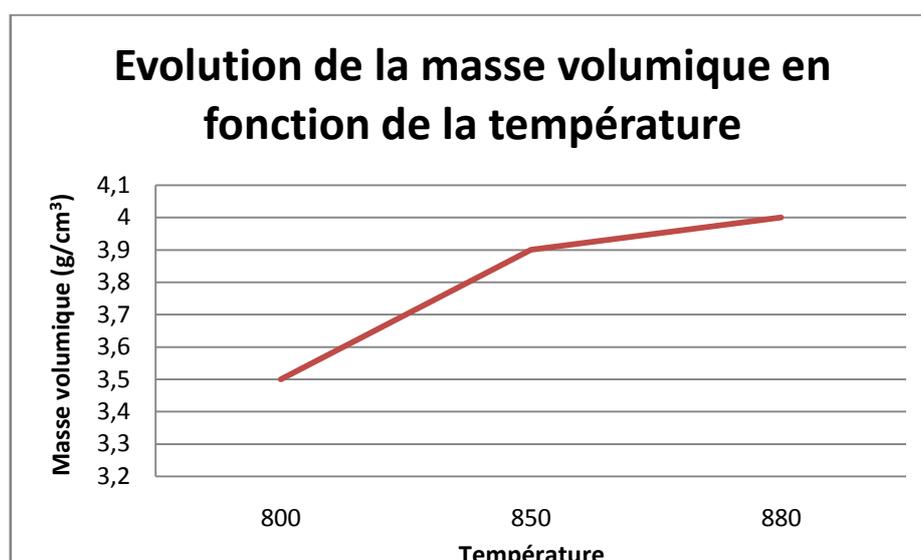


Figure VII.5 Evolution de la densité de la pièce en fonction de la température de frittage

Après le premier traitement à 800°C, l'aspect rouge brique (dû au cuivre) atteste de l'insuffisance du frittage. S'ajoute à cela, le bruit sourd et non métallique que provoquent les éprouvettes suite à un choc avec un objet métallique.

Dans notre cas, en raison du risque d'ébullition du zinc à 917°C (ce qui causerait sa disparition de la pièce), et aussi de l'incertitude des thermocouples du four utilisé, la température de frittage est plafonnée à 900°C.

La température de frittage est comprise entre 860 et 880°C, afin de satisfaire 2 conditions :

- Assurer un bon frittage c.à.d. provoquer une densification suffisante des comprimés.
- Eviter un frittage excessif qui se traduit par l'élargissement des cous de contact entre particules qui lui-même se traduit par l'occlusion des canaux de communication entre les pores, en d'autres termes la transformation de la porosité ouverte en porosité fermée ou occluse.

VII.3.3.2 Influence du temps de frittage :

La durée du frittage a un impact sur la densification des pièces dans la mesure où la diffusion des éléments en dépend. Plus la durée du frittage est longue, plus la cohésion entre particules est grande.

L'utilisation de différents fours de frittage a rendu la maîtrise de la durée du traitement délicate.

Un premier four tubulaire de laboratoire programmable en température et en durée a permis de faire les 3 essais cités dans le paragraphe précédent.

Un deuxième four tubulaire de petite section a servi au frittage d'éprouvettes longitudinales. L'incertitude importante des thermocouples a masquée la surchauffe des pièces ce qui a causé l'ébullition du zinc.

Le troisième et dernier four utilisé est un four tubulaire industriel à tapis roulant. Constitué de 3 zones : zone de chauffage, zone de maintien et zone de refroidissement, son fonctionnement est assuré par une chaîne de distribution dont la longueur détermine la durée totale du frittage (entre 60 et 70 minutes dans la zone de frittage proprement dit).

Etant contraint d'utiliser ce four, il était impossible de mettre en évidence l'influence du temps de frittage sur la densification et donc sur la porosité des pièces.

VIII.3.4 Influence de la granulométrie sur la porosité ouverte :

La granulométrie des poudres utilisées a une influence sur la densité apparente du mélange, la compressibilité, la température ainsi que le temps de frittage mais aussi sur la densification et la porosité des pièces.

L'effet de la granulométrie de la phase solide Cu-Fe comme celui de la phase liquide Sn-Zn sur la densité ont été étudiés.

La prise des dimensions ainsi que la mesure des masses avant et après frittage ont permis le calcul des densités des éprouvettes. Parallèlement, les densités ont été mesurées à l'aide d'un densimètre.

VIII.3.5 Résultats de l'imprégnation :

Les résultats sont regroupés dans le tableau :

Du tableau précédent, il est possible de tracer l'évolution de la porosité ouverte en fonction de la granulométrie des différents lots de poudre.

Le pourcentage de la porosité ouverte des pièces frittées est proportionnel à la taille des particules de poudres utilisées. Ainsi, plus les particules sont grosses et plus la pièce est poreuse.

Deux raisons distinctes sont à l'origine de cette proportionnalité :

La première est géométrique : en effet l'empilement de billes de grande taille laisse des espaces plus importants entre celles-ci que lorsque l'empilement est réalisé avec des billes de taille inférieure.

La deuxième est métallurgique : étant en présence d'un frittage en phase liquide transitoire, l'étain et le zinc (qui constituent cette phase liquide) diffusent dans le cuivre causant le gonflement du squelette continu Cu-Fe et laissant derrière eux l'espace qu'ils occupaient.

La raison de l'utilisation typique de poudre d'étain obtenue par atomisation à l'air est que, de part le procédé d'élaboration les particules d'étain sont de forme sphérique ce qui leur procurent une résistance à la déformation lors du compactage. Durant le frittage, l'étain diffuse dans le cuivre laissant des cavités qui constitueront les pores tant recherchés.

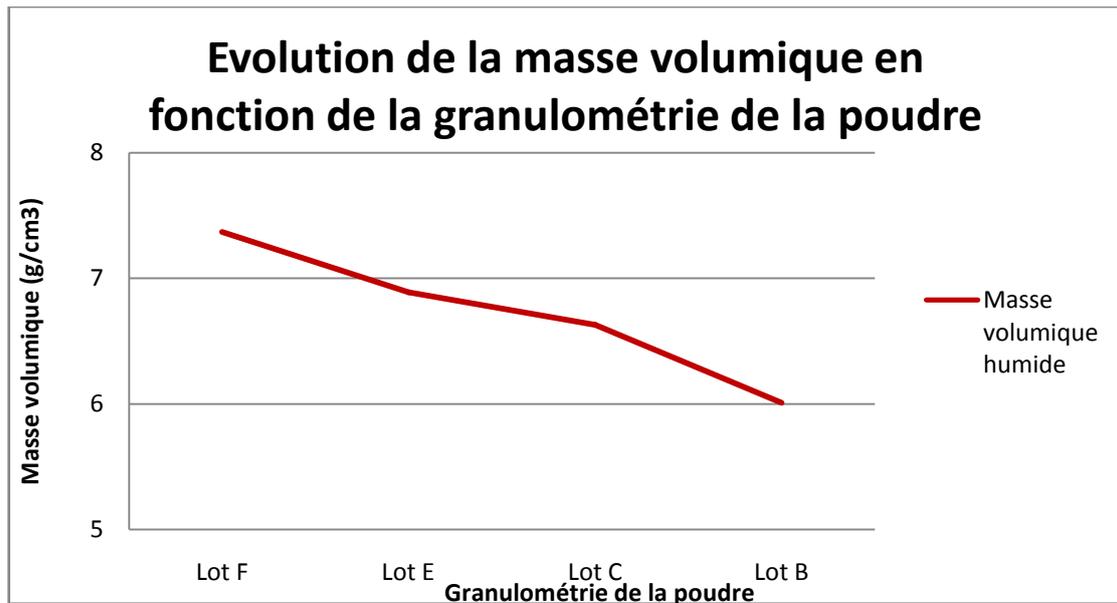


Figure VII.6 Evolution du % de la porosité ouverte en fonction de la granulométrie des poudres.

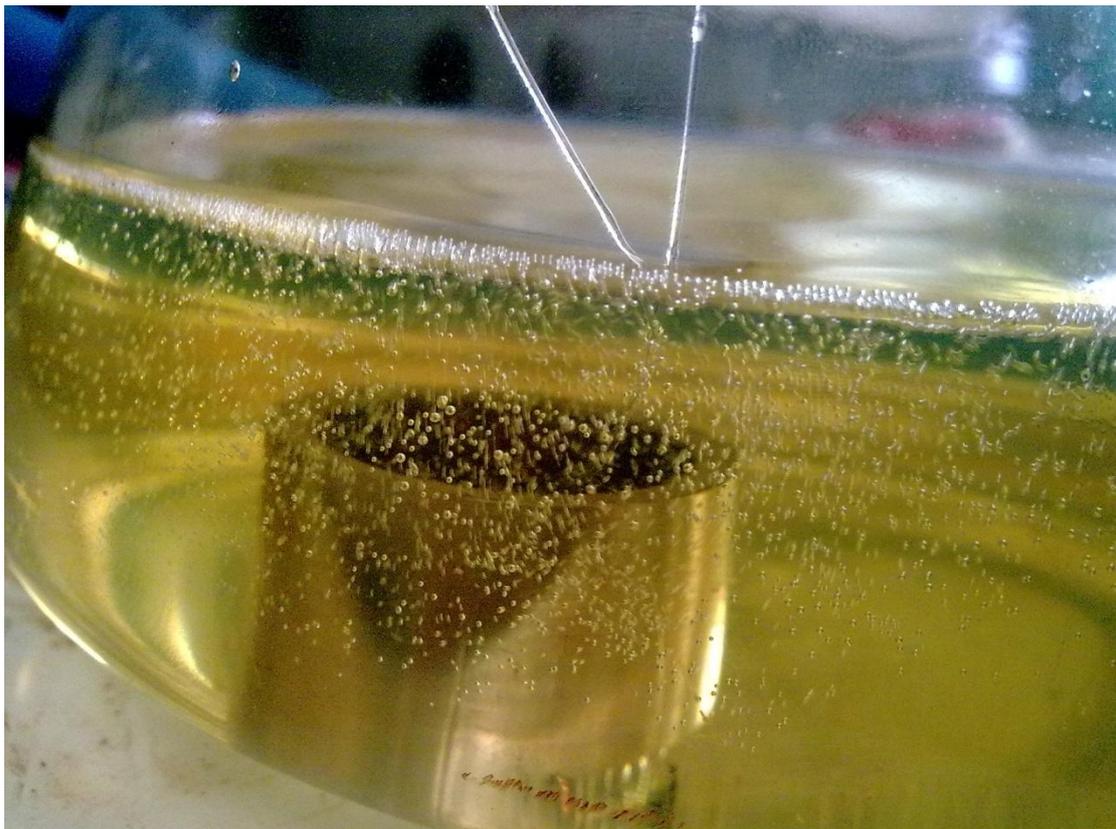
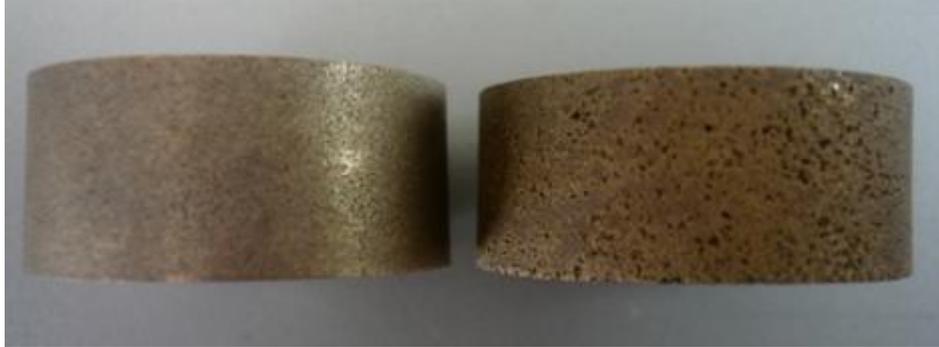


Figure VII.7 Une pièce durant l'imprégnation

VII.3.6 Influence de la granulométrie sur la taille des pores :

Quelques photographies permettent l'observation de la taille des pores et cela pour des pièces frittées à partir de granulométries différentes.



*Figure VII.8 Porosité débouchante de 2 bagues réalisées à partir de poudre à granulométries différentes :
A gauche poudre issue du lot F ; A droite poudre issue du lot A*

Ces photographies confortent les explications données sur la relation porosité ouverte / granulométrie

VII.3.7 Qualité des états de surface:

La qualité de l'état de surface des pièces a un impact direct sur ses propriétés de lubrification.

Toute opération mécanique ou chimique ayant pour but un enlèvement de matière est à proscrire.

Dans le cas de techniques mécaniques telles que : le polissage ou l'usinage (plus agressif), il y a un phénomène de peau appelé «écrouissage superficiel» qui par déformation plastique d'une couche fine de quelques microns cause la fermeture des pores débouchants, et donc empêchant l'imprégnation de la pièce ou bien la sortie de l'huile retenue. Un autre problème peut survenir à cause des petits copaux d'usinage qui viendraient se loger dans les pores causant l'obstruction de ceux-ci mais aussi l'abrasion de l'axe à lubrifier.

En ce qui concerne les méthodes dites chimiques tel que le polissage électrolytique, bien qu'il n'abime pas les pores à la surface de la pièce, celui-ci, du fait de sa réalisation dans des bains chimiques va causer l'infiltration des pièces par des agents corrosifs (des acides forts en général) ce qui les détériorerait.

Malgré les contre indications précédentes, un usinage des pièces fut effectué sans grand succès, même suivi d'un polissage au feutre.

Par contre, le polissage électrolytique a permis d'éliminer la couche écrouie et de révéler les pores de la pièce. Restait alors le problème de la pénétration de la solution du bain utilisé. Le nettoyage des pièces est délicat et inefficace.



Figure VII.9 A gauche : bague polie ; A droite bague non polie.

VII.3.8 Dureté :

Les essais de macro duretés ont été réalisés sur le coté des pièces frittées. Les résultats sont regroupés dans le tableau suivant :

Tableau VII.9 Valeurs de dureté apparente des bagues réalisées.

| Lots de poudre | Valeurs de dureté apparente HV5 | moyenne de dureté HV5 |
|----------------|---------------------------------|-----------------------|
| Lot A | 71 78 74 | 75 |
| Lot B | 92 88 83 | 87 |
| Lot C | 93 98 97 | 96 |
| Lot D | 102 112 101 | 105 |
| Lot E | 116 104 113 | 111 |
| Lot F | 115 126 119 | 120 |

Le tracé du graphe de dureté apparente en fonction de la granulométrie des poudres soit $d = f(\varphi)$ permet d'apprécier la relation qui les lie.

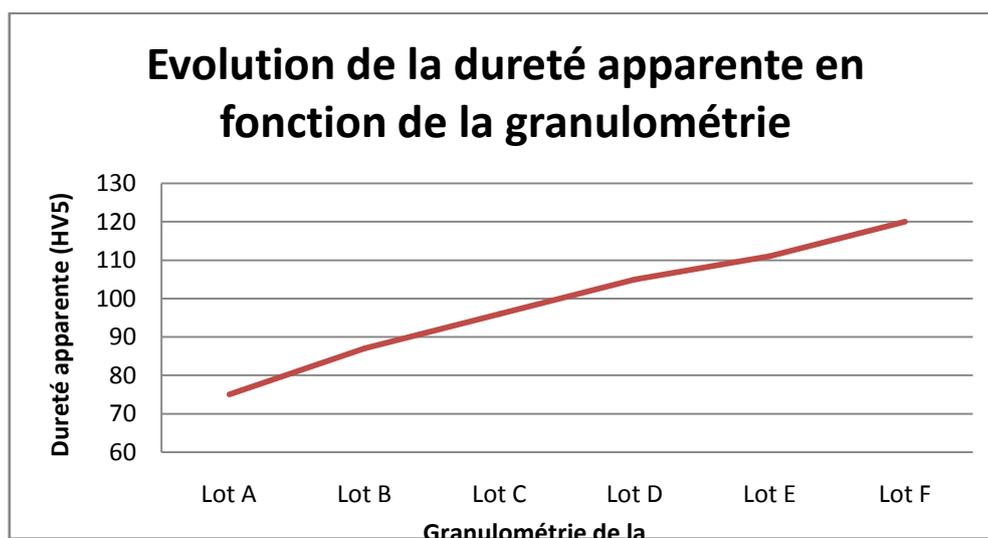


Figure VII.10 Evolution de la macro dureté en fonction de la granulométrie des poudres

Il y a proportionnalité inverse entre dureté apparente et granulométrie des poudres, en effet plus la granulométrie des poudres est grande plus la dureté est faible.

Pour des pièces frittées à partir de particules fines, la porosité est faible, en d'autres termes la densité est importante ce qui confère une dureté relativement élevée.

Au contraire, pour des pièces frittées à partir de poudre à grosses particules, le pourcentage de porosité est important, et donc les valeurs de dureté plus basses que les premières.

VII.4 Optimisation du procédé de fabrication de bagues autolubrifiantes :

Plusieurs paramètres interviennent dans la fabrication de ces bagues : la granulométrie des poudres qui doit être relativement fine (< 45 microns pour le cuivre, l'étain et le zinc et entre 53 et 63 microns pour le fer) ; la pression de compactage qui doit être relativement élevée (09 MPa environ) ; une température de frittage d'au moins 850°C (afin d'assurer la consolidation) ; une durée de frittage pouvant aller jusqu'à 70 minutes.

Voici les paramètres qui ont permis de produire une pièce similaire à la bague d'origine contenant une porosité ouverte d'environ 18%.

Tableau VII.10 Résultats expérimentaux

| Lot de poudre | Eprouvettes | Caracteristiques | Valeurs | | | |
|---------------|-------------|--------------------|----------------|----------------|--------------------|--------------------|
| | | | Avant frittage | Après frittage | Après impregnation | % Porosité ouverte |
| Lot A | B1 | Masse | 19,89 | 19,31 | | / |
| | | Diametre exterieur | 32,3 | 31,25 | | |
| | | Diametre interieur | 23,1 | 22,26 | | |
| | | Hauteur | 13,6 | 13,25 | | |
| | | Densité | 3,6 | 4 | | |
| Lot B | B1 | Masse | | 32,6429 | 34,0594 | 30,27 |
| | | Diametre exterieur | 32,3 | | | |
| | | Diametre interieur | 23,1 | | | |
| | | Hauteur | 13,6 | | | |
| | | Densité | | 5,82 | 6,01 | |
| Lot C | B1 | Masse | 29,4479 | 28,8054 | 29,6649 | 22,26 |
| | | Diametre exterieur | 32,3 | 30 | | |
| | | Diametre interieur | 23,1 | 21,6 | | |
| | | Hauteur | 13,6 | 13,2 | | |
| | | Densité | | 6,5 | 6,63 | |
| | B2 | Masse | 30,6923 | 30,0394 | | Usinée |
| | | Diametre exterieur | 32,3 | 30,3 | | |
| | | Diametre interieur | 23,1 | 21,7 | | |
| | | Hauteur | 13,6 | 13,35 | | |
| Densité | | | | | | |

| | | | | | | |
|-------|----|--------------------|---------|---------|---------|--------|
| Lot D | B1 | Masse | 29,2379 | 28,707 | | Usinée |
| | | Diametre exterieur | 32,3 | 30 | | |
| | | Diametre interieur | 23,1 | 21,6 | | |
| | | Hauteur | 13,6 | 13,1 | | |
| | | Densité | 5,37 | 6,35 | | |
| | B2 | Masse | 33,1601 | 32,5818 | | Usinée |
| | | Diametre exterieur | 32,3 | 30,75 | | |
| | | Diametre interieur | 23,1 | 22,1 | | |
| | | Hauteur | 13,6 | 13,55 | | |
| | | Densité | 6,09 | 6,78 | | |
| Lot E | B1 | Masse | 29,2033 | 28,6228 | 29,2623 | 17,31 |
| | | Diametre exterieur | 32,3 | 29,45 | | |
| | | Diametre interieur | 23,1 | 21,1 | | |
| | | Hauteur | 13,6 | 13 | | |
| | | Densité | 5,37 | 6,76 | 6,91 | |
| | B2 | Masse | 28,8808 | 28,3067 | 28,9878 | 18,45 |
| | | Diametre exterieur | 32,3 | 29,6 | | |
| | | Diametre interieur | 23,1 | 21,2 | | |
| | | Hauteur | 13,6 | 13 | | |
| | | Densité | 5,3 | 6,72 | 6,85 | |
| | B3 | Masse | 29,4942 | 28,928 | 29,5696 | 17,02 |
| | | Diametre exterieur | 32,3 | 29,6 | | |
| | | Diametre interieur | 23,1 | 21,1 | | |
| | | Hauteur | 13,6 | 13 | | |
| | | Densité | 5,41 | 6,79 | 6,92 | |
| Lot F | B1 | Masse | 33,1027 | 32,4263 | 32,8028 | 9,74 |
| | | Diametre exterieur | 32,3 | 21,2 | | |
| | | Diametre interieur | 23,1 | 29,75 | | |
| | | Hauteur | 13,6 | 13,3 | | |
| | | Densité | 6,08 | 7,29 | 7,37 | |

CONCLUSION GENERALE

Suite à cette étude et aux résultats obtenus, quelques conclusions peuvent être tirées :

La taille des particules des poudres obtenues par réduction d'oxydes est proportionnelle à la granulométrie de ces derniers.

Le mélangeage des poudres doit être réalisé en prenant compte les caractéristiques physicochimiques des particules : composition chimique, taille, forme et densité afin d'éviter des ségrégations nuisibles à la qualité des pièces produites.

La lubrification des poudres permet d'éviter la création d'un gradient de densité au sein des pièces frittées.

Afin de palier au problème des stries causées par le tassage des poudres dans le moule avant compactage, il est nécessaire de prévoir des estampes suffisamment profondes permettant d'accueillir les quantités de matière voulues.

Le frittage permet l'utilisation de métaux tels que le zinc sans risquer son ébullition contrairement à son utilisation en fonderie.

Le frittage en phase solide permet l'obtention de solution solide sans avoir à atteindre la température de fusion de tous les éléments d'alliage.

La granulométrie des poudres utilisées est proportionnelle à la porosité ouverte qu'elle induit dans les pièces mais aussi à la taille des pores produits.

La macro dureté des pièces frittées est inversement proportionnelle à la granulométrie des poudres utilisées.

Les bagues autolubrifiantes ne doivent subir ni polissage ni usinage de risque de fermeture des pores débouchants, ce qui altérerait l'imprégnation de celles-ci.

Le reverse engineering est un puissant moyen pour le développement de la recherche scientifique, de l'industrie ainsi que pour la réduction de la dépendance technologique d'un pays émergent.

La précipitation conduit souvent à l'échec.

PERSPECTIVES

Quelques orientations sont proposées pour d'éventuelles études ultérieures :

- Etude de l'influence du compactage sur les retraits dimensionnels.
- Etude tribologique sur les pièces frittées.
- Etude de l'influence de la durée de frittage sur la diffusion de la phase liquide Sn-Zn dans le cuivre.
- Optimisation des couts de production.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] G. Y. Chin, "Advances in Powder Technology", *American Society for metals*, p. 5, (1981).
- [2] C. Chaussin et G. Helly, "Elaboration des Métaux", *Ed Dunod*, tome 2, p. 236 (1984).
- [3] A. J. Yule and J. J. John, "Atomization of Melts for Powders Production and Spray Deposition", *Oxford university press*, (1994).
- [4] G. Cizeron, "La Revue de Métallurgie CIT", *Science et Génie des Matériaux*, p. 683-392, (Mai 1994).
- [5] M. Senna and H. Kuno, "Polymorphic Transformation of PbO by Isothermal Wet Ball-Milling", *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol. 54 (No. 5), (May 1971).
- [6] R. Mbybr, Poudre Métallique, "Techniques de l'ingénieur", *Fasc M862*, (1980).
- [7] F.D. Richardson and H.H.E Jeffes, "The Thermodynamic of substances of insert in iron and steel marking from 0 °C to 2400 °C", *Journal of the iron and steel institute*, Vol. 160, p. 261, (1948).
- [8] R. Kieffer et W. Hotop, "Fer et Aciers Frittés", *Ed Dunod*, (1959).
- [9] *Metals hand book*, vol. 7, P.214-215, 233, 273, (1987).
- [10] R. CAZAUD. "Métallurgie : Mise en forme et traitements", aide-mémoire dunod, p100, 95-138, 112-113 (1974).
- [11] F. V. LENEL, "Powder metallurgy, principal and application", p.79, 63, 96, 40-41, (1980).
- [12] M. VU. BALSHIN. "Theory of compacting", *vestnik metalloprom*, vol.18, p.127-137, (1958).
- [13] Y. Fu, G. Jiang, J. J. Lannutti, R. H. Wagoner and Glenn S. Daehn. "Effect of cyclic pressure consolidation on the unifomity of metal matrix composites", in press : *materials transaction*, (Octobre 2001).
- [14] R. W. HECKEL. "An analysis of powder compaction phenomena" *Trans. Aime*, vol. 221, p. 1001-1008, (1961).
- [15] R. W. GERMAN. "Powder metal science", p. 127, (1984).
- [16] G. CIZERON, "Le frittage sous son aspect physico-chimique", *institut de céramique française*, p1-17, (1968).
- [17] ANDRE VO VAN. "Modélisation numérique et expérimentale du procédé de frittage en métallurgie des poudres", *Mémoire de maitrise, Université Laval, Québec*, (1998), p 25-29, (juin 1998),
- [18] Pichet. G, "caractérisation et optimisation de l'atmosphère de frittage pour le système fer-cuivre-carbone", *Mémoire de maitrise, Université Laval, Québec*, (1996)