

République Algérienne Démocratique et Populaire  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

**Ecole Nationale Polytechnique**



**Département de Métallurgie**

**Projet de Fin d'Etudes**

**Thème**

**INFLUENCE D'UN TRAITEMENT  
THERMIQUE DE DURCISSEMENT  
SUR L'APTITUDE AU BROYAGE  
D'UN ACIER MI-DUR**

**Proposé et dirigé par :**

Dr. A. KASSER

**Etudié par :**

Mlle Kenza IKOUBEL

*Promotion : Juin 2008*

## **ملخص:**

يهدف هذا العمل إلى تحديد مدى تأثير المعالجة الحرارية على أبعاد الحبيبات المحصل عليها عن طريق الطحن الميكانيكي للحدادة في عدة فترات زمنية. وقد تم هذا العمل بتفعيل المعالجة الحرارية على أربعة قطع أسطوانية فولاذية في درجات حرارية مختلفة. للحصول على هذه الحدادة قمنا بعملية الخراطة قبل طحنها و تخصيص أبعادها.

**الكلمات المفتاحية:** الطحن الميكانيكي، المعالجة الحرارية، تخصيص المسحوق، تعدين المسحوق، الخراطة، الحدادة.

## **Résumé :**

Ce présent travail est une étude qui a pour but primordial de déterminer l'influence du traitement thermique de durcissement sur la taille des particules. Un usinage des lingots au tour permet d'obtenir des copeaux pour les broyer et les caractériser. Une étude métallographique ainsi que la mesure de microdureté des lingots traités, permettent de déterminer le type des phases formées, le grossissement et la dureté, pour lier leurs changements à la taille des particules obtenues.

Le résultat obtenu est très satisfaisant, puisque cette méthode permet non seulement de recycler les copeaux d'acier, mais aussi un traitement considéré conduit à contrôler la taille des poudres.

## **Mots clés :**

Métallurgie des poudres, tournage, caractérisation des poudres, la taille des grains, croissance, traitement thermique, broyage mécanique, durcissement.

## **Abstract :**

The purpose of the present work is to determine the influence of heat treatment of hardening on the size of the particles. A machining of the ingots in the turn makes it possible to obtain chips to crush and characterize them. A metallographic study combined with the measure of the micro hardness of the treated ingots makes it possible to determine the type of the formed phases, the enlargement of the grains and the hardness, to bind their changes and the size of the obtained particles.

The acquired result is very satisfactory, since this method not only makes it possible to recycle the steel chips, but also, a considered treatment leads to control the size of the powders.

**Key words :** powder metallurgy ; turning, characterization of the powder, size of the grains, growth, heat treatment, mechanical crushing, hardening.

## **DEDICACES**

**Je tiens à dédier le présent travail, ainsi que mon ingéniorat, aux meilleurs parents qui soient, pour leurs sourire, bonté, générosité et soutien dans tout ce que j'entreprends.**

**A mon meilleur ami et petit frère ; Samy, qui m'a toujours encouragée à sa manière.**

**Aux deux adorables ; sœur et beau frère, qui bien que loin, ont toujours répondu présents et n'ont cessé de m'encourager et assister.**

**A vous tous mes bien chers amis.**

## **REMERCIEMENTS**

*Mes sincères remerciements et ma profonde gratitude vont d'abord à Monsieur A.KASSER, mon encadreur, pour m'avoir dirigé, orienté, soutenu et dont les compétences intellectuelles, l'expérience, la modestie, la patience et la disponibilité ont grandement contribué à l'aboutissement de ce mémoire. Qu'il trouve ici l'expression de mon profond respect.*

*Je remercie par anticipation, monsieur le président de mon jury, M. F.HELLAL, ainsi que tous les membres du jury à savoir, Mme KECHOUD et M. DELLALI, d'avoir bien voulu siéger dans mon jury.*

*Je souhaiterai également remercier tous mes enseignants du département de métallurgie de l'ENP, pour avoir participé à ma formation.*

*Je tiens encore une fois à remercier M. F. HELLAL pour m'avoir autorisé à utiliser son microscope pour réaliser les micrographies optiques numériques.*

*Mes remerciements vont également à M. SAADA du département génie minier pour m'avoir permis d'effectuer mes expériences au sein du laboratoire du génie minier.*

*Finalement, mes remerciements vont à tous ceux qui ont contribué d'une quelconque manière à l'aboutissement de ce travail.*

*Mlle Kenza IKOUBEL*

## TABLE DES MATIERES

INTRODUCTION GENERALE.....	1
CHAPITRE I METHODES D'ELABORATION DES POUDRES	
I.1. LE BROYAGE MECANIQUE .....	3
I.1.1. Introduction.....	3
VII.I.1.2. Principes du broyage .....	4
I.1.2.1. Cas des matériaux fragiles.....	4
I.1.2.2. Cas des alliages sous forme de particules .....	5
I.1.3. Processus de broyage.....	6
I.1.3.1. Le micro forgeage .....	7
I.1.3.2. La fracture .....	7
I.1.3.3. Agglomération .....	7
I.1.4. Mécanisme de broyage d'alliages et de composés.....	8
I.1.5. Conditions expérimentales du broyage.....	9
I.2. METHODES PHYSIQUES .....	9
I.2.1. Atomisation.....	9
I.2.2. L'électrode tournante.....	10
I.2.3. Le procédé d'hydrogène dissous .....	10
I.3. METHODES CHIMIQUES .....	11
I.3.1. Le procédé de Réduction des oxydes .....	11
I.3.2. Précipitation.....	11
I.3.3. Le procédé de décomposition des métaux carbonyles .....	12
I.4 METHODE ELECTROLYTIQUE.....	12
CHPITRE II LES EQUIPEMENTS DE BROYAGE	
II.1. Le broyeur à boulets Tumbler .....	13
II.2. Les paramètres de charge d'un broyeur à boulets .....	13
II.3. Les broyeurs à vibration de boulets .....	14
II.3.1. Le broyeur à tube vibratoire .....	14
II.3.2. Le broyeur à vibration Sweco .....	15
II.3.3. Les broyeurs à attrition.....	16
II.3.3.1. Le mécanisme du broyeur à attrition .....	16
II.3.4. Le procédé d'impact Cold stream .....	17

II.3.5. Le broyage de haute énergie .....	18
II.3.6. Les broyeurs « Hammer et Rod » .....	19

### CHAPITRE III CARACTERISATION DES POUDRES

III.1. Introduction.....	20
III.2. Techniques de caractérisation de la taille .....	20
III.2.1. La technique de tamisage .....	20
III.2.2. La technique de sédimentation .....	21
III.2.3. Technique de microscopie.....	21
III.2.4. Technique de conductivité électrique .....	21
III.2.5. Technique d'adsorption.....	21
III.2.6. Technique de diffraction des rayons X .....	22
III.2.7. Technique de mesure par «compteur coulter».....	22
III.2.8. Technique d'atténuation optique .....	22
III.2.9. Technique dite « Air Classification » .....	22
III.2.10. Technique de la diffraction de la lumière laser .....	22
III.2.11. Technique de l'élutriation .....	22

### CHAPITRE IV LES ACIERS

IV.1. Introduction.....	23
IV.2. LE DIAGRAMME Fe-C .....	23
IV.3. LES DEUX CLASSES DE TRANSFORMATION DE L'AUSTENITE EN CONDITIONS ISOTHERMES .....	24
IV.3.1. Transformations avec diffusion.....	24
IV.3.1.1. La transformation perlitique .....	24
IV.3.1.2. La transformation bainitique.....	25
IV.3.2. Transformation sans diffusion ou martensitique .....	25
IV.3.2.1. Caractéristiques de la transformation martensitique $A \rightarrow M$ .....	25
IV.3.2.2. Caractéristiques de la martensite.....	26
IV.4. TRANSFORMATION DE LA MARTENSITE AU COURS DU REVENU .....	27
IV.4.1. Cas des aciers non alliés ne contenant pas d'éléments carburigènes .....	27
IV.4.2. Cas des aciers alliés contenant des éléments carburigènes .....	28
IV.4.3. La fragilité au revenu de la martensite.....	28

### CHAPITRE V TRAITEMENTS THERMIQUES DES ACIERS

V.1. L'AUSTENITISATION .....	29
V.2. LA TREMPÉ.....	29

V.2.1. La trempe à l'eau .....	30
V.2.2. La trempe à l'huile .....	30
V.2.3. La trempe au gaz .....	31
V.2.4 La trempe au brouillard .....	31
V.2.5 La trempe en bain fluidisé .....	31
V.2.6 La trempe en bains fondus .....	31
V.3. LE REVENU [31] .....	32
V.3.1. Revenu de détente .....	32
V.3.2. Revenu classique.....	32
V.4. LE RECUIT [31] .....	32
V.4.1. Recuit dont la température maximale atteinte est au-dessous ou à l'intérieur de l'intervalle critique (Ac1-Ac3 ou Ac1-Acm).....	33
V.4.1.1. Le recuit complet ou simplement recuit .....	33
V.4.1.2. Le recuit d'homogénéisation ou de diffusion.....	33
V.4.1.3. Le recuit de régénération ou traitement d'affinage structural.....	33
V.4.1.4. Le traitement de normalisation.....	33
V.4.2. Recuit dont la température maximale atteinte est, en principe, au-dessous de Ac1 ..	34
V.4.2.1. Le recuit d'adoucissement ou d'amélioration de l'usinabilité ou subcritique ....	34
V.4.2.2. Le traitement de restauration et de recristallisation.....	34

## CHAPITRE VI PROCEDURE EXPERIMENTALE

VI. 1. Introduction.....	35
VI. 2. But du travail .....	35
VI.3. Equipement et caractérisation .....	36
VI.3.1. Le four à moufle .....	36
VI.3.2. Préparation métallographique des échantillons.....	37
VI.3.3. Observation au microscope optique.....	37
VI.3.4. Fabrication des copeaux.....	37
VI.3.5. Caractérisation des copeaux .....	38
VI.3.6. Description de l'opération de broyage .....	38
VI.3.7. Descriptions des tamis .....	39
VI.3.8. Description du vibreur à tamis.....	39
VI.3.9. Description de la balance électronique .....	40

## CHAPITRE VII RESULTATS ET INTERPRETATIONS

VII.1. MATERIAU ETUDIE .....	41
VII.1.1. Composition chimique.....	41

VII.1.2. Traitements thermiques .....	41
VII.2. PRESENTATION DES RESULTATS POUR LES QUATRE ECHANTILLONS ....	42
VII.2.1. Echantillon N° 01 de martensite .....	42
VII.2.1.1. Mesure de la dureté moyenne .....	42
VII.2.1.2. Microstructure de l'échantillon.....	43
VII.2.1.3. Broyage et distribution de taille dans la poudre élaborée .....	43
VII.2.2. Echantillon N° 02 de martensite revenue à 200°C .....	45
VII.2.2.1. Mesure de la dureté moyenne .....	45
VII.2.2.2. Microstructure de l'échantillon.....	46
VII.2.2.3. Broyage et distribution de taille dans la poudre élaborée .....	47
VII.2.3. Echantillon N° 03 de martensite revenue à 580°C.....	49
VII.2.3.1. Mesure de la dureté moyenne .....	49
VII.2.3.2. Microstructure de l'échantillon.....	49
VII.2.3.3. Broyage et distribution de taille dans la poudre élaborée .....	50
VII.2.4. Echantillon N° 04 de structure ferrito-perlitique .....	52
VII.2.4.1. Mesure de la dureté moyenne .....	52
VII.2.4.2. Microstructure de l'échantillon.....	53
VII.2.4.3. Broyage et distribution de taille dans la poudre élaborée .....	53
VII.3. INFLUENCE DES VARIABLES DE BROyage SUR LE PRODUIT BROYE.....	55
VII.3.1. Influence du temps de broyage .....	55
VII.3.2. Influence de la structure sur la dureté et la taille moyenne des particules Poudres	59
VII.3.2.1. Influence de la structure de l'acier sur la dureté.....	60
VII.3.2.2. Influence de la structure sur la taille des particules .....	60
VII.3.3. Influence de la structure sur la fraction fine .....	61
VII.3.4. influence du type de broyeur utilisé sur la taille des particules de poudre .....	62
CONCLUSION GENERALE.....	66
PERSPECTIVES.....	67
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	68

## LISTE DES FIGURES

Figure I.1. Illustration schématique du volume actif pendant le broyage à boulets.....	7
Figure I.2. le procédé de l'électrode tournante. ....	10
Figure I.3. Pulvérisateur sous vide. ....	11
Figure II.1. le broyeur Tumbler utilisé pour le broyage des poudres de métaux.....	13
Figure II.2. Le broyeur à boulets à vibration Megapact. ....	14
Figure II.3. Le broyeur Sweco pour le broyage humide à vibration. ....	15
Figure II.4. le broyeur à boulets à attrition et vibration. ....	16
Figure II.5. Courant de matériau brut percutant une cible en se fracassant dans le procédé. [8]	17
Figure II.6. les capacités typiques de tailles des classes communes d'un équipement de réduction des tailles. ....	18
Figure IV.1. Diagramme d'équilibre métastable ou à cémentite. ....	23
Figure IV.2. Schéma de formation d'une aiguille de martensite .....	27
Figure IV.3. Maille de la martensite .....	27
Figure VI.1. Photo réelle du four à mouffles utilisé.....	36
Figure VI.2. Photo réelle du broyeur à boulets utilisé. ....	38
Figure VI.3. Charges broyante et broyée à l'intérieur de la chambre de broyage. ....	39
Figure VI.4. Vue schématique de l'opération de tamisage. ....	40
Figure VI.5. photo réelle de la balance électronique utilisée. ....	40
Figure VII.1. Photomicrographie optique de l'échantillon N°01 de martensite. G=650x.....	43
Figure VII.2. Distribution des tailles des particules de poudre après broyage de l'acier martensitique. V= 50trs/mn. Charge broyante C <sub>b</sub> =2250grs.....	45
Figure VII.3. Photomicrographie optique de l'échantillon N°02 de la martensite revenue à 200 °C pendant 1 heure. La structure est un agrégat de ferrite et de carbures (ε et χ) G = 650x.....	47
Figure VII.4. Distribution des tailles des particules de poudre après broyage de l'acier martensitique revenu à 200°C. V= 50 trs /mn. C <sub>b</sub> =2250grs.....	49
Figure VII.5. Photomicrographie optique de l'échantillon N°03 de martensite revenue à 580 °C pendant 1 h. La structure est un agrégat de ferrite+cémentite globulaire fine. G=650x.....	50
Figure VII.6. Distribution des tailles des particules de poudre après broyage de l'acier martensitique revenu à 580°C. V = 50 tr.min-1 ; C <sub>b</sub> = 2550 grs.....	52
Figure VII.7. Photomicrographie optique de l'échantillon N°04 ferrito-perlitique. G=650x. .	53
Figure VII.8. Distribution des tailles des particules de poudres après broyage de l'acier ferrito-perlitique. V= 50 tr.min-1 ; C <sub>b</sub> = 2550 grs.....	55
Figure VII.9. Micrographies montrant les formes des particules des différents refus pendant le tamisage.....	56
Figure VII.10. Variation du diamètre moyen des différentes poudres en fonction du temps de broyage. ....	58
Figure VII.11. Variations du diamètre moyen de la poudre et de la dureté Hv en fonction de la structure de l'acier.....	59
Figure VII.12. Variation de la fraction fine en fonction de la structure de l'acier. ....	62
Figure VII.13. Influence du type de broyeur utilisé sur la taille de la poudre en fonction du temps de broyage. ....	63
Figure VII.14. Influence du broyeur utilisé sur la taille de la poudre au bout de 8h de broyage.	64
Figure VII.15. Variation de la fraction fine selon le broyeur utilisé. Structure ferrito perlitique, broyée pendant 8 heures. ....	65

## LISTE DES TABLEAUX

Tableau IV.1. Les différentes phases en présence dans le diagramme Fe-C pour les aciers ...	24
Tableau VII.1. Analyse par fluorescence de la composition chimique du lingot d'acier mi-dur utilisé pour fabriquer les poudres. ....	41
Tableau VII.2. Résultats de mesure de la dureté de l'échantillon N°01 à structure martensitique. ....	42
Tableau VII.3. Résultats de caractérisation après un broyage d'une heure dans un broyeur à boulets tournant à 50 trs.min-1. La masse broyée est de 200 grammes. ....	44
Tableau VII.4. Résultats de caractérisation après un broyage de 2 heures. Les autres conditions restent constantes. ....	44
Tableau VII.5. Résultats de caractérisation après un broyage de 4 heures. Les autres conditions restent constantes ....	44
Tableau VII.6. Résultats de caractérisation après un broyage de 8 heures. Les autres conditions restent constantes. ....	45
Tableau VII.7. Résultats de mesure de la dureté de l'échantillon N°02 constitué de ferrite et de carbure de fer après revenue à 200°C de la martensite. ....	46
Tableau VII.8. Résultats de caractérisation après un broyage d'une heure. Les autres paramètres restent constants ....	47
Tableau VII.9. Résultats de caractérisation après un broyage de 2 heures. Les autres paramètres restent constants. ....	48
Tableau VII.10. Résultats de caractérisation après un broyage de 4 heures. Les autres paramètres restent constants. ....	48
Tableau VII.11. Résultats de caractérisation après un broyage de 8 heures. Les autres paramètres restent constants. ....	48
Tableau VII.12. Résultats de mesure de la dureté de l'échantillon N° 03 de martensite revenue à 580°C. ....	49
Tableau VII.13. Résultats de caractérisation après un broyage d'1 heure. ....	51
Tableau VII.14. Résultats de caractérisation après un broyage de 2heures. ....	51
Tableau VII.15. Résultats de caractérisation après un broyage de 4heures. ....	51
Tableau VII.16. Résultats de caractérisation après un broyage de 8heures. ....	52
Tableau VII.17. Résultats de mesure de la dureté de l'échantillon N°04 ferrito-perlitique. ....	52
Tableau VII.18. Résultats de caractérisation après un broyage d'1 heure. ....	54
Tableau VII.19. Résultats de caractérisation après un broyage de 2heures. ....	54
Tableau VII.20. Résultats de caractérisation après un broyage de 4heures ....	54
Tableau VII.21. Résultats de caractérisation après un broyage de 8heures ....	55
Tableau VII.22. Variation du diamètre moyen des différentes poudres en fonction du temps de broyage. ....	57
Tableau VII.23. Variations de la dureté de l'acier et du diamètre moyen de la poudre en fonction des structures imposées. ....	59
Tableau VII.24. Masse de la fraction fine en fonction de la structure de l'acier. ....	61
Tableau VII.25. Variation du diamètre moyen de la poudre élaborée dans un broyeur à lames à percussion en fonction du temps de broyage. ....	62
Tableau VII.26. Variation du diamètre moyen de la poudre élaborée dans un broyeur à boulets en fonction du temps de broyage. ....	63
Tableau VII.27. Variation de la fraction fine selon le broyeur utilisé. ....	64

## INTRODUCTION GENERALE

La métallurgie des poudres (mdp) rassemble les procédés thermomécaniques d'élaboration et de mise en forme de matériaux métalliques à partir de poudres. Bien que les premiers objets métalliques artisanaux aient été obtenus dans la préhistoire par des techniques s'apparentant à la métallurgie des poudres et à la forge, l'industrie de la mdp est véritablement née au début du XX<sup>e</sup> siècle avec la fabrication de filaments de tungstène pour lampes à incandescence. Un peu plus tard, les premiers carbures cémentés et les coussinets en bronze autolubrifiants sont élaborés à partir de poudres. Mais c'est le développement de l'industrie automobile, à partir des années 1950, qui a donné véritablement son essor à cette activité de mise en forme des métaux. L'automobile reste avec 85% du tonnage pour la France, le principal débouché pour cette technologie. La pénétration moyenne de la mdp est d'environ 7 kg par véhicule léger pour les constructeurs français, et beaucoup plus en Amérique du nord. Mais l'équipement de bricolage, de sport, la bureautique, et même l'horlogerie et la lunetterie, font de plus en plus appel à cette technologie. C'est un métier dans lequel la place laissée à l'imagination technologique est grande. La recherche active (environ 200 chercheurs en France) et les collaborations internationales intenses, sont fortement intégrées à l'échelle européenne. Ces dix dernières années ont vu deux tendances contradictoires dans la structure de l'industrie de la métallurgie des poudres. Le regroupement à l'échelle de France puis de l'Europe, et maintenant du monde, fait que des entreprises produisent des pièces mécaniques frittées par voie classique de compactage et de frittage. Une éclosion de nouvelles petites entreprises commencent à produire des pièces en moulage par injection.

Dans le vaste domaine de la métallurgie des poudres, on peut distinguer deux filières principales :

1. une filière traditionnelle pour la fabrication en grande série de pièces mécaniques aux tolérances précises dont la masse n'excède pas 1 kg et qui, pour la plupart, sont en acier peu allié. La densification est assurée à froid par pressage axial, puis par frittage. La technologie de moulage par injection, qui dérive de la plasturgie, se rattache aussi à la filière traditionnelle et convient surtout pour de petites pièces de forme complexe.
2. une filière demi-produit pour la fabrication de grosses pièces pouvant dépasser 1 tonne entièrement denses mais en petite série. La densification à chaud par déformation plastique des poudres peut se faire par extrusion ou par compactage isostatique à chaud. Les ébauches obtenues sont ensuite découpées, forgées, ou usinées pour la mise en forme finale. La construction aéronautique et navale ainsi que la pétrochimie, sont les principaux utilisateurs de pièces en aciers inoxydables, aciers à outils ou en superalliages à base de nickel, dont le niveau de propriétés mécaniques est inégalé dans l'environnement sévère.

Choisir la métallurgie des poudres de préférence aux autres technologies de mise en forme peut se justifier par des avantages économiques ou métallurgiques. Dans le premier cas, c'est par exemple l'élimination ou la réduction des gammes d'usinage dans la chaîne de production qui motive l'industrie automobile et ses fournisseurs. Dans le second, la meilleure homogénéité des produits frittés intéresse en particulier les producteurs d'outillage et l'industrie aéronautique.

La métallurgie des poudres reste cependant, une technique de mise en forme des métaux, encore insuffisamment exploitée. En terme de tonnage, et à l'échelle mondiale, sa part ne représente que 0,1% de celle des procédés qui reposent sur la solidification pour première mise en forme de pièces. La comparaison de la mdp à de industries métallurgiques ou mécaniques concurrentes ne doit pas s'arrêter à des considérations de volume de production. La mdp utilise un demi-produit souvent cher qu'et la

poudre elle-même. Mais elle permet sur pièces consolidées. De faire de réelles économies au niveau de l'usinage tout en garantissant un bon niveau de propriétés d'emploi. [1]

C'est dans ce contexte de transition difficile d'une industrie capitaliste et polluante, vers une autre plus propre et humaine, que nous avons choisi de fabriquer une poudre d'acier, à partir de la récupération et du recyclage des copeaux d'usinage. Ces copeaux sont récupérés à l'issue d'opérations de tournage, sur quatre lingots d'acier mi-dur, ayant subi des traitements thermiques de durcissement. Ces copeaux sont ensuite broyés dans un broyeur à boulets et caractérisés par tamisage afin d'étudier l'influence des différents traitements thermiques effectués préalablement sur la broyabilité de ces derniers.

Pour mener à bien cette étude, nous avons partagé notre travail, en deux grandes parties :

- une partie bibliographique constituée de cinq chapitres traitant des différentes méthodes d'élaboration des poudres, un aperçu sur les divers équipements de broyage, les techniques de caractérisation des poudres, l'acier et ses différentes transformations lors des traitements thermiques et enfin un chapitre traitant des traitements thermiques à effectuer.
- une partie expérimentale constituée de deux chapitres, l'un consacré à l'étude expérimentale, où nous passons en revue les procédés expérimentaux utilisés dans le cadre de ce travail, et l'autre aux résultats obtenus et leurs interprétations.

Le mémoire s'achève enfin, par une conclusion générale relatant les différents résultats obtenus.

# Chapitre I

## METHODES D'ELABORATION DES POUDRES

Les méthodes de fabrication des poudres peuvent se classer en méthodes mécaniques, physiques, chimiques et électrolytiques et influencent la taille, la répartition, la forme, la microstructure, la chimie et le coût des poudres obtenues. La diversité et la souplesse de ces méthodes permettent généralement de choisir parmi elles celle qui conduira, par un strict contrôle des paramètres de fabrication, à la poudre la mieux appropriée pour une application visée. Le développement de l'innovation technique des procédés de fabrication sont constamment en progrès afin de satisfaire aux exigences de performance, qualité et coût des applications existantes ou émergentes [1].

### I.1. LE BROYAGE MECANIQUE

#### I.1.1. Introduction

Le broyage des matériaux aussi bien fragiles que ductiles, est d'un intérêt primordial du point de vue technique et économique pour l'industrie de la métallurgie des poudres. La pulvérisation mécanique est largement la méthode la plus utilisée pour le broyage des matériaux durs et les oxydes métalliques. Le broyage des gâteaux spongieux obtenus par réduction, par atomisation, ou des poudres électrolytiques, est le plus commun des processus de broyage. Les broyeurs de Hammer et Rod sont utilisés pour ce type de broyage. La pulvérisation mécanique est restreinte aux métaux relativement durs et fragiles. Quelques métaux réactifs comme le béryllium et les hydrures de métaux, sont utilisés pour la production des flocons de métaux et les matériaux chimiquement fragilisés. L'intérêt grandissant pour les poudres de métaux à particules plus fines que celles produites par atomisation, a relancé l'intérêt pour le broyage, particulièrement pour allier des métaux à l'état solide ou par broyage de haute énergie. Cependant, l'élaboration de poudres de métaux par broyage mécanique a reçu un minimum d'attention jusqu'à nos jours. Les objectifs du broyage incluent :

- . La réduction de la taille des particules ;
- . Le changement de la forme (écaillage) ;
- . L'agglomération ;
- . Les alliages à l'état solide (alliage mécanique) ;
- . Le mélange à l'état solide (alliage incomplet) ;
- . La modification, le changement ou le changement des propriétés des matériaux (densité, coulabilité ou le travail de durcissement par écrouissage) ;
- . Le mélange de deux ou plusieurs matériaux ou phases mixées.

Dans la plupart des cas, l'objectif du broyage est la réduction de la taille des particules.

L'opération de broyage provoque : la fracture, la déformation, ou la soudure à froid des particules percutées. Le broyage peut également produire des transformations polymorphes, comme dans le cas de l'oxyde de plomb et l'acier inoxydable. L'effet spécifique que le broyage provoque sur la poudre dépend des propriétés physiques et chimiques de la poudre, et de l'environnement liquide, vide ou gazeux dans lequel les opérations sont effectuées ainsi que des variables de broyage. Le choix des processus de broyage est basé sur les résultats

désirés de l'opération de broyage, le comportement de la poudre dans les conditions de broyage, les caractéristiques de la poudre, et les propriétés physiques et mécaniques du matériau à mouler. Durant le broyage, quatre types d'efforts agissent sur le matériau : l'impact, l'usure, le cisaillement et la compression. L'impact est la frappe instantanée d'un objet par un autre. Les objets peuvent être tous en mouvement, ou alors l'un en mouvement et l'autre stationnaire. L'usure est la production des débris ou de particules sous l'action du frottement entre deux corps. Ce type d'effort de broyage est préféré lorsque le matériau est friable, et montre une abrasivité minimale. Le cisaillement consiste en la réduction ou en le clivage des particules, et est d'ordinaire combiné avec deux types d'effort. Le cisaillement contribue à fracturer par cassure les particules, en des morceaux individuels avec un maximum de finesse. La compression, est l'application lente des forces de compression sur un corps. Ce type d'effort de broyage est d'habitude associé aux mâchoires du broyeur et au concassage de grands agglomérés de matériaux non ductiles.

La conception et l'amélioration des processus ont été basées sur des données empiriques et semi empiriques. L'avancement a été perçu dans la nature de la fracture fragile des matériaux relativement homogènes comme les verres. La recherche fondamentale sur le broyage des métaux ductiles manque, malgré la connaissance de beaucoup de phénomènes sur le processus. La pulvérisation n'est pas adéquatement comprise telle qu'elle est appliquée au mécanisme détaillé associé, quand les particules sont percutées au moyen de la collision. La fracture a lieu dans les matériaux durs et fragiles avec une déformation minimale des particules et agglomération par soudage à froid. La déformation, la soudure à froid et la fracture se produisent à différents degrés sur les matériaux, qu'ils soient durs ou ductiles. Bien que le cas fréquent soit le broyage de poudre de granulométrie  $<150 \mu\text{m}$  on peut broyer des particules ayant une granulométrie allant jusqu'à 6 mm (1). [2]

## I.1.2. Principes du broyage

### I.1.2.1. Cas des matériaux fragiles

La théorie de Griffith [3,4] assume que tout matériau fragile, contient des fissures bien dispersées qui engendrent sa fracture. La contrainte  $\sigma_c$  à laquelle la fissure se propage, dépend de sa taille. La forme générale de l'équation de la fracture pour les modes de chargement qui mènent à des fissures catastrophiques est [4] :

$$\sigma_c = A \sqrt{\gamma^E / c (1 - \mu^2)} \quad (\text{I.1})$$

Où :

A : est une constante numérique dépendant de la géométrie de la fissure, de sa position, du mode de chargement et des dimensions des particules.

c : la taille de la fissure

E : le module d'élasticité

$\mu$  : le coefficient de poisson :

$\gamma$  : l'énergie de surface du matériau utilisé.

Ainsi, la contrainte mesurée dépend de la taille de la fissure, des propriétés élastiques et de l'énergie de surface. Pour les matériaux fragiles,  $\gamma$  varie entre  $10^3$  et  $10^4 \text{ erg/cm}^2$ . La contrainte  $\sigma$ , pour provoquer la fracture d'une particule, peut être exprimée par [4] :

$$\sigma = \sqrt{2 E \cdot r / L} \quad (\text{I.2})$$

Où :

L : la longueur de la fissure  
r : le rayon de la fissure au point d'inflexion.

Quant l'effort au bout de la fissure est égal à la force de cohésion entre les atomes, toute nouvelle énergie de surface est fournie par l'effort lui-même à partir de l'énergie de déformation élastique et correspond rudement au modèle de Griffith. Trois types de défauts (faciaux en volume ou en arête) ont été découverts par Gilvary [5] en respectant la position dans la surface ou à l'intérieur des particules. La fracture initiale en surface sur une particule, commence dans les défauts de surface de la particule originale. Cependant, l'insuffisance des défauts en surface explique le grand nombre de fragments formés dans les fractures fragiles. Lorsque les défauts internes sont activés, deux surfaces en opposition sont créées. Chacune d'elles contient des défauts inter-coupés par la propagation des fractures à partir des défauts en volume. De même, les arêtes formées par l'intersection des fractures en surface contiennent des défauts linéairement distribués le long de cette arête.

La conjugaison totale de ces défauts en activation, génère de nouvelles fractures et donc des subdivisions à l'infini. [6]

### I.1.2.2. Cas des alliages sous forme de particules

Pour les alliages contenant des particules indéformables, l'endommagement a lieu au niveau des particules. La germination du dommage peut se produire soit par fracture des particules, soit par décohérence de l'interface, selon la résistance de l'interface entre la particule et la matrice environnante. Les conditions mécaniques de l'endommagement doivent porter sur les contraintes locales, mais il faut les traduire en terme de grandeurs macroscopiques. On a coutume de considérer la déformation macroscopique comme la quantité qui doit atteindre un seuil de valeur pour amorcer le dommage. L'idée sous-tendant les modèles, est toujours de calculer les contraintes d'incompatibilité associées à cette déformation macroscopique et de les évaluer à des valeurs seuils correspondants ; soit au clivage des particules, soit à la décohérence de l'interface. Un modèle dû à Brown et Stobbs, supposant que la contrainte locale critique est indépendante de la taille des particules, prédit que la déformation critique pour amorcer le dommage, est d'autant plus élevée que les particules sont plus grosses. La déformation au niveau des particules, c'est-à-dire la grandeur qui gouverne la croissance des cavités, est égale à la déformation macroscopique amplifiée par un facteur  $1/K$  (un modèle simple donne  $1/3$ ). [6]

Pour des particules de taille  $r$  et en fraction volumique  $f$ , les cavités apparaissent à une taille  $r$  et croissent jusqu'à atteindre une taille  $(1-2r)$  où,  $1$  étant l'espacement entre particules. Quand cette taille de cavité est atteinte, la rupture se produit suivant une forme de « striction interne localisée ». Ce scénario très simple conduit à estimer la déformation nécessaire pour atteindre la rupture finale, après que la germination de la fissure ait eu lieu à une déformation critique  $\varepsilon_n$ .

On obtient donc l'expression suivante pour la ductilité du matériau, qui apparaît comme la somme de la déformation pour amorcer le dommage et de la déformation nécessaire pour que les cavités atteignent leur dimension critique [6] :

$$e_f = \varepsilon_n + \int_{2r}^{(1-2r)} dl / l = \varepsilon_n + K \ln(\sqrt{\pi/6 f} - 1) \quad (I.3)$$

### I.1.3. Processus de broyage

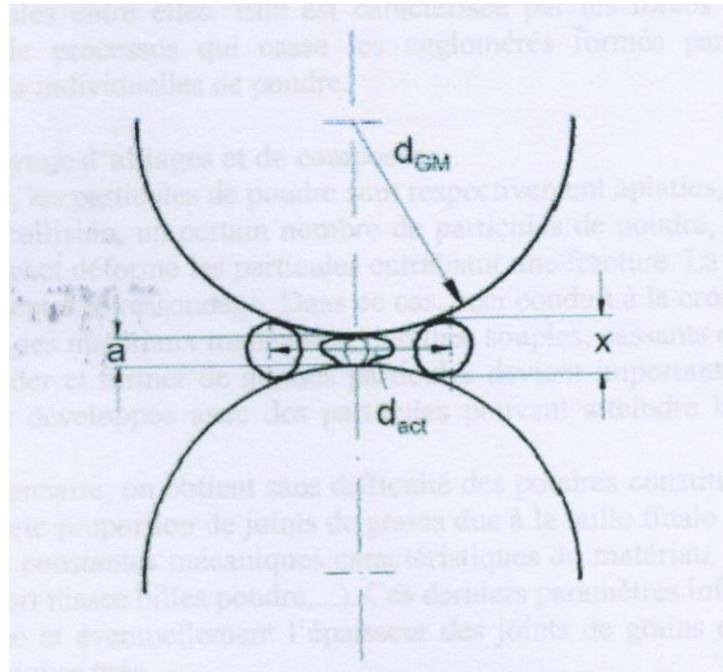
Du fait du mouvement des éléments broyants dans un broyeur à billes avec agitateur à disques, trois phénomènes de broyage peuvent être identifiés. Les particules peuvent être soumises à contraintes par des billes, qui sont accélérées depuis l'agitateur vers la paroi de la chambre de broyage (A), soit comprimées contre la paroi du fait de l'accélération centrifuge (B) ou par des billes à grande vitesse en mouvement tangentiel heurtant des billes de vitesse plus faible (C).

L'importance de ces trois phénomènes peut être déterminée en évaluant l'intensité respective des contraintes ainsi que la fréquence respective des efforts. Les études théoriques montrent que les particules cassent essentiellement du fait des contraintes résultant du cas (C). Ces résultats furent confirmés expérimentalement dans le cas du broyage de calcaire dans un broyeur agité à billes. [7]

Pour le broyage des matériaux cristallins, on peut supposer que les forces de cisaillement du matériau sont trop basses pour casser les particules. Par conséquent, ces particules cristallines peuvent seulement être cassées quand elles sont soumises à contraintes entre deux billes ou entre le milieu et les parois de la chambre de broyage. Selon le nombre de particules capturées entre deux boulets, trois cas peuvent être envisagés :

1. Une seule particule est capturée, et est soumise à contrainte avec la totalité de l'énergie ou de la force (particule unique soumise à contrainte).
2. Plus d'une particule sont capturées entre deux billes et toutes ces particules ont un contact avec les deux billes pendant la mise à l'effort et elles sont soumises à des contraintes indépendamment l'une à l'autre. Dans ce cas, la particule ayant la plus grande taille et/ou, qui a la plus petite distance par rapport à l'entraxe des deux billes est capturée. Cette particule est soumise à contrainte avec une énergie ou une force maximale. Les particules qui sont capturées entre les deux billes, mais loin de l'entraxe, sont soumises à contraintes avec une énergie ou une force considérablement réduite. A la fin de la mise à l'effort, diverses particules individuelles sont soumises à contraintes avec différentes intensités.
3. Un lit de particules est capturé et soumis à une contrainte entre les deux billes. Le nombre de particules capturées dépend entre autres de la concentration des solides en suspension et de la taille des particules et peut être évalué par le rapport entre le diamètre du volume actif entre deux billes, ' $d_{act}$ ' et la distance moyenne entre deux particules en suspension (**figure I.1**).

Le volume actif entre deux billes est défini comme le volume dans lequel une particule de taille  $X$  est capturée entre deux billes avec un diamètre ' $d_{GM}$ '. Le diamètre du volume actif,  $d_{act}$  est montré sur la figure I.1. C'est la distance maximale entre deux particules capturées à la distance minimale des billes ' $a$ '. La distance moyenne ' $y$ ' entre le centre des deux particules est une fonction de la concentration en volume des solides en suspension ' $c_v$ ' et de la taille de la particule ' $x$ '.



**Figure.I.1.** Illustration schématique du volume actif pendant le broyage à boulets. [7]

En se basant sur les définitions précédentes, l'équation suivante peut être donnée pour le rapport  $d_{act}/y$  [7]:

$$d_{act}/y = \sqrt[3]{\frac{6c_v}{\pi} \sqrt{2(1-a)} \frac{d_{GM}}{x} + 1 - a^2} \quad (I.4)$$

avec  $d = a/x$

Les changements morphologiques des particules de poudres survenant durant le broyage sont obtenus par les processus suivants [8] :

#### I.1.3.1. Le micro forgeage

Le processus initial prédominant durant le broyage est la compression des particules des métaux ductiles au moyen de l'impact par le milieu broyant. Les particules individuelles ou en groupe sont percutées à plusieurs reprises par le milieu broyant de telle sorte qu'elles se déforment avec un changement de masse, nul ou minimal.

#### I.1.3.2. La fracture

Après un temps de broyage, les particules individuelles se déforment à un point où commencent à s'initier des fissures qui se propagent pour finalement fracturer les particules. La présence de fissures, d'imperfections et d'inclusions dans les particules, facilite la fracture. Les particules de formes irrégulières ou spongieuses contiennent des fissures et des pores qui facilitent la compression, la rupture par fatigue et la fragmentation. Par comparaison, ces défauts ne sont pas présents en quantités suffisantes dans les particules sphéroïdales lisses et relativement non poreuses produites par atomisation à gaz. Par conséquent, ces derniers sont difficilement broyables mécaniquement.

#### I.1.3.3. Agglomération

L'agglomération des particules peut se faire par soudure à froid, par imbrication mécanique des surfaces spongieuses ou rugueuses ou par auto cohésion. L'auto cohésion est l'interaction moléculaire des particules entre elles. Elle est caractérisée par les forces de

Vander-Walls. La désagglomération est le processus qui casse les agglomérés formés par auto cohésion, sans désintégrer les particules individuelles de poudre.

#### I.1.4. Mécanisme de broyage d'alliages et de composés

Lors du broyage, les particules de poudre sont aléatoirement aplaties, soudées, fracturées et ressoudées. A chaque collision, un certain nombre de particules de poudre, sont piégées entre les billes. La force de l'impact déforme les particules, entraînant une fracture. La nouvelle surface ainsi créée est capable d'accepter le ressoudage. Dans ce cas, ceci conduit à la croissance de la taille des particules. En utilisant des matériaux malléables, ductiles, souples, cassants et fragiles, la tendance des particules à se souder et former de grosses particules devient importante. Une distribution de taille de particules est développée avec des particules pouvant atteindre la taille des particules initiales.

En régime stationnaire, on obtient sans difficulté des poudres constituées de grains orientés différemment et une forte proportion de joints de grains due à la taille finale des grains. Cette taille finale dépend plus de constantes mécaniques caractéristiques du matériau, que des conditions de broyage (énergie, rapport masse billes/poudre,...). Ces derniers paramètres influencent généralement la cinétique du système et éventuellement l'épaisseur des joints de grains qui est typiquement à quelques couches atomiques près.

Pendant le broyage, la déstructuration de la phase cristalline provient d'une accumulation de défauts structuraux tels que : les dislocations, les lacunes et les joints de grains. La diminution progressive de la taille des grains et par conséquent l'augmentation de la région inter-faciale et l'expansion du paramètre de maille pourrait contribuer à accroître l'énergie libre du système.

Eckert et al ont montré que l'énergie emmagasinée pendant le broyage peut atteindre 50 % de l'enthalpie de montée. Ses défauts élèvent l'énergie libre du système à un niveau plus élevé que celle de la phase amorphe. Par conséquent la formation de la phase amorphe devient possible. [6]

Outre la diminution de taille, le broyage permet également de modifier des cinétiques de transformations de phases ou de stabiliser des états métastables non prévus par les diagrammes d'équilibre thermodynamique. Quatre grands types de transformations de phases peuvent ainsi se produire dans un alliage sous broyage :

- (i) l'amorphisation,
- (ii) la mise en désordre d'un alliage ordonné (par exemple structure B2 vers A2),
- (iii) la mise en solution solide d'éléments immiscibles,
- (iv) une réaction chimique entre phases ou entre une phase et son environnement. [9]

Le stade initial dans le mécanisme de broyage est le micro-forgeage. Durant ce cas, les particules sont déformées en l'absence de l'agglomération entraînant un écrouissage puis la fracture. Eventuellement les particules deviennent tellement déformées et écrouies puis fragilisées par le travail à froid, qu'elles entrent dans un second stade. Durant ce stade elles se fracturent par le mécanisme de rupture par fatigue et/ou par la fragmentation en flocons fragiles. Les fragments générés par ce mécanisme peuvent continuer à diminuer en taille en l'absence de grandes forces d'agglomération, par alternance du micro-forgeage et de la fracture. Lorsque la fracture domine et le rôle du micro-forgeage est négligeable en l'absence de l'agglomération par soudure, les flocons continuent à devenir plus petit tant que l'interaction moléculaire agit.

Comme les particules (particulièrement les flocons) deviennent encore plus fines, le couplage des forces tend à être plus important et les agglomérés deviennent plus gros. Eventuellement, les forces de broyage qui désagglomèrent les particules, s'équilibrent avec

les forces couplées présentes, ce qui donne un aggloméré de taille équilibrée. Lorsque la soudure à froid agit entre les particules, le processus de fracture (F) de micro-forgeage (M) et d'agglomération par soudure ( $A_w$ ), agit en boucle fermée.

Après une période de temps, la soudure à froid et la fracture atteignent un état d'équilibre stable. La taille moyenne des particules obtenue dans ce stade, dépend de la facilité relative avec laquelle l'aggloméré peut être formé par soudure, par la fatigue et la force de rupture des particules composites, et par la résistance des particules à la déformation. La distribution de taille des particules est étroite, parce que les particules de tailles plus grosses que la moyenne sont réduites en taille avec un même rapport que les fragments plus petits que la moyenne. Les agglomérés se forment et s'agrandissent dans un tas de petites particules et de débris formés par attrition. [8,10]

### I.1.5. Conditions expérimentales du broyage

Le broyage agit par chocs et/ou par frottement des billes sur la poudre, suivant le type de broyeur utilisé. Lors du contact des billes avec la poudre, la majeure partie de l'énergie cinétique des billes, transférée à la poudre se transforme aussitôt en chaleur. On assiste donc à une élévation locale de température à l'endroit des cisaillements. Ces cisaillements sont entretenus lorsque le broyage agit par frottement et sont ponctuels lorsque le broyage agit par chocs. Schwarz et al ont proposé une formulation pour estimer cette élévation locale de température [6] :

$$\Delta T = F \sqrt{\Delta t / P K_0 \rho_p C_p} \quad (I.5)$$

Où :

F : est l'énergie dissipée dans le plan de glissement au niveau des cisaillements, et vaut  $\sigma_n V_b$

$\sigma_n$  : est la contrainte normale d'impact égale à  $\rho_p V_1 V_b$

$\rho_p$  : est la densité de la bille.

$V_1$  : est la vitesse longitudinale du son dans la bille (dans l'acier,  $\sim 5800$  m/s)

$V_b$  : est la vitesse de la bille.

$\Delta T$  : est le temps d'application de l'énergie F, et vaut  $2D_b/v_1$ , où  $D_b$  est le diamètre de la bille.  $k_0$ ,  $\rho_p$  et  $C_p$  sont respectivement la conductivité thermique, la densité et la chaleur spécifique de la poudre.

Les interactions billes/chambres de broyage sont également à l'origine d'une élévation de température de ces dernières. Elles dépendent du mode d'action du broyeur, du nombre de billes présentes dans la chambre, ainsi que de « l'intensité de broyage. Lors d'un broyage par frottements, l'énergie mise en jeu lors du broyage étant plus élevée, la température moyenne de la chambre est plus élevée que lors d'un broyage par chocs.

## I.2. METHODES PHYSIQUES

### I.2.1. Atomisation

L'atomisation est la plus importante méthode physique répandue dans la pratique d'élaboration des poudres. Elle consiste à transformer le métal à l'état liquide par fusion à haute température, puis le désintégrer et le solidifier très rapidement par un jet d'eau ou de gaz inerte sortant d'une buse annulaire sous haute pression [11]. La poudre métallique ainsi produite est récoltée au fond de la chambre d'atomisation. La taille et la forme des particules de poudre ainsi que leur structure, dépendent de la nature du fluide atomiseur utilisé, des paramètres d'atomisation et du métal atomisé. [12]

Cette méthode est très employée pour l'aluminium, le cuivre et la plupart des métaux et alliages dont le point de fusion est inférieur  $1600^{\circ}\text{C}$ , à l'exception des métaux réfractaires dont la température de fusion est trop haute rendant ainsi cette technique inutile économiquement. [13]

### I.2.2. L'électrode tournante

L'électrode tournante est un procédé de production des poudres métalliques qui consiste principalement à faire tourner une barre cylindrique de nuance connue à une vitesse de l'ordre de 2000 tr/s, comme le montre la figure I.2 ci-après. La barre est chauffée par un arc électrique, plasma ou par bombardements électroniques. Le métal fondu est projeté en l'air sous forme de fines gouttelettes par l'action de la force centrifuge. Des vitesses de refroidissement de l'ordre de  $10^3\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ , sont atteintes lorsque les particules de poudre sont refroidies dans l'espace. Après solidification, les particules de poudre sont collectées au fond d'une chambre dont l'atmosphère est contrôlée. Les poudres produites ont une forme sphérique avec une surface lisse. Elles ne présentent aucun défaut de surface ni porosité. [13]

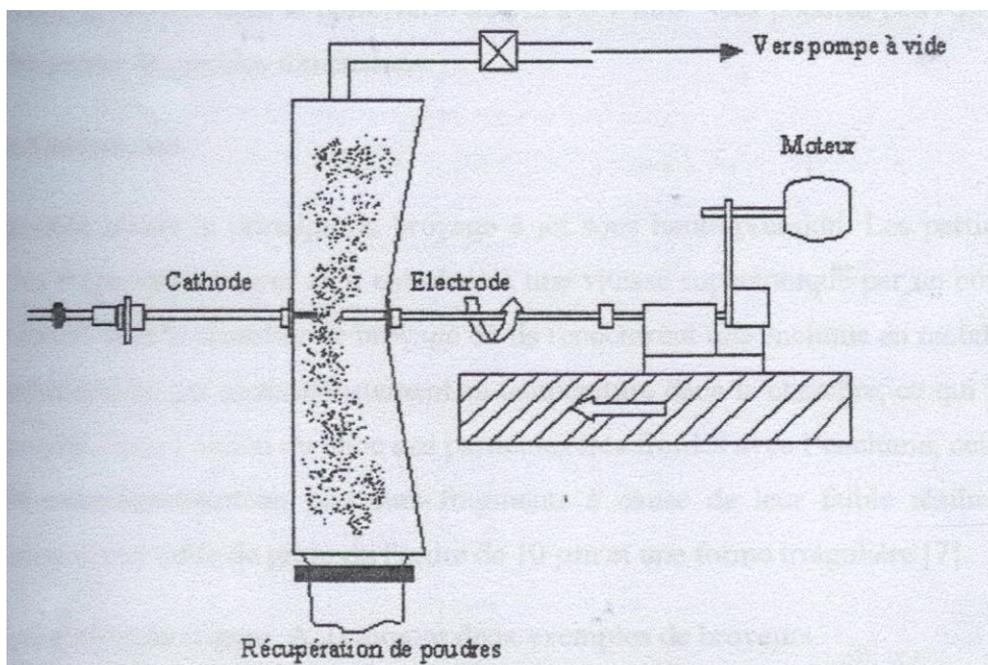
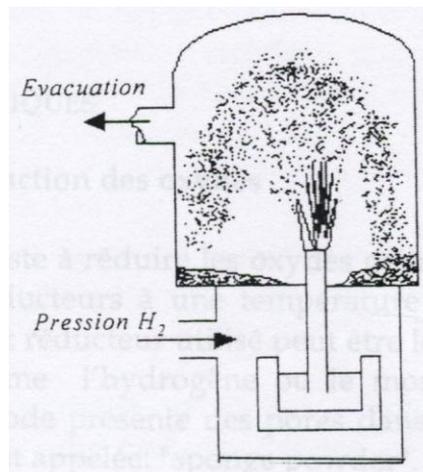


Figure I.2. le procédé de l'électrode tournante. [11]

### I.2.3. Le procédé d'hydrogène dissous

Ce procédé consiste à dissoudre une quantité d'hydrogène dans le métal liquide, puis verser ce métal liquide dans une chambre sous vide. Grâce au vide ambiant dans la chambre d'atomisation, le métal liquide explose par précipitation de l'hydrogène dissous. L'explosion du métal désintègre le métal liquide en fines gouttelettes qui se solidifient rapidement dans l'atmosphère neutre de la chambre. La taille des particules ne peut être contrôlée par ce procédé, par contre la forme des particules est soit sphérique ou sous forme de flocons, ces caractéristiques dépendent de la taille de la chambre sous vide. [12]



**Figure I.3.** Pulvérisateur sous vide. [12]

### I.3. METHODES CHIMIQUES

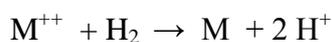
#### I.3.1. Le procédé de Réduction des oxydes

Ce procédé consiste à réduire les oxydes métalliques (à l'état de minerais enrichi) en utilisant des agents réducteurs à une température légèrement inférieure à celle 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 est de forme irrégulière avec des pores dans les particules. [14]

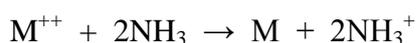
Le procédé HOGANAS, le plus important des procédés basés sur la réduction par le carbone, consiste à réduire un minerai de fer enrichi et purifié au préalable par du charbon dans un creuset chauffé vers 1200°C, en présence de  $CA\ CO_3$ . L'éponge de fer obtenue est ensuite broyée et purifiée par triage magnétique puis recuite pour donner une poudre de taille allant de 10 à 150  $\mu m$ . Cette poudre se caractérise par une grande porosité à cause de l'échappement des gaz (CO), et par une forme irrégulière des particules à cause de la déformation par broyage ce qui les rend très compressibles. [15]

#### I.3.2. Précipitation

La production d'une poudre de métal par le procédé d'hydrométallurgie est basée sur la filtration des minerais, suivie par la précipitation du métal à partir de la solution filtrée. Cette méthode est connue depuis plus de 100 ans, mais elle n'a été commercialisée qu'après 1950. Ce procédé consiste en une précipitation à partir d'une solution aqueuse en utilisant l'hydrogène. Le concept est simple : les ions métalliques tels que le nickel, le cobalt etc... réagissent dans la solution avec l'hydrogène suivant les réactions suivantes :



Ou par une solution ammoniacale telle que :



La pureté des poudres métalliques produites est de l'ordre de 98,8 %. Avec ce procédé on peut également obtenir des poudres alliées, si on fait co-précipiter différents métaux à partir d'un mélange de plusieurs solutions. [16]

### I.3.3. Le procédé de décomposition des métaux carbonyles

Ce procédé est utilisé pour la préparation des poudres de fer et de nickel très pures. Ces carbonyles liquides à bas point d'ébullition [43°C pour Ni(CO)<sub>4</sub> et 103°C pour Fe (CO)<sub>5</sub>], 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. [17]

## I.4 METHODE ELECTROLYTIQUE

L'électrodéposition par électrolyse des métaux à partir des solutions aqueuses, permet la production d'une variété de poudres métalliques qui possèdent une pureté très élevée qui est de l'ordre de 99.99 %. Il existe deux procédés fondamentaux pour obtenir des poudres métalliques par électrodéposition [18] :

- La déposition directe, soit en poudre de faible adhérence inter-particules, donnant un dépôt spongieux qui est facile à broyer en particules fines. Par exemple : les poudres de cuivre, d'or, d'argent et de zinc sont facilement produites par ce procédé.

- La déposition du métal sous forme de couche dense, lisse et fragile qui est ensuite broyée en poudre fine. Les poudres de fer et de manganèse sont produites de cette façon.

La qualité et la quantité des dépôts électrolytiques obtenus, dépendent des conditions d'électrolyse comme la composition chimique et la concentration de l'électrolyte, la température du bain, l'agitation de l'électrolyte et la densité de courant électrique appliquée. Des substances colloïdales, qui servent de germes pour une précipitation plus rapide des cristallites, sont fréquemment ajoutées au bain liquide [19]. Les poudres électrolytiques se présentent souvent sous forme de particules de forme dendritique. Leur densité apparente est faible et leur coulabilité est médiocre. Elles s'agglomèrent facilement par imbrication de leurs rameaux dendritiques. Souvent, ces poudres sont broyées, recuites à température moyenne puis tamisées pour donner la granulométrie désirée, et en même temps pour les rendre plus denses, plus plastiques et par conséquent plus compressibles si elles sont destinées au compactage. [12]

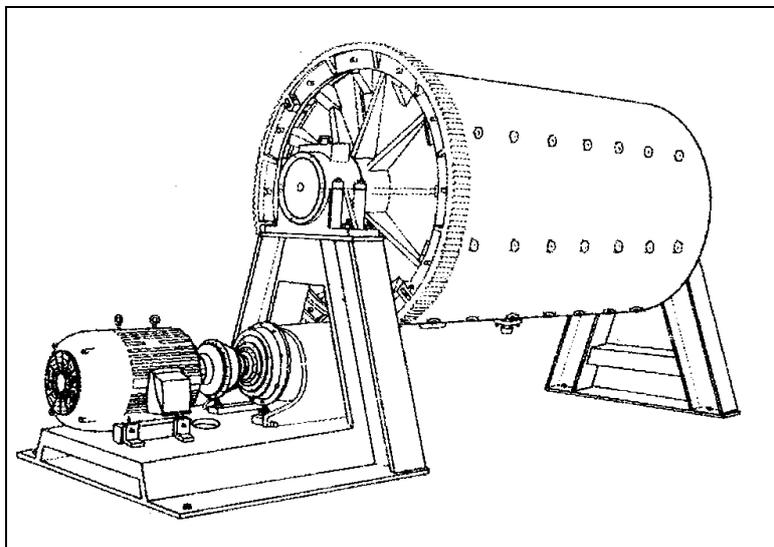
## Chapitre II

### LES EQUIPEMENTS DE BROYAGE

Un broyeur peut être décrit simplement comme une enceinte fermée contenant des éléments broyants (généralement des billes d'acier ou des galets) animés d'un mouvement de rotation ou de vibration. Le mouvement relatif des éléments broyants et de la charge à broyer, diffère d'un broyeur à un autre. Il est fonction de la cinématique des billes prises individuellement, des mouvements de masses et de l'importance relative de l'impact, du cisaillement, de l'attrition et de la compression appliquée sur les particules de poudres [1].

#### II.1. Le broyeur à boulets Tumbler

Dans le broyeur Tumbler montré dans la **figure II.1**, le mouvement des boulets ou des tiges dépend de la vitesse de rotation des parois de la chambre.



**Figure II.1.** le broyeur Tumbler utilisé pour le broyage des poudres de métaux. [8]

Les boulets peuvent rouler, en cascade, tomber sur la surface de la charge dans les séries de couches parallèles ou peuvent être projetés dans l'espace. Une discussion mathématique détaillée des trajectoires suivies par les boulets est donnée dans [20].

#### II.2. Les paramètres de charge d'un broyeur à boulets [20]

Le taux de broyage d'une poudre est fonction de la quantité de poudre dans le volume total entre boulets. Il atteint sa valeur maximale quand le remplissage de la poudre est à 100% ; c'est-à-dire lorsque l'espace entre boulets est complètement rempli de poudre. La vitesse de broyage doit être réglable pour assurer l'opération avec les proportions requises de boulets pour la cascade ou pour la cataracte. Cette proportion est largement dépendante de la vitesse de rotation et du coefficient de friction du matériau constituant la charge. Avec la taille croissante du boulet, la proportion de broyage augmente atteignant son maximum lorsque les boulets atteignent une taille, leur permettant d'écraser toutes les particules de la poudre remplie entre eux.

Si le glissement de la charge contre les parois de la chambre de broyage est considéré négligeable, la vitesse de rotation critique du broyage peut être calculée par :

$$N_c = 76.6 \sqrt{1/D} \quad (\text{II.1})$$

Où :

D : le diamètre du broyeur

$N_c$  : la vitesse critique du broyage, en tour par minute.

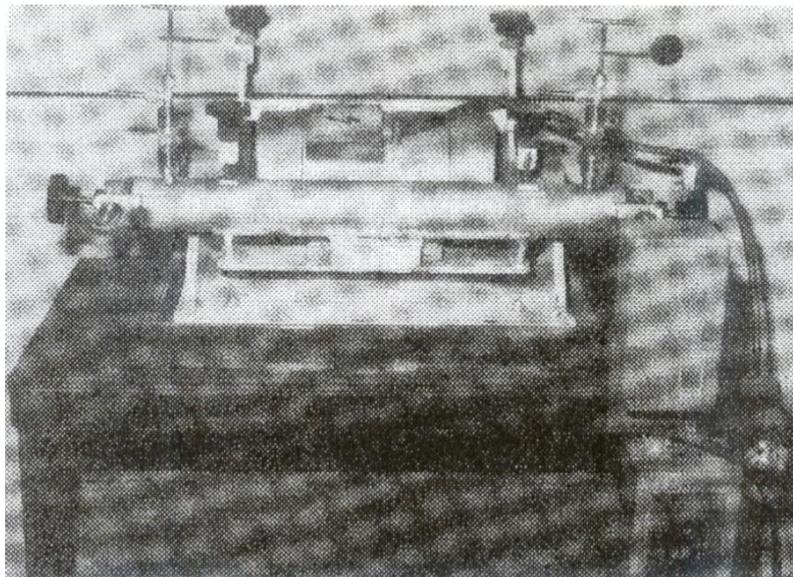
Ces paramètres sont approximatifs et peuvent ne pas être valides pour les particules de métaux qui tendent à s'agglomérer par soudure.

Le mélange à l'état solide peut être mené dans le broyeur à boulets Tumbler, utilisant un diamètre de boulets variants de 16 à 25mm, dans le cas où le diamètre du broyeur varie de 1.5 à 1.8m et dans le cas où les autres conditions encourageant l'agglomération par soudure à froid sont satisfaites. Pour les grands plateaux de production de superalliages alliés mécaniquement, le broyeur Tumbler remplace le broyeur à attrition. Les temps de broyage pour le broyeur Tumbler sont plus longs pour atteindre le même niveau de mélange mené dans les broyeurs à attrition à vibration, mais la productivité est en général substantiellement plus grande. Généralement, les broyeurs Tumbler sont utilisés pour pulvériser ou écailler (mettre sous forme de flocons) les métaux en utilisant un aide broyage ou lubrifiant, pour prévenir l'agglomération par soudure à froid et pour minimiser l'oxydation. [21,22]

### II.3. Les broyeurs à vibration de boulets

#### II.3.1. Le broyeur à tube vibratoire

Dans le laboratoire du broyeur à tube vibratoire montré dans la **figure II.2**, le mouvement oscillatoire des boulets est compliqué. Le chemin des boulets et des particules est déterminé par un nombre de facteurs incluant : la vitesse de vibration, l'amplitude, la courbure des côtés des parois de la chambre de broyage, son mouvement horizontal et le contact de la charge avec la surface du haut de la chambre de broyage. Les boulets tournent le long des parois de la chambre, et se déplacent parfois horizontalement selon des chemins spiraux. La giration dans les chambres cylindriques produit occasionnellement des déformations et/ou des rainures dans les parois intérieures de la chambre. Ces rainures peuvent s'étendre jusqu'à 360°, dépendant de la possibilité de contact des boulets avec la surface supérieure des parois de la chambre. Les boulets tournent aussi à différentes vitesses et directions, causant une action de cisaillement substantiel qui est désirable dans les opérations de mélange.



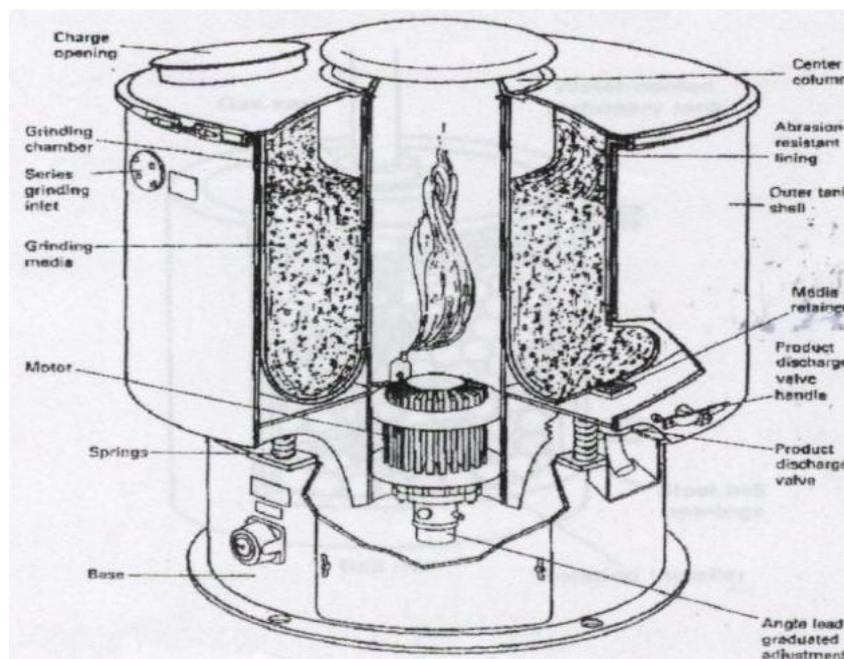
**Figure II.2.** Le broyeur à boulets à vibration Megapact. [8]

Les forces d'impact agissant sur les poudres dans un broyeur à vibration sont une fonction du taux de broyage, l'amplitude de vibration et de masse du milieu broyant. Les forces de broyage de haute énergie, peuvent être obtenues en utilisant de hautes fréquences de vibration avec de petites amplitudes de vibration. Le broyeur montré dans la figure II.5 opère à  $3300 \text{ tr.mn}^{-1}$ , avec une amplitude de 2mm donnant un taux maximum d'accélération de  $12.2g$ , où  $g$  est l'accélération gravitationnelle qui est égale à  $9.81 \text{ m.s}^{-1}$ . Les broyeurs de grande production opèrent à des fréquences relativement basses avec de grandes vitesses et amplitudes (par exemple,  $1000$  à  $1500 \text{ tr.mn}^{-1}$  et jusqu'à  $12 \text{ mm}$  respectivement).

Le broyeur à boulets à vibration, est un excellent moyen pour la production d'alliages à l'état solide et de métaux consolidés par diffusion, avec une capacité allant jusqu'à  $4.5 \text{ kg}$  ou plus, dépendant de la densité apparente de la poudre. [8]

### II.3.2. Le broyeur à vibration Sweco

Ces broyeurs sont équipés avec des chambres de broyage en forme de cylindre verticale avec un axe solide au centre. Le moteur à double extrémité avec des poids excentriques, qui est fixé au fond de la chambre, génère des vibrations tridimensionnelles à hautes fréquences. L'ensemble du moteur et de la chambre, est monté sur une base qui repose sur des ressorts. La vibration du milieu broyant à l'intérieur de la chambre, crée l'action de broyage. Les vibrations sont transmises à partir des côtés et de la base de la chambre au milieu broyant. Les particules prises à l'intérieur du milieu sont cassées par l'effet de l'impaction à haute fréquence.



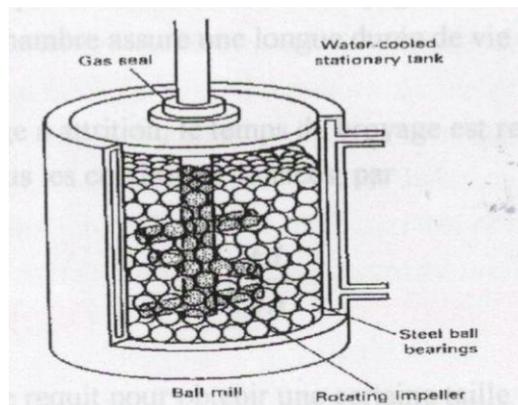
**Figure II.3.** Le broyeur Sweco pour le broyage humide à vibration. [8]

Le milieu est emballé pour donner une densité d'emballage plus ou moins maximale. La masse emballée tourne lentement dans un plan horizontal, la masse emballée s'élève légèrement au voisinage des parois extérieures de la chambre et descend en approchant les parois intérieures de la chambre. Ce mouvement facilite la distribution de charge dans le cas d'un broyage à sec, et sert à maintenir les solides en suspension dans le cas d'un broyage humide. Le broyeur Sweco n'est pas très utilisé pour le broyage des poudres de métaux. Il est particulièrement mal adaptable pour les métaux de hautes densités, parce que les hautes densités causent l'entassement des particules au fond qui deviennent plaquées. [8]

### II.3.3. Les broyeurs à attrition

Le broyage dans un broyeur à attrition montré en **Figure II.4** est influencé par l'action de remuement d'un agitateur qui a un axe de rotation verticale avec des bras horizontaux. La rotation de l'agitateur cause un mouvement différentiel entre les boulets et le matériau en cours de broyage. Par ce fait, le degré de contact en surface est plus haut que celui atteint dans le broyeur Tumbler ou à vibration. Le broyage est accompli par l'effet des forces d'impact et de cisaillement. Le produit broyé est percuté par les boulets se déplaçant suivant différentes trajectoires, qui se heurtent à l'intérieur de la charge dilatée au milieu de la poudre.

Tandis que les broyeurs à boulets utilisent de gros boulets de broyage (12.7 mm ou plus) et tournent à des vitesses de rotation de l'ordre de 10 à 50  $\text{tr.mn}^{-1}$  le broyeur à attrition utilise des billes de diamètre allant de 5 à 10 mm, avec un agitateur qui tourne à des vitesses de l'ordre de 60  $\text{tr.mn}^{-1}$  pour les unités de production industrielle et à 300  $\text{tr.mn}^{-1}$  pour les unités de laboratoire. La puissance d'entrée dans le broyeur à attrition est utilisée pour agiter le milieu, et non pour faire tourner ou vibrer le lourd contenu du récipient.



**Figure II.4.** le broyeur à boulets à attrition et vibration. [23]

Pour les matériaux durs tels que les céramiques, les carbures et les métaux durs, les broyeurs à attrition sont plus efficaces que les broyeurs conventionnels à vibration ou Tumbler. Les avantages essentiels des broyeurs à attrition pour le mélange et le mixage des poudres des outils de coupe en tungstène carbure/cobalt incluent : un court temps de broyage, des particules de forme en flocon très compressibles et de taille extrêmement fine (de l'ordre du micron).

Pour accélérer l'opération de broyage, Les broyeurs attriteurs utilisent souvent de l'azote liquide pour refroidir le matériau broyé. Ainsi, la diminution de la température provoque une fragilisation du matériau ce qui accélère la cinétique de désintégration du produit broyé. [8]

#### II.3.3.1. Le mécanisme du broyeur à attrition

L'arbre tournant central d'un broyeur à attrition, équipé de bras horizontaux robustes, exerce une action d'agitation, suffisante pour culbuter le milieu broyant aléatoirement à travers le volume entier, causant un mouvement irrégulier par :

- . L'action de l'impact sur le milieu
- . La force de rotation dans le milieu
- . La force de culbutage.

Pour le broyage fin, les forces d'impact et de cisaillement doivent être présentes simultanément. Dans les broyeurs à attrition, l'impaction est causée par le contact constant du milieu broyant avec la charge, dû au mouvement irrégulier. L'action de cisaillement est produite par le mouvement aléatoire des boules dans différentes directions de rotation, laquelle exerce des forces de cisaillement sur la buée adjacente. La plus grande agitation du milieu agit au point qui se trouve aux deux tiers du chemin à partir du centre. Le broyage n'agit pas sur les parois de la chambre, qui sert non pas comme surface de broyage mais comme récipient. Une usure minimale des parois de la chambre assure une longue durée de vie pour le broyeur. Dans le broyage à attrition, le temps de broyage est relié au diamètre des billes et à la vitesse de l'agitateur par l'équation suivante :

$$t = kd / \sqrt{n} \quad (\text{II.2})$$

où :

t : temps de broyage requis pour obtenir une certaine taille moyenne.

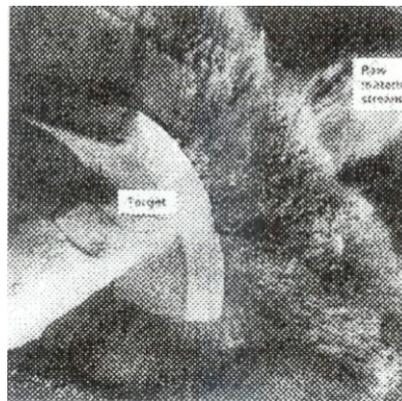
k : une constante qui varie avec la poudre étant procédée et du type de milieu et du broyeur utilisé.

d : diamètre de la bille.

n : la vitesse de l'arbre en tours/minute. [8]

### II.3.4. Le procédé d'impact Cold stream

Le procédé Cold stream est un processus à vitesse élevée, dans lequel le matériau est entraîné dans un courant de gaz et projeté contre une cible stationnaire. Après que le matériau ait frappé la cible puis fracassé, il est enlevé de la chambre d'impact par aspiration. Le matériau est ensuite transporté vers un classificateur qui permet aux produits de grosses tailles de tomber dans un récipient de stockage pour un impact ultérieur contre la cible. Le produit final est séparé par le classificateur, puis transporté vers les conteneurs de collection. La chambre dans ce procédé est revêtue avec du carbure de tungstène ou un autre matériau résistant à l'usure. La lance supersonique et la cible sont en général fabriquées à partir de carbure de tungstène cémenté, mais les autres matériaux résistants à l'usure peuvent aussi être utilisés pour fabriquer ces composantes. La figure II.8 montre un courant de matériau brut à grande vitesse percutant une cible en se fracassant.



**Figure II.5.** courant de matériau brut percutant une cible en se fracassant dans le procédé Cold stream. [8]

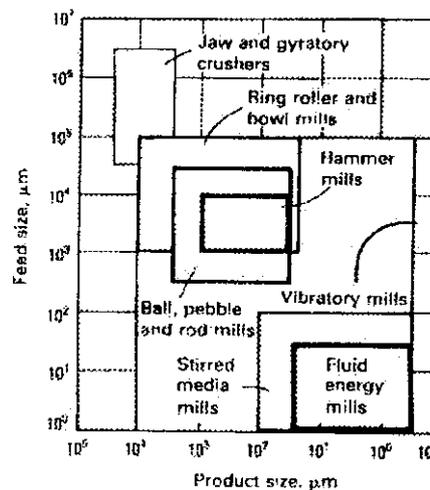
La propagation rapide du gaz excitant la lance, crée un grand effet rafraîchissant à travers l'expansion adiabatique. Cet effet est plus grand que la chaleur générée par la pulvérisation. Un compresseur débitant  $56 \text{ m}^3 \cdot \text{min}^{-1}$  d'air à 6.9 MPa est utilisé, et de tels compresseurs peuvent alimenter deux ou trois systèmes d'impact Cold stream simultanément.

Le procédé d'impact Cold stream est utilisé pour pulvériser les matériaux durs, abrasifs et relativement chers, comme le carbure de tungstène, les alliages de tungstène, le molybdène, les aciers à outil, le béryllium et d'autres alliages. Le processus convertit rapidement des particules assez grosses vers une taille de l'ordre du micron. Les avantages du procédé incluent : la simplicité, un bas coût des opérations, une basse température pendant les opérations (ce qui prévient l'oxydation), une aptitude à retenir une haute pureté et à contrôler la taille des particules à travers le temps du matériau en cours de pulvérisation.

Le coût élevé du traitement additionnel Cold stream est justifié par la production d'une poudre plus fine que celle disponible commercialement par atomisation. La plupart des poudres atomisées ont un film mince d'oxyde en surface des particules, ce qui est remarquable pour les poudres grossières d'acier de composition non inoxydable. Durant leur traitement par le procédé Cold stream, le film fragile d'oxyde est rayé du métal puis fracassé en fine poussière. Le procédé Cold stream produit en général une poudre d'oxyde, qui est ultérieurement séparée de la poudre du métal produit. [8]

### II.3.5. Le broyage de haute énergie

Les broyeurs à vibration, à attrition et le broyeur Tumbler de grand diamètre peuvent être classés dans l'ordre des broyeurs de haute énergie, et sont effectivement utilisés dans les processus d'alliage mécanique ou à l'état solide. La figure II.9 fournit les capacités des équipements typiques de réduction de taille pour le broyage d'un matériau de taille d'entrée donnée, à une taille désirée du produit, lorsque l'objectif du broyage est la pulvérisation des matériaux céramiques ou métalliques, durs et/ou fragiles. [8]



**Figure II.6.** les capacités typiques de tailles des classes communes d'un équipement de réduction des tailles. [8]

Les applications qui conviennent au broyage de haute énergie incluent :

- . Le floconnage des poudres des métaux
- . L'alliage mécanique
- . Les poudres composites
- . Le contrôle des formes des particules.
- . Le contrôle de la coulabilité des poudres.
- . Le contrôle de la densité apparente des poudres.
- . Le carbure de tungstène et ses alliages.
- . Le mélange par métallurgie des poudres
- . L'alliage des éléments non miscibles à l'alliage
- . Le contrôle de la taille des particules.
- . Les poudres ultrafines
- . Le frittage activé

### **II.3.6. Les broyeurs « Hammer et Rod »**

Les broyeurs de « Hammer et Rod » sont utilisés dans l'industrie de la métallurgie des poudres, pour broyer de grandes quantités de gâteaux spongieux. Ceux-ci sont des produits intermédiaires obtenus par réduction d'oxydes, dans le processus de production des poudres métalliques. Si de telles poudres sont à utiliser dans les procédés conventionnels de la métallurgie des poudres, il est essentiel qu'elles développent de bonnes caractéristiques de dureté à vert et de compressibilité. Pour ces raisons, les gâteaux spongieux doivent être réduits en poudre, typiquement  $< 80$  mesh ( $\sim 100 \mu\text{m}$ ). Les broyeurs de « Hammer et Rod », battis en écran ou d'autres mécanismes de séparation sont plus recommandés pour obtenir ces propriétés. [8]

## Chapitre III

### Caractérisation des poudres

#### III.1. INTRODUCTION

La caractérisation des poudres est une opération qui consiste à déterminer toutes les caractéristiques apparentes et cachées d'une masse de poudre. Les principales caractéristiques à déterminer sont : la morphologie, (taille et forme), la coulabilité, les densités apparentes et tassées, la surface spécifique, la rugosité de surface, la distribution de taille...etc. Ces caractéristiques sont souvent normalisées, et peuvent être utilisées pour classer cette poudre selon son utilisation dans l'industrie. Ainsi, d'autres propriétés comme la compressibilité et la frittabilité sont toutes influencées par la taille et la forme des particules, ce qui nécessite une caractérisation profonde et détaillée de la poudre. Voici ci-dessous quelques méthodes de caractérisation de la taille. [24]

#### III.2. TECHNIQUES DE CARACTERISATION DE LA TAILLE

##### III.2.1. La technique de tamisage

Cette méthode est l'une des plus anciennes méthodes d'analyse granulométrique et la plus utilisée pour déterminer rapidement la taille des particules et leur distribution en tailles. Dans l'industrie de la métallurgie des poudres, la méthode traditionnelle de mesure de la taille des particules la plus répandue est le tamisage. Les tamis sont utilisés non seulement pour la mesure de la taille des particules [25,26], mais également pour la séparation des poudres en différentes fractions. L'utilité du tamisage est d'autant plus grande ; qu'elle permet de séparer les particules en catégories d'après leur grosseur, sans tenir compte des autres propriétés (densité, propriétés de surface, ...etc.). [26]

L'opération consiste à placer un échantillon de poudres sur un ensemble de tamis comportant des ouvertures de tailles déterminées. Les particules dont les dimensions sont inférieures aux dimensions des ouvertures traversent le tamis lorsqu'il est mis en vibration, alors que les particules plus grosses sont retenues. Cette opération pouvant être longue ; on considère en général le tamisage comme terminé lorsque la masse d'échantillon qui passe en 5 minutes est inférieure ou égale à 0,2 % de la masse initiale. [27]

Les tamis composés de fils sont tissés dans un modèle de mailles carrées. Ces fils sont souvent en bronze ou en acier inoxydable. Le nombre de mailles (nombre d'ouvertures par unité de longueur) et le diamètre des fils déterminent l'ouverture nominale réelle des tamis. [25]

Pour le cas de la métallurgie des poudres, des tamis standards sont placés verticalement par ordre décroissant dont les tailles d'ouvertures carrées peuvent être par exemple : 425, 315, 160, 106, 53, 38 et 20  $\mu\text{m}$ . Des ouvertures inférieures à 20  $\mu\text{m}$  ne sont pas disponibles sur le marché. Les tamis sont posés sur un générateur de vibrations pouvant atteindre 140 coups  $\text{mn}^{-1}$  et tournant jusqu'à 160 tours  $\text{mn}^{-1}$ . Le paramètre de mesure est le diamètre moyen. [24]

Le tamisage est une technique qui présente les inconvénients suivants [25,26]:

- Surcharge des tamis.
- Tamis colmatés.
- Tamis endommagés.
- Particules de forme irrégulière.
- Agglomération.

[29]

Un problème commun est la surcharge, surtout avec les tamis fins. Cette surcharge empêche les particules ayant à peu près la même taille que l'ouverture de passer. Donc les résultats sont biaisés vers les particules larges.

Des défauts dans les tamis peuvent permettre à des particules plus grosses de passer à travers des mailles déformées. Un temps de tamisage très long peut conduire à la fragmentation des particules, et un temps court n'est pas suffisant pour permettre aux fines particules de passer à travers tous les tamis. A cause de tous ces problèmes, il est important d'utiliser des tests normalisés. [27]

### III.2.2. La technique de sédimentation

Cette méthode permet de déterminer la taille des particules d'après leurs vitesses de précipitation au milieu d'un fluide. En pratique, la relation entre la taille et la vitesse de précipitation est une relation empirique. Les particules de poudre sont suspendues dans un fluide dont la densité est connue. Selon la loi de Stokes, la dynamique des fluides stipule qu'aux faibles vitesses, la force de frottement sur un corps sphérique se déplaçant à travers un fluide à vitesse constante, est proportionnelle aux produits 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 0,1  $\mu\text{m}$ . La loi de Stokes est également une fonction de la vitesse de l'accélération de la pesanteur ainsi que de la densité du fluide et de sa viscosité. La formule de Stokes qui permet de déduire la taille des particules, est donnée comme suit [24] :

$$V = \frac{g (\rho - \rho_f)}{18 \eta} \cdot X^2 \quad (\text{III.1})$$

Où :

V : Vitesse de précipitation des particules dans le fluide.

$\rho$  : Densité du matériau solide des particules.

$\rho_f$  : Densité du fluide utilisé.

g : Accélération de l'apesanteur.

$\eta$  : Viscosité du fluide.

X : Diamètre des particules.

### III.2.3. Technique de microscopie

L'utilisation des microscopes optique et électronique à balayage couplés à l'analyse d'images permet de déterminer la distribution en tailles sur un échantillon de poudre représentatif. Cette technique peut être gênée par deux phénomènes : le phénomène de coïncidence (superposition) et le phénomène d'agglomération. Le paramètre de mesure peut être la surface projetée, le diamètre équivalent, la longueur maximale...etc. [24]

### III.2.4. Technique de conductivité électrique

Ici, la poudre est suspendue dans un fluide, lequel est traversé par un courant électrique. La conductivité électrique des particules de métal est liée directement à la surface spécifique de cette poudre. Sachant les courants à l'entrée et à la sortie, on peut déterminer à l'aide d'une formule empirique la taille moyenne des particules de cette poudre. [24]

### III.2.5. Technique d'adsorption

Ici, un gaz est adsorbé par la poudre en mouvement seulement en surface. Sachant la différence de pression entre l'entrée et la sortie à travers une colonne de poudre, on peut déduire grâce à une formule empirique, la taille moyenne des particules de la poudre. [24]

### III.2.6. Technique de diffraction des rayons X

Cette technique est basée sur la mesure de la largeur du pic de diffraction à la mi-hauteur du spectre caractéristique. Plus la taille des particules est grande plus la largeur du pic est petite. Le paramètre de mesure est le volume. Il est important de noter que la comparaison entre les différentes distributions obtenues par ces différentes techniques n'est valable que lorsque le paramètre de mesure est le même. Parfois, l'étendue de la mesure de ces techniques ne permet pas de couvrir toute l'étendue des tailles des particules de la poudre, ce qui nous ramène à l'utilisation de plusieurs techniques à la fois. [28]

### III.2.7. Technique de mesure par «compteur coulter»

Décrit pour la première fois en 1956 comme méthode de compactage et de mesure dimensionnelle des globules sanguins, cet appareil a été rapidement adapté pour l'analyse granulométrique d'une large gamme de matériaux. La conductivité électrique d'un fluide passant à travers une petite ouverture fournit une méthode de mesure du nombre et de la taille des particules en suspension dans un fluide. La mesure de la conductivité se fait en rendant le fluide conducteur et en appliquant un faible voltage à travers l'ouverture. [29]

### III.2.8. Technique d'atténuation optique

L'analyse de la taille des particules basée sur l'atténuation optique est similaire à la technique d'analyse par conductivité électrique. Le faisceau de lumière est interrompu par les particules dispersées. En supposant une forme sphérique, la quantité de cette lumière interrompue est convertie en une surface circulaire équivalente.

La taille la plus faible est déterminée par la résolution optique, qui est généralement de 2  $\mu\text{m}$ . Cette méthode d'analyse a les mêmes limites, et donc des résultats similaires à ceux du «compteur Coulter». [25]

### III.2.9. Technique dite « Air Classification »

Sous l'effet d'un jet d'air, la poudre heurte un disque tournant à une vitesse de 12 trs.mn<sup>-1</sup>, ce qui permet la dispersion des particules de la poudre à des portées qui dépendent de leurs tailles. Les fractions de la poudre les plus fines sont récupérées près du disque, alors que les plus grosses sont récupérées plus loin. Le paramètre de mesure est le volume. [29]

### III.2.10. Technique de la diffraction de la lumière laser

Les particules circulant dans un fluide dispersant, diffractent une lumière émanant d'un faisceau laser. L'intensité du signal diffracté est proportionnelle au diamètre de la particule. Par contre, l'angle de diffraction est inversement proportionnel au diamètre. Le traitement du signal de diffraction par un ordinateur permet de remonter à la distribution granulométrique. [29]

### III.2.11. Technique de l'élutriation

Cette technique est une variante de la technique de sédimentation, où le fluide coule de bas vers le haut. Plus la vitesse du fluide augmente, plus la taille des particules entraînées est grande. Le paramètre de mesure est le volume. [29]

# Chapitre IV : LES ACIERS

## IV.1. INTRODUCTION

Le fer est parmi les métaux les plus anciens et les plus abondants sur la planète terre. Ses méthodes d'extraction et d'utilisation sont pratiquées depuis des milliers d'années. Cependant, la production massive des aciers à grande échelle n'est développée qu'au dix-neuvième cycle. Les aciers au carbone ordinaire, représentent un taux de production mondiale de 90%, suivi des aciers faiblement alliés, des aciers fortement alliés (contenant jusqu'à 6% de chrome, nickel, etc.), des aciers inoxydables (contenant typiquement 18% de chrome et 8% de nickel) et des aciers à outils avec de fortes additions de chrome, molybdène, tungstène, vanadium, et cobalt...etc.)

Nous connaissons déjà presque tout, au sujet des transformations qui ont lieu dans ces aciers et les microstructures qui en résultent. Dans ce chapitre nous réunissons toutes les informations nécessaires relatives aux traitements et la structure, pour montrer comment les instrumentaliser pour déterminer les propriétés mécaniques des aciers.

Le carbone est l'élément le plus efficace pour durcir le fer. L'addition du carbone dans un acier varie entre 0.04 à 2.1% en poids. La teneur en carbone dans un acier permet de classer celui-ci en acier à bas, moyen, ou haut carbone. Une teneur en carbone supérieure à 2.1 % donnera un autre alliage connu sous le nom de fonte. [30]

## IV.2. LE DIAGRAMME Fe-C

Le système binaire Fe-C peut subir deux types d'évolution selon que la phase riche en carbone qui se forme est la cémentite ( $\text{Fe}_3\text{C}$ ) ou le graphite ( $\text{C}_{gr}$ ). Si la phase riche en carbone formée est  $\text{Fe}_3\text{C}$  l'évolution du système est décrite dans les conditions d'équilibre par le diagramme métastable ou à cémentite [31]. La figure IV.1 ci-dessous montre le diagramme d'équilibre des phases comme fonction de la température et de leurs teneurs en carbone. Le tableau IV.I [30] récapitule les définitions de ces phases et l'étendue de leur présence et stabilité comme fonction de la température.

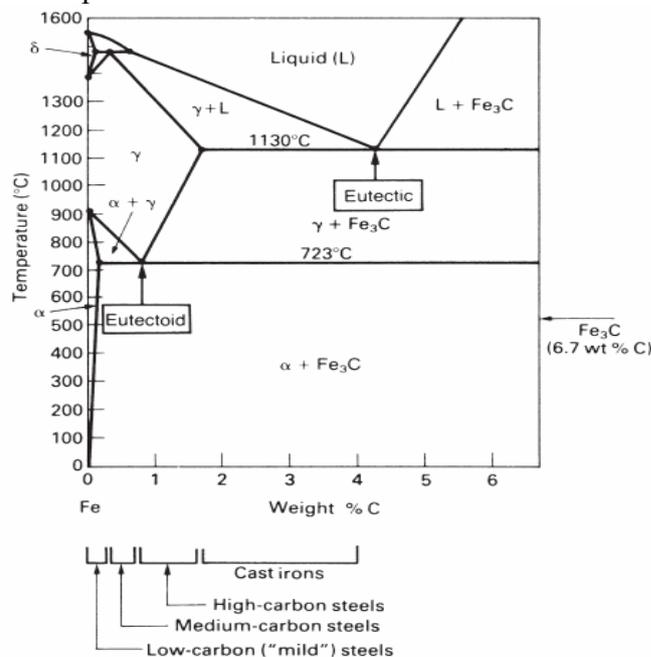


Figure IV.1. Diagramme d'équilibre métastable ou à cémentite. [30]

Phase	Description
Liquide	La solution liquide de C dans le fer.
$\delta$	la substitution de la solution solide de C dans le fer CC. La limite de solubilité du C est 0,08 % en poids à 1492 °C. Le fer $\delta$ est Polymorphe stable entre 1391 et 1536°C.
$\gamma$ (austénite)	C'est une solution solide de C dans le fer $\gamma$ (CFC). La limite de solubilité du C est 1.7% C en poids à 1130°C. Le fer $\gamma$ est polymorphe stable entre 914 et 1391°C.
$\alpha$ (ferrite)	C'est une solution solide de C dans le fer $\alpha$ (CC). La limite de solubilité du C est 0.035% C en poids à 723°C. Le fer $\alpha$ est polymorphe stable au dessous de 914C.
Fe <sub>3</sub> C (cémentite)	Composition dure et ductile correspond de 6,67 % en masse de carbone. Ce carbure est un composé interstitiel à maille orthorhombique.

**Tableau IV.1.** Les différentes phases en présence dans le diagramme Fe-C pour les aciers.

### IV.3. LES DEUX CLASSES DE TRANSFORMATION DE L'AUSTENITE EN CONDITIONS ISOTHERMES

#### IV.3.1. Transformations avec diffusion

Il existe trois catégories de transformations en conditions isothermes donnant trois types d'agrégats Fe + C de microstructures différentes. Pour les aciers hypoeutectoïde on peut délimiter ainsi très approximativement les 3 domaines :

A → P : 750 à 600°C

A → B supérieure : 600 (B<sub>s</sub>) à 400°C (B<sub>f</sub>)

A → B inférieure : 550°C à en dessous de M<sub>s</sub> [31]

##### IV.3.1.1. La transformation perlitique

Dans les cristaux d'austénite, les bandes alternées de ferrite et de cémentite naissent et apparaissent. On a établi qu'il apparaît d'abord un germe de cémentite qui appauvrit les éléments d'austénite contigus en carbone. Il se forme ainsi de la ferrite. La cémentite croît dans une direction déterminée, direction en relation avec les axes du cristal d'austénite primitif. Cette lamelle de cémentite est en conséquence bordée par deux lamelles contiguës de ferrite provenant de l'austénite appauvrie en carbone. Mais il peut arriver qu'un nouveau germe de cémentite se forme et se développe. Il y a alors formation d'une seconde série de lamelles formant un certain angle avec les précédentes.

La perlite qui est un composé de ferrite et de cémentite, apparaît après un refroidissement relativement long. Si, par contre, le refroidissement est considérablement ralenti, dans un four important, éteint, où une pièce massive reste et perd sa température avec une grande lenteur, on observe une transformation de la cémentite constituant la perlite. Cette cémentite dite « eutectoïde » se concentre en petites taches rondes. On désigne ce phénomène sous le nom de « sphéroïdisation » ou « coalescence » de la cémentite. Il s'accompagne d'une diminution de la résistance de l'acier qui peut passer de 60 à 55 ou même 45 hbar avec un allongement qui peut devenir supérieur à 15 %. Pratiquement, la sphéroïdisation de la cémentite s'obtient :

- a) par un revenu assez long juste au dessous du point de transformation ;
- b) par une oscillation d'une cinquantaine de degrés autour de ce point.

Le type de perlite formé est fortement influencé par la température d'austénitisation. Les basses températures d'austénitisation (c'est-à-dire les températures juste au-dessus ou au-dessous de  $A_3$ ) favorisent le développement de cémentite sphéroïdale, tandis que les températures élevées d'austénitisation favorisent la production de cémentite lamellaire. Le type particulier de cémentite à préférer dépend du type d'opération de formage à réaliser. La structure sphéroïdale est préférable pour les opérations de formage à froid, la structure lamellaire pour le fraisage, le brochage et le perçage. [32]

#### IV.3.1.2. La transformation bainitique

Au fur et à mesure que la température s'abaisse, la diffusion des éléments alliés en substitution devient plus difficile et la transformation perlitique est progressivement remplacée par une nouvelle transformation dite bainitique. Dans la transformation bainitique la phase nucléante est la ferrite : elle se forme par cisaillement du réseau de l'austénite par germination selon les plans octaédriques de A.

Les carbures C formés sont essentiellement des carbures de fer, le carbone étant le seul élément ayant un coefficient de diffusion suffisamment élevé. On distingue deux types principaux de bainite :

**a) Bainite supérieure :** dans la zone supérieure du domaine bainitique, la ferrite se forme en « lattes », les plaquettes de carbures de fer précipitant entre ces lattes à peu près parallèlement à elles. La présence inter lattes de la phase carbure fragile confère à la bainite supérieure de mauvaises caractéristiques de résilience.

**b)- Bainite inférieure :** dans la zone inférieure du domaine bainitique, la ferrite formée est de plus en plus aciculaire. La température étant relativement basse, la diffusion du carbone devient à son tour difficile. De ce fait les aiguilles de ferrite sont sursaturées en carbone au moment de leur formation. Les carbures de fer ( $\epsilon$ ) précipitent à l'intérieur des aiguilles de ferrite sous forme de plaquettes très fines, semi cohérentes avec la matrice ferritique. La présence de ces fins précipités de carbures conduit à un durcissement par précipitation de la matrice ferritique conférant à la bainite inférieure un excellent compromis entre la limite élastique et la résilience. [31]

#### IV.3.2. Transformation sans diffusion ou martensitique

Lorsque la température est inférieure à celle du point  $M_s$  (martensite starting) caractéristique de la nuance et des conditions d'austénitisation, la transformation instantanée de l'austénite prend un caractère très différent en donnant naissance à un constituant particulier appelé : la martensite (M).

##### IV.3.2.1. Caractéristiques de la transformation martensitique $A \rightarrow M$

En dessous de  $M_s$  la diffusion du carbone devient très difficile à cause de la grande vitesse de refroidissement due à la trempé. C'est ainsi que la transformation de l'austénite en martensitique est une transformation sans diffusion. Elle est quasi-instantanée et à chaque température  $\theta_i$ , une fraction déterminée d'austénite se transforme en martensite : un maintien isotherme ne modifie pas le taux d'avancement de la réaction.

Pour un refroidissement très rapide de  $\theta_a$  à  $\theta_i < M_s$  l'évolution de la transformation  $A \rightarrow M$  (Austénite vers Martensite) est décrite par la relation empirique proposée par Koistinen et Marburger :

$$y = 1 - \exp(-k(M_s - \theta_i)^n) \quad (\text{IV.1})$$

Où  $y$  est la fraction massique de A transformée en M et  $k$  et  $n$  sont des coefficients expérimentaux.

Si la température  $\theta_i$  est telle que  $M_s > \theta_i > M_f$  la transformation martensitique est incomplète. L'austénite non transformée en martensite à  $\theta_i$  est l'austénite résiduelle  $A_{\text{rés}}$ . Pour un refroidissement très rapide à partir de  $\theta_a$  jusqu'à  $\theta_i < M_s$ , la fraction massique de  $A_{\text{rés}}$  est d'après Koistinen :

$$y(A_{\text{rés}}) = \exp(-0.011(M_s - \theta_i)) \quad (\text{IV.2})$$

Notons que :

- Si un maintien isotherme ne fait pas évoluer la transformation  $A \rightarrow M$  il peut :
  - Stabiliser A vis-à-vis d'une transformation en martensite lors d'un refroidissement ultérieur.
  - Transformer  $A_{\text{rés}}$  en un autre constituant (par exemple en bainite inférieure).
  - Conduire à un auto revenu de M, si  $\theta_i$  est suffisamment élevée.
- la transformation martensitique devient fortement dépendante du temps si  $\theta_i$  est inférieure à -100, -150°C selon les nuances. [31]

#### IV.3.2.2. Caractéristiques de la martensite

La martensite est obtenue par cisaillement complexe du réseau de l'austénite ne mettant donc en jeu que des déplacements des ions inférieurs aux distances inter ioniques de la structure cristalline. Elle apparaît à l'échelle micrographique sous forme de plaquettes ou d'aiguilles finement maclées ou encore en « lattes » pour les teneurs en carbone inférieure à 0,6 %. La **figure IV.2** montre la formation schématique d'une aiguille de martensite : les germes de cisaillement sont induits par des concentrations locales de contrainte. La formation d'une aiguille est associée à celle d'un microrelief. La diffusion n'intervenant pas dans la transformation martensitique. La martensite a donc la même composition que l'austénite initiale (qui peut être différente de celle de l'acier si l'austénitisation est partielle). En particulier la martensite est sursaturée en carbone par rapport à une ferrite d'équilibre.

La martensite a une structure cristalline quadratique ou tétragonale centrée dans laquelle les atomes de carbone en insertion occupent préférentiellement les sites  $z$  (**figure IV.3**). Le rapport  $c/a$  de la maille dépend essentiellement de la teneur en carbone suivant la relation expérimentale suivante pour ce rapport :

$$c/a = 1 + 0.045 (\%C) \quad (\text{IV.3})$$

La formation de la martensite correspondant au passage d'une structure CFC à une structure voisine d'une CC, moins compacte, se fait avec augmentation de volume.

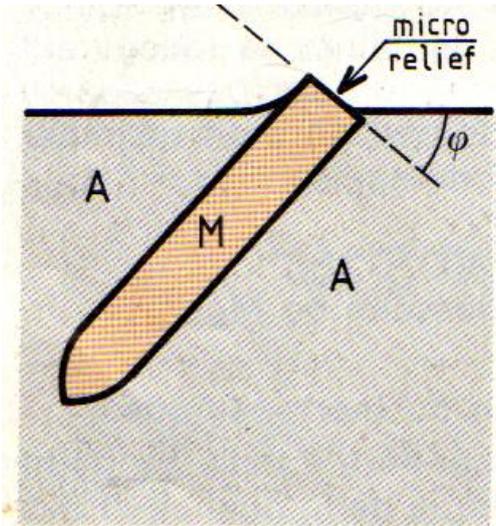


Figure IV.2. Schéma de formation d'une aiguille de martensite

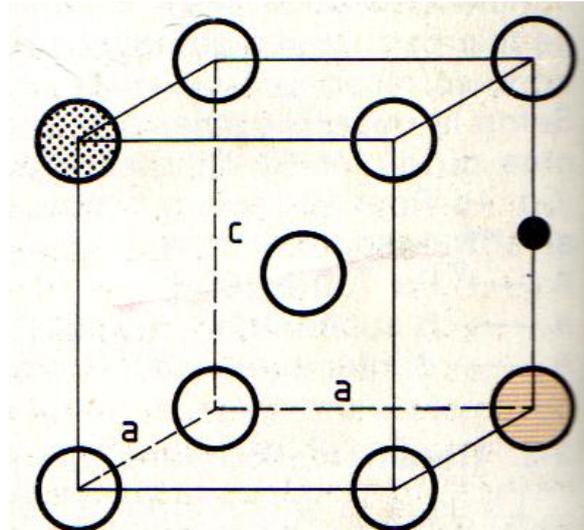


Figure IV.3. Maille de la martensite  
● atome de C (site z)

La martensite est un constituant de dureté élevée pour les aciers ordinairement utilisés en traitements thermiques. Cette dureté est due à une forte densité de dislocations associée à un cas extrême de durcissement par mise en solution solide d'insertion du carbone. Cette dureté dépend surtout de la teneur en carbone de M : une martensite à 0,4 % C a une dureté de l'ordre de 60 HRC ( $\approx$  700 HV). A ces duretés élevées sont associées de très faibles résiliences. [31]

#### IV.4. TRANSFORMATION DE LA MARTENSITE AU COURS DU REVENU

##### IV.4.1. Cas des aciers non alliés

Pour ce type d'aciers on a mis en évidence trois étapes se recouvrant partiellement dans l'évolution du constituant martensite (M) en fonction de  $\theta_R$ . On distingue trois stades :

**Premier stade :** à des températures comprises entre l'ambiante et 100 à 150 °C, le carbone a tendance à quitter les sites « z » qu'il occupe préférentiellement dans la maille quadratique de M. Ce déplacement n'est accompagné d'aucune précipitation décelable. Le carbone ségrège sur les défauts cristallins (les dislocations notamment). C'est un stade de pré précipitation. Cette étape ne conduit pas à une maille cubique. La ségrégation cesse pour une teneur de M d'environ 0,25 % C. Ces phénomènes n'ont en effet pas été mis en évidence pour les aciers de teneur en carbone inférieure à 0,25 %. Ce déplacement du carbone entraîne une relaxation des contraintes propres à l'échelle de la maille :  $R_e$  subit une augmentation sensible alors que  $R_m$  varie peu.

**Deuxième stade :** à partir de 130 °C environ jusqu'à 250-300 °C il y a précipitation du carbure  $\epsilon$  [ $Fe_{2,4}C$ ], puis pour certains aciers du carbure  $\chi$  de Hägg [ $Fe_3C_{1,05}$ ] aux joints de macles de la martensite. Cette précipitation conduit à une contraction volumique dont l'amplitude augmente avec la teneur en carbone. Il est intéressant de remarquer que lors de la transformation martensitique elle-même, entre  $M_s$  et  $M_f$ , et pour des refroidissements relativement lents, il peut y avoir un auto revenu de la martensite avec pré-précipitation et même précipitation d'une partie du carbone sous forme de carbure  $\epsilon$ .

**Troisième stade** : entre 300 et 450 °C, il y a retour à la maille cubique avec formation de  $\text{Fe}_3\text{C}$  et disparition des autres carbures  $\epsilon$  et  $\chi$ . La cémentite se forme d'abord sous forme de plaquettes qui à partir de 450 °C jusqu'à  $A_{c1}$  se sphéroïdisent puis augmentent de volume par coalescence. Ces phénomènes sont accompagnés d'une diminution progressive de la contrainte maximale ( $R_m$ ) de la limite élastique ( $R_e$ ) de la dureté (H) et une augmentation de l'allongement (A %) et de la résilience (K).

Les structures ferrite + cémentite obtenues (ou martensites revenues) ont de meilleures caractéristiques que celles provenant de  $\gamma$  et en particulier une plus grande résistance à la rupture fragile. Cependant la coalescence de  $\text{Fe}_3\text{C}$  est trop rapide dans les aciers non alliés pour conduire à un durcissement par précipitation; dans le cas des aciers alliés certains éléments comme Ni, Mn et surtout Si retardent la coalescence des carbures. [31]

#### IV.4.2. Cas des aciers alliés contenant des éléments carburigènes

La présence d'éléments carburigènes comme (Mo, W, Ti, Nb) en quantité suffisante entraîne une étape supplémentaire importante dans le revenu de la martensite. Dans ce cas et pour compléter ce qui a été dit ci-dessus, on parlera d'un quatrième stade qui réunit les phénomènes suivants :

**Quatrième stade** : une nouvelle étape apparaît à des températures supérieures à 450°C. Il y a remplacement de  $\text{Fe}_3\text{C}$  par des carbures alliés, tous plus stables que la cémentite. Ils peuvent se former préférentiellement à celle-ci. La vitesse de croissance des carbures alliés est essentiellement contrôlée par la diffusion des éléments correspondants dans la matrice ferritique, beaucoup plus lente que celle du carbone. Il en résulte que les dispersions de carbures alliés sont plus fins que ceux de la cémentite et plus résistants à la coalescence. Ces circonstances justifient l'existence d'un durcissement par précipitation (ou secondaire) de la masse ferritique au dessus de 450 °C pour les aciers à éléments fortement carburigènes (exemple: aciers à outils). A températures supérieures à 550-600 °C la coalescence intervient à son tour entraînant une chute de la dureté. [31]

#### IV.4.3. La fragilité au revenu de la martensite

Cette fragilité diffère de la fragilité au revenu réversible. Lors du traitement de revenu après trempe martensitique d'une pièce mécanique, la valeur de la résilience à la température ambiante ne croît pas constamment avec la température de revenu, mais présente une valeur minimale pour une température de revenu se situant généralement entre +200 °C et + 600 °C. Ce phénomène, appelé fragilité au revenu de la martensite est dû à la précipitation de fines particules de cémentite.

La troisième phase de la décomposition de la martensite : la première étant la précipitation du carbure  $\epsilon$  et la deuxième, la transformation de l'austénite résiduelle ; correspond à la formation de la cémentite. Cette troisième phase débute avant que toute l'austénite résiduelle ne soit transformée. La fragilité au revenu se manifeste avec l'apparition des plaquettes de cémentite qui, précipitant le long des joints de grains, formerait un liseré de ferrite suffisant pour fragiliser le métal. [32]

## Chapitre V

# TRAITEMENTS THERMIQUES DES ACIERS

### V.1. L'AUSTENITISATION

L'austénitisation d'un acier est une condition absolument nécessaire pour pouvoir obtenir un durcissement par trempe. Les paramètres d'austénitisation sont :

- la température d'austénitisation  $\theta_a$ . Pour les aciers hypœuctoïdes  $\theta_a = A_{c3} + 30$  à  $50$  °C, dans la plupart des cas.
- la durée d'austénitisation  $t_a$ . Exemple pour un 35 CD 4 :  $\theta_a = 850$  °C ;  $t_a = 1$  heure. (Le temps de maintien est fonction de la massivité de la pièce). [31]

L'austénitisation a pour objectif de mettre en solution le carbone et, éventuellement, les éléments d'alliage précipités sous forme de carbures. Pour ce faire, il est nécessaire de se placer dans les conditions où le carbone est soluble dans le fer c'est-à-dire de provoquer, par chauffage, la transformation du fer  $\alpha$  en fer  $\gamma$ . Rappelons que l'examen des diagrammes d'équilibre, montre que les carbures précipités après solidification ou formage à chaud peuvent être de la cémentite (dans les aciers non alliés), de la cémentite substituée (dans les aciers peu alliés) ou être formés à partir d'éléments carburigènes (dans les aciers alliés) et qu'alors leurs conditions de mise en solution sont généralement fort différentes.

Dans le cadre de traitements thermiques en volume, l'austénitisation comporte deux étapes :

1. un chauffage jusqu'à la température dite température d'austénitisation (et de manière incorrecte température de trempe).
2. un maintien à cette température.

Les conditions dans lesquelles ces deux opérations doivent être réalisées peuvent être définies à l'aide des diagrammes de transformation, mais ici ce sont surtout ces diagrammes tracés en conditions isothermes qui sont utilisés puisque nous n'envisageons pas le cas des traitements thermiques avec chauffage superficiel.

La température d'austénitisation doit être choisie de telle sorte qu'après le maintien, non seulement le carbone nécessaire au durcissement soit en solution, mais aussi que cet élément d'alliage soit bien réparti dans l'austénite afin que puisse être acquis un durcissement homogène. Ce résultat peut être obtenu si la température d'austénitisation est supérieure à  $A_{c3}$  tout en ne s'élevant pas trop pour éviter le risque de grossissement inutile des grains d'austénite. [33]

### V.2. LA TREMPE

Pour un acier donné, les deux facteurs qui vont conditionner le résultat de la trempe sont :

1. la trempabilité de l'acier dans les conditions d'austénitisation adoptées;
2. les conditions de refroidissement de l'austénite. [33]

### V.2.1. La trempe à l'eau

L'eau constitue le milieu de refroidissement le moins cher qui permette, dans la pratique de tous les jours, de réaliser les refroidissements les plus énergiques. Toutefois, il faut noter qu'au cours d'une trempe à l'eau la vitesse de refroidissement n'est pas constante et qu'elle est maximale lorsque la température de surface de la pièce est voisine de 300°C. L'eau a l'avantage de faire éclater la calamine au début du refroidissement et donc de nettoyer la surface et d'améliorer l'échange thermique. Si la température de l'eau s'élève, son pouvoir refroidissant diminue très sensiblement et la période de caléfaction est prolongée. Ainsi donc, l'exécution d'une bonne trempe à l'eau exige le contrôle permanent :

- de la température de l'eau ;
- de l'agitation des pièces ;
- de la circulation de l'eau et de son renouvellement éventuel.

En revanche, il est possible de modifier volontairement le pouvoir refroidissant de l'eau en lui incorporant divers produits. Ainsi :

1. On peut augmenter sa sévérité de trempe en mettant en solution des sels comme NaCl, ou CaCl<sub>2</sub>, par exemple. Une telle addition présente l'avantage de décaler vers le haut la température de 500 à 600°C. La concentration de la solution doit être régulièrement contrôlée et il est nécessaire de prendre des mesures de nettoyage et de protection de la surface pour éviter la corrosion des pièces à leur sortie du bain de trempe.
2. On peut également abaisser sa sévérité de trempe en lui ajoutant des polymères organiques dont la solubilité dans l'eau diminue quand la température s'élève.

L'emploi de ce procédé exige le respect des précautions suivantes:

- Eviter l'échauffement du bain au-dessus de 40°C
- Sortir les pièces du bain après refroidissement total afin de permettre la dissolution de l'additif pour éviter d'entraîner celui-ci avec les pièces et ainsi, d'appauvrir la solution
- Contrôler régulièrement la concentration en additif (ou mesurer le pouvoir refroidissant du liquide) afin de faire les ajustements nécessaires à l'obtention de résultats constants. [33]

### V.2.2. La trempe à l'huile

Il existe une très grande variété d'huiles de trempe et qui peuvent différer dans leurs pouvoirs de trempe et donc du résultat final. Ainsi les huiles se distinguent :

- Par leurs natures (huile de base minérale ou synthétique)
- Par les additifs qu'elles contiennent : Additifs qui ont pour objet soit de modifier le pouvoir refroidissant, soit d'améliorer certaines propriétés (notamment la résistance à l'oxydation).

La viscosité de l'huile diminue quand sa température augmente. Ce phénomène provoque une augmentation du pouvoir refroidissant. Il est donc nécessaire de contrôler en permanence la température du bain et de mettre en œuvre un moyen de refroidissement de ce bain pour évacuer sa chaleur. Il est important d'éviter l'introduction d'eau dans un bain d'huile. Cette eau diminue les vitesses de refroidissement à haute température, mais les augmente à basse température, c'est-à-dire dans les conditions les plus critiques pour l'apparition de tapures. Enfin, l'utilisation de la trempe à l'huile impose la mise en œuvre de moyens de prévention et de lutte contre les incendies [33]

### V.2.3. La trempe au gaz

On parle de trempe par refroidissement à l'aide d'un gaz, quand les lois de refroidissement réalisées sont plus rapides que celles obtenues par refroidissement de la même pièce dans l'air calme. Les conditions de refroidissement dépendent ici :

- De la nature du gaz (et essentiellement de sa capacité thermique)
- De la température du gaz
- De la pression du gaz
- De la vitesse relative d'écoulement du gaz par rapport à la surface de la pièce.

L'utilisation d'un gaz neutre permet d'éviter toute altération chimique de la surface de la pièce. Ce mode de refroidissement connaît un grand développement dans le cadre de l'utilisation des fours à vide. Il permet, avec l'utilisation de gaz performant (azote, hélium, hydrogène) sous pression et le recours à une circulation intense, d'espérer la réalisation de conditions de refroidissement peu inférieures à celles obtenues avec la trempe à l'huile avec l'avantage d'une circulation plus maîtrisable du fluide de trempe. La réalisation de cette dernière dans une chambre froide permet d'améliorer encore les résultats. [33]

### V.2.4 La trempe au brouillard

La trempe au brouillard est réalisée en projetant à la surface de la pièce un fort courant d'air dans lequel de fines gouttelettes d'eau sont mises en suspension. Le refroidissement est dû à la fois au pouvoir refroidissant de l'air en circulation et à la vaporisation des gouttelettes d'eau lorsqu'elles entrent en contact avec la surface de la pièce. Le pouvoir refroidissant d'un tel brouillard peut être de quatre à cinq fois plus grand que celui de l'air utilisé. Les vitesses de refroidissement obtenues sont grandes lorsque la température de la surface de la pièce est peu élevée. [33]

### V.2.5 La trempe en bain fluidisé

Un bain fluidisé pour la trempe est constitué par de fines particules (généralement d'alumine) en suspension dans un courant gazeux. Un tel bain doit être refroidi afin d'extraire la chaleur apportée par la pièce. Il assure des refroidissements en des temps comparables à ceux obtenus dans les huiles, mais la vitesse de refroidissement décroît régulièrement au cours du temps (sans subir les conséquences de la vaporisation de l'huile). Un tel bain pourrait aussi être stabilisé à une température inférieure à l'ambiante si cela était jugé utile pour réaliser une trempe martensitique plus complète. [33]

### V.2.6 La trempe en bains fondus

De tels bains sont utilisés pour réaliser des trempes étagées. Les bains fondus peuvent être constitués par :

- . Un ou plusieurs métaux ;
- . Un ou plusieurs sels.

Pour la trempe en bain de sels fondus [34], une composition très souvent utilisée est la suivante (% massique) :

- 50 à 60 % de  $\text{KNO}_3$
- 40 à 50 % de  $\text{NaNO}_2$
- 0 à 10 % de  $\text{NaNO}_3$

Le mélange fond vers 140 °C et est utilisable entre 160 et 500 °C. La présence d'eau dans un bain de sels fondus, augmente très sensiblement son pouvoir refroidissant. Mais on doit veiller à éviter une telle introduction d'eau, car elle engendre un risque d'accident grave (projections explosions). Après trempe dans un bain de sels fondus, les pièces doivent subir un lavage intense et être éventuellement protégées contre la rouille. [33]

### V.3. LE REVENU [31]

Après trempe par refroidissement continu, un acier est caractérisé par :

- Sa constitution : selon sa trempabilité et les conditions de refroidissement utilisées il peut contenir : M (+A<sub>res</sub>), B, F + P, c (carbures non dissous) de fractions massiques très diverses.
- Son état de contrainte dû au traitement thermique.

L'opération de revenu est destinée à corriger plus ou moins complètement ces inconvénients. Elle conduit à un métal de caractéristiques convenables présentant un compromis satisfaisant entre R<sub>m</sub>, R<sub>e</sub> d'une part et A %, K d'autre part. Contrairement à la trempe qui est une opération rapide et de contrôle difficile, le revenu permet un contrôle aisé des transformations et partant, des propriétés du métal. Le revenu est un traitement thermique effectué après durcissement par trempe en continu, il consiste en :

- Un réchauffage à une température  $\theta_R < A_{c1}$
- Un maintien de durée  $t_R$  à  $\theta_R$
- Un refroidissement jusqu'à la température ambiante selon une loi programmée ou non.

On peut distinguer deux types de revenus sur le plan pratique pour les aciers faiblement alliés de traitements thermiques.

#### V.3.1. Revenu de détente

Pratiqué à une température inférieure à 200 °C, il est surtout destiné à provoquer une relaxation des contraintes propres : La résistance maximale (R<sub>m</sub>) et la dureté (H) subissent peu de variations. Il concerne les aciers soumis à de très fortes sollicitations sans chocs ou destinés à conserver localement des duretés élevées (couches cémentées).

#### V.3.2. Revenu classique

Pratiqué à une température comprise entre 500 °C et A<sub>c1</sub> il conduit à une diminution de R<sub>m</sub>, R<sub>e</sub>, H et à une augmentation de A %, Z %, K. Il concerne les conditions de service pour lesquelles il faut atteindre un compromis entre ces deux types de caractéristiques. Les durées de revenu usuellement utilisées sont de 1 h + 1 h par 25 mm d'épaisseur, au-delà le temps n'a plus d'influence notable

### V.4. LE RECUIT [31]

Les recuits forment un ensemble de traitements visant l'obtention d'états proches de l'équilibre thermodynamique en provoquant la formation de structures ferrite-carbures après passage par un état totalement ou partiellement austénitique.

Le cycle thermique de traitement comprend :

- a) un chauffage jusqu'à une température dite de traitement qui dépend du type de « correction » à réaliser et liée aux difficultés énergétiques des processus microphysiques intervenant.
- b) Un maintien isotherme à la température de traitement ou des oscillations autour de cette température.
- c) Un refroidissement à l'air calme ou au four selon une loi programmée. La vitesse de refroidissement doit être en général inférieure à la vitesse critique de recuit V<sub>3</sub>.

On distingue les deux types de traitement de recuit suivants :

#### **V.4.1. Recuit dont la température maximale atteinte est au-dessous ou à l'intérieur de l'intervalle critique ( $A_{c1}$ - $A_{c3}$ ou $A_{c1}$ - $A_{cm}$ )**

##### **V.4.1.1. Le recuit complet ou simplement recuit**

Il comprend un maintien vers  $A_{c3} + 50^\circ\text{C}$  pour les aciers hypoeutectoïdes ou  $A_{c1} + 50^\circ\text{C}$  pour les hypereutectoïdes, suivi d'un refroidissement lent au four surtout à la traversée de l'intervalle critique de transformation.

Dans le cas des hypoeutectoïdes, les ferrite et perlite formées sont relativement grossières : résistance et dureté faibles et ductilité élevée. Dans le cas des hypereutectoïdes, la globulisation partielle de la cémentite proeutectoïde permet d'éviter l'augmentation de fragilité dynamique liée à la présence de carbures en réseau inter-granulaire.

##### **V.4.1.2. Le recuit d'homogénéisation ou de diffusion**

Lors de la première solidification (aciers bruts de coulée, aciers moulés) se manifestent des phénomènes de ségrégation mineure : les éléments alliés et le carbone sont répartis de manière hétérogène à l'échelle du grain austénitique. Cette hétérogénéité chimique qui se conserve plus ou moins lors des transformations ultérieures, est néfaste pour les propriétés du métal (réponse aux traitements thermiques de trempe, formation de structures en bandes lors du laminage, difficulté de travail à chaud... etc.).

Pour éliminer (ou au moins réduire) cette hétérogénéité on fait appel à un recuit d'homogénéisation. Il consiste à maintenir le métal dans le domaine austénitique. L'homogénéisation a donc lieu par diffusion en phase  $\gamma$  à une vitesse d'autant plus grande que la température de maintien est plus élevée.

##### **V.4.1.3. Le recuit de régénération ou traitement d'affinage structural**

Le recuit de régénération comprend :

1. Un chauffage sans maintien prolongé, à une température légèrement supérieure à  $A_{c3}$  ( $A_{c1}$  pour les hypereutectoïdes), de manière à obtenir une austénite à grains fins.
2. Un refroidissement à vitesse convenable conduisant à une structure ferrito-perlitique fine (cas des aciers hypoeutectoïdes).

##### **V.4.1.4. Le traitement de normalisation**

Ce traitement comme le recuit complet conduit à des structures ferrito-perlitiques. Cependant la température de maintien est plus élevée dans le cas des aciers hypoeutectoïdes et au dessus de  $A_{cm}$  pour les hypereutectoïdes. En outre le refroidissement à l'air calme utilisé est plus rapide que dans le cas du recuit complet. Les structures ferrito-perlitiques obtenues correspondent donc à des grains ferritiques fins et à de faibles espacements lamellaires dans la perlite. Ces microstructures très homogènes peuvent être recherchées dans certaines applications mécaniques et constituent un état initial idéal pour le traitement d'austénitisation avant trempe.

## V.4.2. Recuit dont la température maximale atteinte est, en principe, au-dessous de $Ac_1$

### V.4.2.1. Le recuit d'adoucissement ou d'amélioration de l'usinabilité ou subcritique

C'est un recuit effectué quelques dizaines de degrés au-dessous de  $Ac_1$  avec un refroidissement consécutif lent pour obtenir un état suffisamment adouci et aussi exempt de contraintes que possible. Ce traitement a pour but d'améliorer l'usinabilité ou l'aptitude à la déformation à froid, dans le cas où seule la contrainte d'écoulement plastique est importante (et non la capacité de déformation).

### V.4.2.2. Le traitement de restauration et de recristallisation

Le travail à froid par laminage ou emboutissage d'un métal [avec  $T_{\text{déf}} < T_f/2$ ] conduit à un écrouissage du métal. Une structure écrouie est caractérisée par une forte déformation orientée des grains et même disparition des joints de grains. Une structure écrouie contient de très fortes densités de défauts : lacunes et dislocations en particulier.

Du point de vue macroscopique, l'écrouissage d'un métal conduit à une augmentation de  $R_m$ ,  $R_e$ ,  $H$  et à une diminution de  $A\%$  et  $K$ .

#### a). Le traitement de restauration

C'est un recuit effectué en dessous de la température de recristallisation. Il permet de restaurer en partie tout au moins les propriétés physiques et mécaniques sans modification apparente de la structure : C'est une élimination partielle de certaines dislocations et un réarrangement sous forme d'un réseau de sous grains des dislocation restantes. Il n'y a donc pas formation de nouveaux grains et le processus se déroule régulièrement.

#### b). Le traitement de recristallisation

C'est un recuit dans la zone de recristallisation située au dessus d'une température qui dépend de la nuance de l'acier et de son degré d'écrouissage. La structure distordue et écrouie par le travail mécanique à froid est remplacée par une nouvelle structure à grains fins équi-axes et libres de toute dislocation. Cette transformation est accompagnée d'une diminution importante de  $R_m$ ,  $R_e$ ,  $H$  et d'une augmentation de  $A\%$  et  $K$ .

Lorsqu'on porte un métal écroui à sa température de recristallisation (primaire), il y a germination de nouveaux grains puis croissance jusqu'à contact mutuel. La recristallisation est régit par les lois suivantes :

1. La température de recristallisation s'abaisse quand le taux de déformation augmente.
2. La taille du grain recristallisé diminue, pour une même température de recuit, si le taux de déformation augmente.
3. La recristallisation ne débute pour une même température qu'à partir d'un taux critique de déformation.

Pour diminuer l'énergie inter faciale totale, il peut y avoir grossissement du grain de recristallisation primaire par migration des joints de grains : les gros grains absorbant en général les petits. Ce phénomène est appelé recristallisation secondaire.

# Chapitre VI: PROCEDURE EXPERIMENTALE

## VI. 1. INTRODUCTION

Le recyclage des déchets provenant de l'usinage des pièces métalliques, est d'une grande importance pour les industries mécaniques et métallurgiques. Ce recyclage consiste à réduire les copeaux d'usinage à l'état de poudre par broyage mécanique, puis à la mise en forme de cette poudre par compactage, suivi d'une consolidation par un frittage pour leur donner les propriétés voulues.

Plusieurs paramètres de broyage influent sur la forme et la taille moyenne des particules de poudre obtenue, lesquelles si elles sont bien combinées peuvent permettre l'obtention d'un bon produit. Parmi ces variables on distingue : [35]

- La charge broyée.
- La charge broyante
- Le temps de broyage
- La taille initiale des copeaux
- La vitesse de broyage
- La structure initiale des copeaux broyés

Un bon produit broyé qualifié par la finesse de ses particules est obtenu par une bonne optimisation des variables citées ci-dessus. Cependant dans ce travail, nous nous limiterons uniquement à l'étude de l'influence du dernier paramètre sur la cinétique de broyage ainsi que le diamètre moyen des particules de poudre obtenue. Les autres paramètres ont déjà fait l'objet d'une étude auparavant.

## VI. 2. BUT DU TRAVAIL

Ce travail a pour but d'analyser l'influence d'un traitement thermique préalable sur l'aptitude au broyage des copeaux d'usinage. Pour cela, des copeaux ont été produits par usinage au tour à partir de quatre lingots ayant subits les traitements suivants dans un four à moufle:

**Lingot N°01** : trempe martensitique qui consiste en une austénitisation (chauffage et maintien) à 900°C pendant 1h, suivie d'une trempe à l'eau. La structure finale obtenue à l'ambiante est martensitique.

**Lingot N°02** : trempe martensitique suivie d'un revenu à 200 °C, qui consiste en un chauffage et maintien à cette température pendant 1h, suivis d'une trempe à l'eau. La structure finale obtenue à l'ambiante est un agrégat de ferrite et de carbures.

**Lingot N°03** : trempe martensitique suivie d'un revenu à 580 °C, qui consiste en un chauffage et maintien à cette température pendant 1h, suivis d'une trempe à l'eau. La structure finale obtenue à l'ambiante est un agrégat de ferrite et de cémentite globulaire fine.

**Lingot N°04** : traitement de recuit, qui consiste en un chauffage et un maintien du lingot à 900°C pendant 1h tel que l'acier soit totalement austénitique, suivis d'un refroidissement lent réalisé dans le four jusqu'à la température ambiante. La structure finale obtenue à l'ambiante est ferrito-perlitique.

Après traitement thermique, des copeaux sont produits par tournage puis caractérisés par tamisage afin de déterminer leur taille initiale avant broyage. Une fois leur taille moyenne calculée, une masse précise (200 grammes) est introduite dans un broyeur à boulets pour être transformée en poudre, sous l'action d'une combinaison de quelques paramètres de broyage bien définis. Après sa collecte, la poudre obtenue est caractérisée par tamisage et la taille moyenne de ses particules est déterminée.

Dans les travaux précédents [35,28], il a été établi des conclusions concernant l'effet des paramètres de broyage sur la taille moyenne des particules de poudre élaborée. Dans cette étude, nous allons analyser l'influence de la microstructure des copeaux sur leur aptitude à la pulvérisation. Cette microstructure est contrôlée par un traitement thermique que nous avons fait subir au lingot sur lequel ont été usinés les copeaux broyés. Ce travail comportera les points suivants :

1. Analyse de la structure obtenue après les différents traitements thermiques.
2. Mesure de la dureté après les traitements thermiques.
3. Analyse de la morphologie des particules obtenues et leurs répartitions dans une masse de poudre donnée.

## VI.3. EQUIPEMENTS ET CARACTERISATION

### VI.3.1. Le four à moufle

C'est un four ayant une chambre de forme parallélépipédique de volume de 6 L. Le chauffage est obtenu par effet Joule grâce à une résistance encastrée tout autour de la chambre dont la température maximale atteinte est de 1200°C. Le four est équipé d'un système de régulation assez précis, ainsi que d'une minuterie permettant de réaliser des traitement thermiques en palier : c'est à dire des maintiens à températures constantes pendant des périodes de temps préalablement définies. Le four utilisé est montré en vue réelle dans la figure ci-dessous.



Figure VI.1. Photo réelle du four à moufles utilisé.

### VI.3.2. Préparation métallographique des échantillons

Une préparation métallographique nécessite plusieurs étapes. Le polissage mécanique réalisé manuellement vise à rendre les surfaces uniformes. Il consiste à abraser la surface, sous une charge constante, à l'aide de papiers abrasifs de grade progressif, montés sur des tourets de polissage dont la vitesse est de 300 tr/min. La diminution de la taille des grains abrasifs d'un papier à l'autre permet d'affiner progressivement l'état de polissage et de diminuer la rugosité moyenne de la surface à observer. Compte tenu de la différence de dureté existant entre le carbure abrasif et la matrice métallique, la surface à polir se couvre de rayures de plus en plus fines, caractéristiques des sillons laissés par les grains du papier. Le polissage à la main des échantillons se fait selon la séquence suivante :

100 => 220 => 400 => 600 => 800 => 1000 => 1200 => solution d'oxyde d'aluminium à 1  $\mu\text{m}$  et enfin solution d'oxyde d'aluminium à 0.3  $\mu\text{m}$  (ou pâte diamantée). Chaque séquence dure environ 3 minutes avec un refroidissement continu à l'eau de robinet. Après avoir transformé la surface à observer en un miroir, une attaque chimique de cette surface à l'aide du Nital à 3% est réalisée afin de révéler la microstructure de l'acier. Le Nital est préparé comme suit :

- 3 ml d'acide nitrique ( $\text{HNO}_3$ )
- 97 ml d'alcool éthylique (ou méthylique)

Le temps d'attaque est de quelques secondes (2 à 5 secondes). Ce réactif est utilisé pour le fer, les fontes grises, et les aciers faiblement alliés. Le degré d'attaque augmente pour des teneurs croissantes en acide du réactif. Un nettoyage à l'éthanol et un séchage par flux d'air chaud termine le polissage mécanique, les échantillons ainsi polis et attaqués chimiquement, peuvent alors être observés au microscope optique. Notons aussi que cette même procédure a été suivie pour préparer les échantillons sur lesquels les mesures de micro dureté ont été effectuées dans le cadre de ce travail.

### VI.3.3. Observation au microscope optique

Un microscope optique de type Carl Zeiss permet l'observation des échantillons, avec un agrandissement qui varie de 100 à 650x. Ce microscope s'accompagne d'une caméra, reliée à l'écran d'un ordinateur permettant la capture de photos de la structure observée après avoir choisi la surface à photographier. L'avantage de la microscopie optique, outre sa grande facilité d'utilisation, est de permettre l'observation de grandes surfaces et de collecter ainsi une information globale sur l'aspect de la surface observée.

### VI.3.4. Fabrication des copeaux

On fabrique les copeaux à partir de lingots cylindriques d'acier mi-dur ayant subi les traitements thermiques décrits antérieurement. Le choix de fabriquer les copeaux au lieu de les récupérer dans un atelier d'usinage, nous donne la possibilité de contrôler leur taille, leur forme et leurs structure initiale (comme c'est le cas dans ce travail), en variant les paramètres d'usinage tels que :

- La forme de l'outil utilisé
- La vitesse de rotation du mandrin
- La pénétration de l'outil
- La vitesse d'avance de l'outil

### VI.3.5. Caractérisation des copeaux

Les trois gammes de copeaux sont caractérisées séparément en plaçant une quantité de 200 grammes de chaque gamme dans une série de tamis qui sont disposés dans l'ordre croissant de bas en haut. La masse de copeaux est versée dans le tamis supérieur, puis l'ensemble des tamis (6 tamis) sont placés dans une machine à vibrations pendant un temps de 15 min. Ce temps normalisé permet de séparer les différentes gammes de taille des copeaux. A l'issue de cette opération, on procède à la pesée du refus retenu par chaque tamis à l'aide d'une balance électronique de haute précision. Les résultats de pesée sont utilisés pour calculer la taille moyenne des copeaux et établir la courbe de distribution des tailles. Pour calculer la taille moyenne on utilise l'équation suivante :

$$D_m = O_1 X_1 + (O_1+O_2)/2 \cdot X_2 + (O_2+O_3)/2 \cdot X_3 + \dots + (O_n+O_{n+1})/2 \cdot X_{n+1} \quad (\text{VI.1})$$

Où :

$D_m$  est la taille moyenne des particules en  $\mu\text{m}$ .

$O_1, O_2, \dots, O_n$  sont les ouvertures des tamis en  $\mu\text{m}$ .

$X_1, X_2, \dots, X_{n+1}$  sont les fractions des refus retenus par les tamis.

### VI.3.6. Description de l'opération de broyage

Le broyeur utilisé dans le présent travail est un broyeur à boulets à vibration. Le broyeur est composé de deux chambres, de forme torique, avec des boulets à l'intérieur. Chacune des deux chambres est liée, au moyen d'un arbre de transmission et d'un réducteur de vitesse à roue et vis sans fin, à un moteur électrique. Ce dernier assure une rotation à vitesse constante de la chambre qui lui est liée. Cette vitesse est de  $50 \text{ tr. min}^{-1}$ . la charge broyante est de 2250grs et la charge broyée de 200grs. Les figures ci-dessous montrent respectivement une photo réelle du broyeur utilisé, ainsi que les charges broyante et broyée à l'intérieur de la chambre de broyage.



**Figure VI.2.** Photo réelle du broyeur à boulets utilisé.



**Figure VI.3.** Charges broyante et broyée à l'intérieur de la chambre de broyage.

Dans son mouvement de rotation, le broyeur génère un mouvement des boulets à l'intérieur de la chambre, et au cours duquel, les particules subissent des chocs de trois manières différentes. Soit elles sont prises entre deux boulets en contact, entre le boulet et les parois de la chambre au cours de la montée des boulets ou alors elles subissent le choc par le fait de la chute des boulets.

Au cours de ce mouvement, les particules de poudre se trouvent incrustées de microfissures ; ces dernières se propagent de la surface vers le volume pour former des cracks qui finissent par fragmenter la particule en deux particules secondaires ou plus.

### **VI.3.7. Descriptions des tamis**

Un tamis est un récipient de forme cylindrique, contenant dans son fond un filtre à mailles carrées. Pendant l'opération de tamisage, les particules qui ont une taille inférieure à la taille de la maille, passent à travers le tamis. Par contre celles qui ont une taille supérieure ou égale à la taille de la maille, celles-ci restent dans le tamis. L'ensemble des particules qui sont retenues par le tamis, est appelé refus. La figure VI.4 montre schématiquement une série de tamis semblables à ceux utilisés dans cette caractérisation.

### **VI.3.8. Description du vibreur à tamis**

C'est un appareil qui permet la vibration et la séparation de la poudre initiale en plusieurs fractions de tailles moyennes distinctes. Cette séparation se réalise en une seule opération de tamisage qui dure un temps de 15 min. Le principe de fonctionnement est basé sur la génération de vibrations de hautes fréquences grâce à un moteur électrique et d'un système d'arbre à cames lui même lié à un système de fixation composé de deux anneaux. Un anneau où reposent les tamis et un anneau supérieur, qui permettent la fixation et le serrage des tamis. L'ensemble est fixé sur un châssis couplé au moteur qui permet la transmission des vibrations à toute la série de tamis.

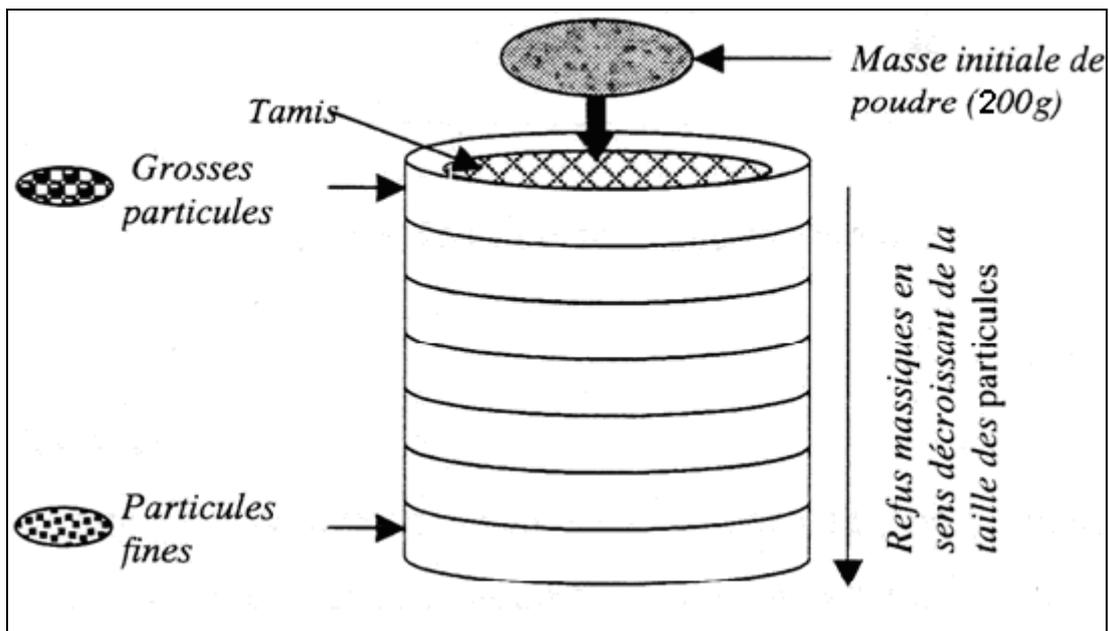


Figure VI.4. Vue schématique de l'opération de tamisage.

### VI.3.9. Description de la balance électronique

Une balance électronique a été utilisée pour peser les poudres obtenues, ainsi que les différents refus retenus par chaque tamis. C'est une balance à affichage digital avec une précision de  $\pm 0,1$  gramme. La balance possède quatre appuis réglables qui permettent de régler le plateau de façon horizontale. Cela permet d'avoir une pesée précise, par le fait d'une distribution homogène de la charge sur le plateau de la balance.



Figure VI.5. photo réelle de la balance électronique utilisée.

## Chapitre VII : RESULTATS ET INTERPRETATIONS

La partie expérimentale consiste à produire une poudre métallique à partir de lingots d'acier mi-dur ayant subis différents traitements thermiques de revenu et d'homogénéisation. Les traitements thermiques sont effectués dans un four à mouffles, les lingots sont ensuite utilisés pour la fabrication par tournage de copeaux d'une taille de l'ordre de  $977\mu\text{m}$ , destinés à la transformation en poudre par broyage mécanique dans un broyeur à boulets. Enfin, une caractérisation de ces poudres est réalisée par tamisage afin de déterminer les tailles moyennes de leurs particules.

### VII.1. MATERIAU ETUDIE

#### VII.1.1. Composition chimique

L'acier mi-dur utilisé est un acier au carbone hypœutectoïde qui peut être classé parmi les micros alliages, c'est à dire des alliages avec de très faibles additions en éléments chimiques capables de provoquer la formation de phases durcissantes. Sa composition est donnée dans le **tableau VII.1** suivant :

Eléments	C	Si	Mn	S	Mo	Cu
Fluorescence-X (% massique)	—	0.200	0.480	0.059	0.430	0.160
Analyse CS (% massique)	0.465	—	—	—	—	—

**Tableau VII.1.** Analyse par fluorescence de la composition chimique du lingot d'acier mi-dur utilisé pour fabriquer les poudres. [38]

#### VII.1.2. Traitements thermiques

Les traitements thermiques effectués sont :

**Lingot N° 01** : Trempe martensitique, qui consiste en une austénitisation à  $900^{\circ}\text{C}$ , pendant 1h, suivie d'une trempe à l'eau. La structure obtenue est la martensite.

**Lingot N° 02** : revenu de la martensite à  $200^{\circ}\text{C}$ , qui consiste en un chauffage et maintien à  $200^{\circ}\text{C}$  pendant 1h, suivie d'une trempe à l'eau. La structure obtenue est constituée d'un agrégat de ferrite et de carbure de fer.

**Lingot N° 03** : revenu de la martensite à  $580^{\circ}\text{C}$ , qui consiste en chauffage et maintien à  $580^{\circ}\text{C}$  pendant 1h, suivie d'une trempe à l'eau. La structure obtenue est composée de ferrite et de cémentite globulaire

**Lingot N° 04** : traitement de recuit, qui consiste en une austénitisation du lingot à  $900^{\circ}\text{C}$  pendant 1h, suivie d'un refroidissement lent réalisé dans le four jusqu'à la température ambiante. La structure finale obtenue est ferrito-perlitique

Ces différents traitements nous ont permis d'obtenir des structures différentes qui ont des duretés différentes également. Cette diversité structurale nous permet de répondre à l'objectif de cette étude qui consiste à comprendre comment influe la structure initiale des copeaux sur leur comportement à la désintégration lors du broyage. Le choix de ses microstructures n'est pas aléatoire. En effet, les structures ferrito-perlitiques et martensitique nous donnent des propriétés opposées et extrêmes en terme de dureté comme l'attestent les résultats de mesure de la dureté montrés dans les tableaux ci-dessous. Entre ces deux structures, nous avons projeté d'utiliser la structure bainitique qui possède une dureté intermédiaire. Cependant, ce projet a été abandonné car la bainite nécessite un traitement thermique spécial utilisant deux fours à la fois, réglés à deux températures différentes : l'un réglé à une température d'austénitisation et l'autre réglé à une température de maintien (~ 600 °C). Et sans passer par la trempe, l'échantillon doit être transféré rapidement du four d'austénitisation vers le four de maintien. Ceci n'étant pas possible, nous avons opté pour d'autres structures (citées ci-dessus) qui donnent presque les mêmes résultats.

## VII.2. PRESENTATION DES RESULTATS POUR LES QUATRE ECHANTILLONS

L'analyse qualitative et quantitative des échantillons précités, nous permet d'en déterminer les structures et d'en déduire ainsi l'influence sur leur broyabilité. Une préparation métallographique préalable des quatre échantillons, permet l'observation au microscope optique de ces derniers. Les résultats d'observation et de mesure sont montrés dans les tableaux ci-dessous.

### VII.2.1. Echantillon N° 01 de martensite

#### VII.2.1.1. Mesure de la dureté moyenne

Le tableau suivant montre les résultats de mesure de la dureté effectué sur différentes plages de l'échantillon N° 01 martensitique. Des mesures aléatoires ont été effectués sur 20 plages différentes de telle façon que toute la surface de l'échantillon soit balayée d'une part et d'autre part pour éviter de tomber systématiquement sur la même phase (martensite ou austénite résiduelle), ce qui donnera des résultats erronés. Ainsi d'après les résultats du tableau ci-dessous, on peut conclure que les plus fortes duretés sont celles des aiguilles martensitiques, tandis que les plus faibles peuvent être celles des grains d'austénite résiduelle. La charge utilisée est de 200 grammes. La dureté moyenne du matériau est de : 609.85 Hv.

N° essai	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Microdureté (Hv, 0.1N)	671.6	483.4	603	520.2	701.1	701.1	701.1	412.1	536.2	584
N° essai	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
Microdureté (Hv, 0.1N)	617.9	739.2	501.3	574.9	766.3	689.1	588.7	561.5	584	660.3

**Dureté moyenne = 609.85 Hv**

**Tableau VII.2.** Résultats de mesure de la dureté de l'échantillon N°01 à structure martensitique.

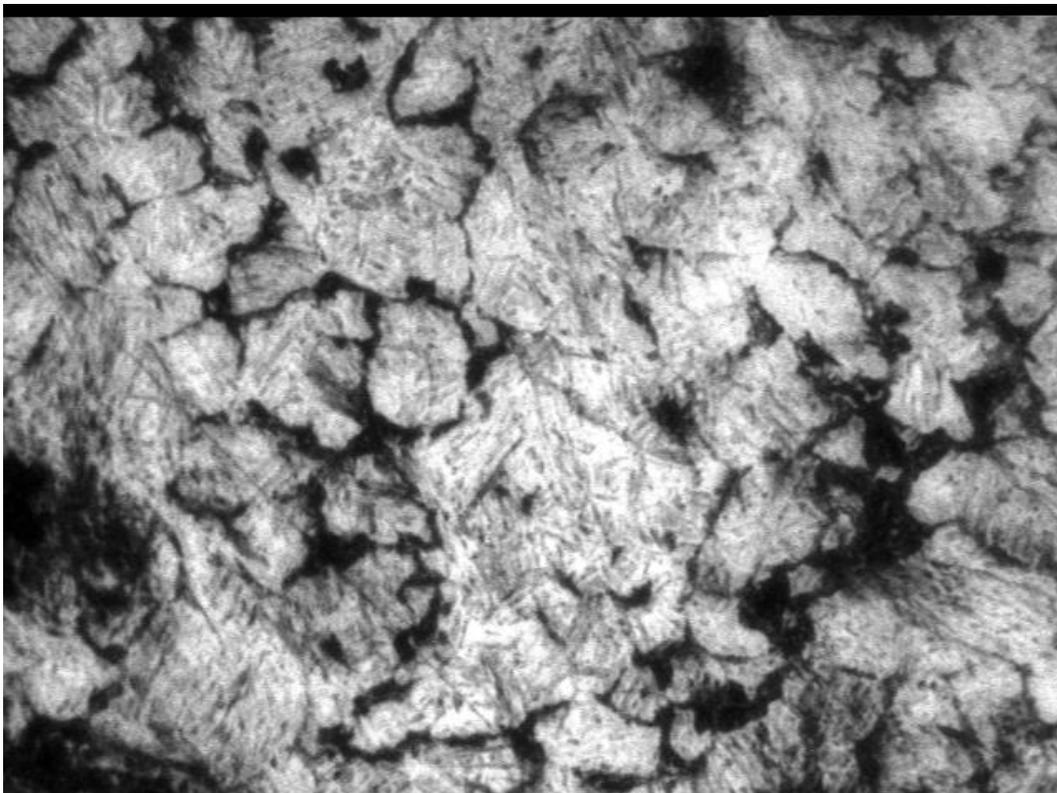
### VII.2.1.2. Microstructure de l'échantillon

Un traitement thermique d'austénitisation de l'acier mi-dur à 900°C pendant 1h, suivie d'une trempe à l'eau, puis une préparation métallographique, révèlent une microstructure constituée d'un agrégat isotrope de grains, eux-mêmes constitués d'un assemblage d'aiguilles de martensite et d'austénite résiduelle non décomposée.

La martensite est formée lors du refroidissement brutal de l'austénite, qui contient une quantité de carbone en solution solide, excédent la limite de solubilité du carbone dans la ferrite. La martensite, de structure tétragonale (notée  $\alpha'$ ), est alors sursaturée en carbone.

La présence d'austénite résiduelle (notée  $\gamma_R$ ) est due au fait que la température  $M_F$ , température à laquelle il faudrait tremper le matériau pour transformer toute l'austénite, est inférieure à 20°C.

La photomicrographie de cette structure est montrée sur la figure VII.1 ci-dessous :



**Figure VII.1.** Photomicrographie optique de l'échantillon N°01 de martensite.  $G=650x$

### VII.2.1.3. Broyage et distribution de taille dans la poudre élaborée

A partir du lingot n°01 d'acier mi-dur, ayant subi le traitement de trempe martensitique, des copeaux ayant une taille moyenne de l'ordre de 977 $\mu\text{m}$ , ont été fabriqués par tournage. Ces copeaux ont ensuite été broyés à une vitesse de 50  $\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$  pendant des temps allant de 1h jusqu'à 8h. Une fois broyés, la poudre obtenue a été caractérisée. Pour cela, une masse de 200 grammes de cette poudre est tamisée pendant 10 minutes. Les résultats de ces expériences sont donnés dans les tableaux et courbes ci-dessous :

Diamètre du tamis ( $\mu\text{m}$ )	Refus (g)	Fraction (%)
850	56.8	24.4
600	26.2	13.1
425	46	23
300	66.5	33.25
212	2.3	1.15
150	1.1	0.55
Assiette	1.1	0.55

**Tableau VII.3.** Résultats de caractérisation après un broyage d'une heure dans un broyeur à Boulets tournant à  $50 \text{ trs.min}^{-1}$ . La masse broyée est de 200 grammes.

Diamètre moyen = 579.13  $\mu\text{m}$

Diamètre du tamis ( $\mu\text{m}$ )	Refus (g)	Fraction (%)
850	40.2	20.1
600	25.2	12.6
425	51.6	25.8
300	77.6	38.8
212	3.1	1.55
150	1.4	0.7
Assiette	0.9	0.45

**Tableau VII.4.** Résultats de caractérisation après un broyage de 2 heures. Les autres conditions restent constantes.

Diamètre moyen = 540.64  $\mu\text{m}$

Diamètre du tamis ( $\mu\text{m}$ )	Refus (g)	Fraction (%)
850	18.6	9.3
600	21.1	10.55
425	44.9	22.45
300	106.9	53.45
212	5.4	2.7
150	2.2	1.1
Assiette	0.9	0.45

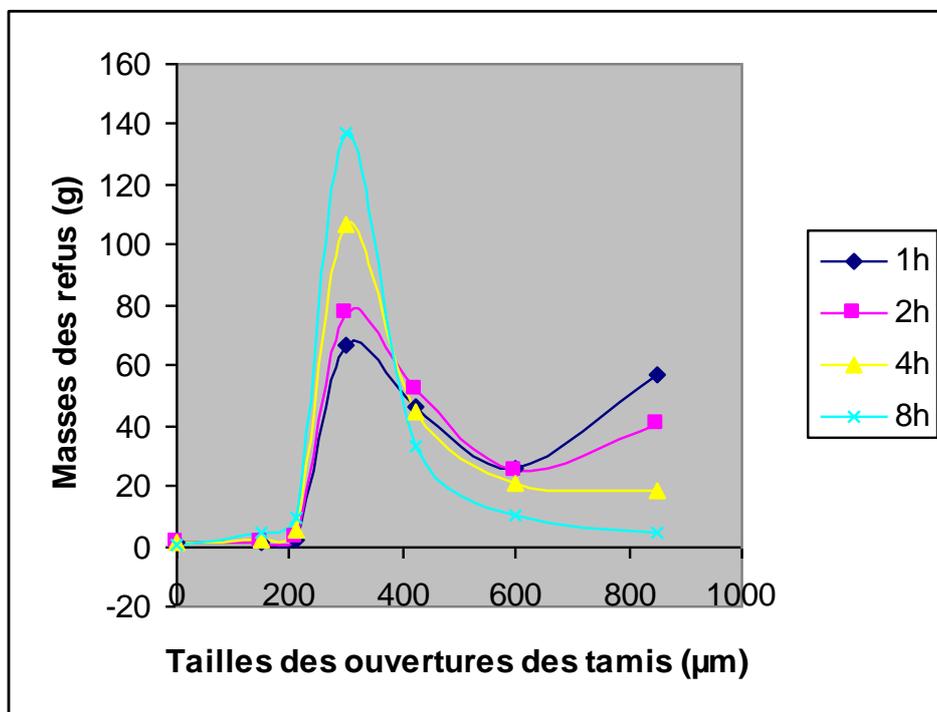
**Tableau VII.5.** Résultats de caractérisation après un broyage de 4 heures. Les autres conditions restent constantes

Diamètre moyen = 473.59  $\mu\text{m}$

Diamètre du tamis ( $\mu\text{m}$ )	Refus (g)	Fraction (%)
850	4.2	2.1
600	10.6	5.3
425	33.3	16.65
300	136.8	68.4
212	9.8	4.9
150	4.2	2.1
Assiette	0.98	0.49

**Tableau VII.6.** Résultats de caractérisation après un broyage de 8 heures. Les autres conditions restent constantes.

Diamètre moyen = 406.2  $\mu\text{m}$



**Figure VII.2.** Distribution des tailles des particules de poudre après broyage de l'acier martensitique.  $V = 50 \text{ trs. min}^{-1}$ . Charge broyante  $C_b = 2550\text{grs}$ .

## VII.2.2. Echantillon N° 02 de martensite revenue à 200°C

### VII.2.2.1. Mesure de la dureté moyenne

Le tableau suivant montre les résultats de mesure de la dureté sur différentes plages de l'échantillon N°02 de martensite revenue à 200°C. La dureté moyenne du matériau constitué de ferrite et de carbure de fer est de : 360.2 Hv.

N° essai	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Microdureté (Hv, 0.1N)	376.2	241.4	349	398.7	319	479.9	324.6	256.8	247.6	435
N° essai	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
Microdureté (Hv, 0.1N)	250.2	364.5	574.9	383.5	373.8	378.6	353.3	383.5	346.8	366.8

**Dureté moyenne = 360.2 Hv**

**Tableau VII.7.** Résultats de mesure de la dureté de l'échantillon N°02 constitué de ferrite et de carbure de fer après revenu à 200°C de la martensite.

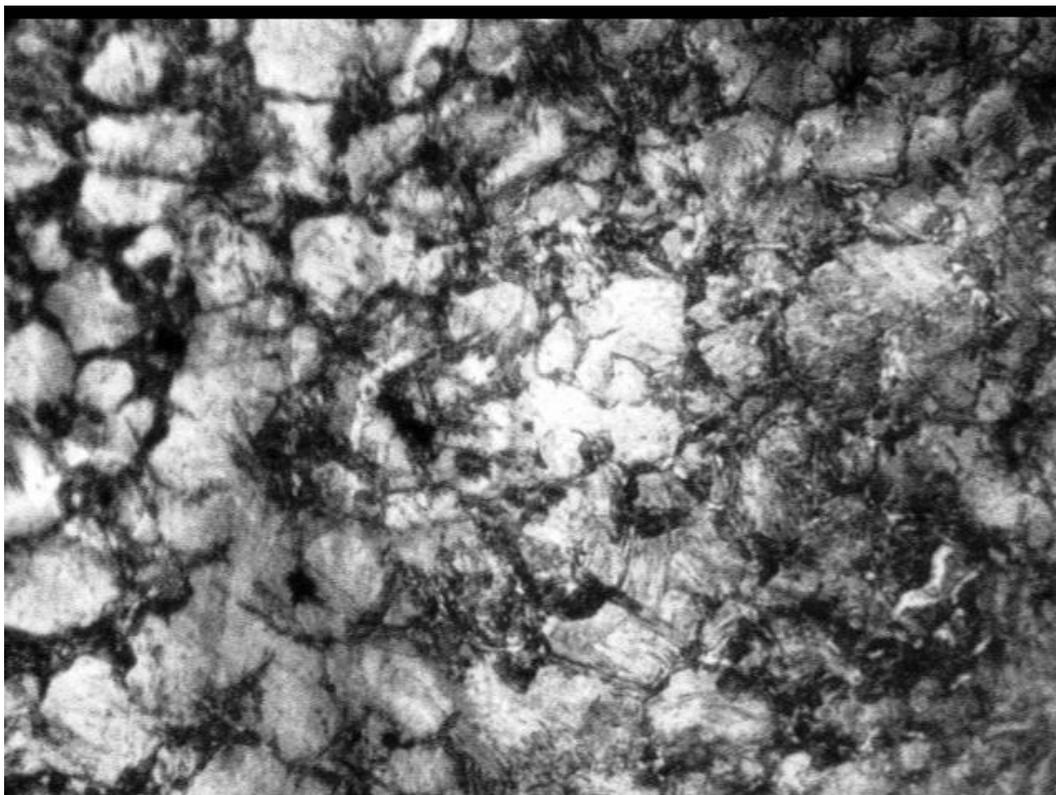
#### VII.2.2.2. Microstructure de l'échantillon

Un traitement thermique de revenu de la martensite à 200 °C, qui consiste en un chauffage et maintien de la martensite à 200°C pendant 1h, suivis d'un refroidissement dans l'eau, puis une préparation métallographique, révèlent une structure constituée de ferrite et d'une dispersion de fins précipités de carbures. La présence de carbone en concentration qui dépasse la limite de solubilité maximale de la ferrite engendre la décomposition de la martensite, qui s'appauvrit progressivement en carbone interstitiel à cette température de revenu, jusqu'à une teneur d'environ 0,20-0,25 % ; la tétragonalité exprimé par le rapport  $c/a$  du réseau diminue alors corrélativement jusqu'à la valeur limite correspondant à cette teneur.

Il y a alors précipitation du carbone en sursaturation dans la martensite sous forme de carbure de fer ( $\epsilon$ ), de structure hexagonale compacte et de formule voisine de  $Fe_{2,4}C$  et du carbure de HAGG (ou carbure  $\chi$ ) de structure monoclinique de composition voisine de  $Fe_5C_2$  (intermédiaire entre celle du carbure  $\epsilon$  et de la cémentite), aux joints de macles.

Cette évolution de la martensite après revenu est due également à la décomposition de l'austénite résiduelle présente dans la martensite obtenue par trempe trempée.

Les carbures apparaissent sous forme d'aiguilles ou plaquettes fines. La photomicrographie de cette structure est montrée sur la **figure VII.3** ci-dessous :



**Figure VII.3.** Photomicrographie optique de l'échantillon N°02 de la martensite revenue à 200 °C pendant 1 heure. La structure est un agrégat de ferrite et de carbures ( $\epsilon$  et  $\chi$ )  $G = 650x$ .

### VII.2.2.3. Broyage et distribution de taille dans la poudre élaborée

A partir d'un lingot de martensite ayant subi le traitement de revenu à 200 °C pendant 1h, des copeaux ayant une taille moyenne de l'ordre de 977 $\mu\text{m}$  ont été fabriqués par tournage. Ces copeaux ont ensuite été broyés à une vitesse de 50  $\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$  pendant des temps allant d'1h jusqu'à 8h. Une fois broyés, la poudre obtenue a été caractérisée. Pour cela, une masse de 200grammes de cette poudre est tamisée pendant 10 minutes. Les résultats de ces expériences sont donnés dans les tableaux et courbes ci-dessous :

Diamètre du tamis ( $\mu\text{m}$ )	Refus (g)	Fraction (%)
850	10.76	5.38
600	24.64	12.32
425	70.56	35.28
300	90.5	45.25
212	1.66	0.83
150	1.36	0.68
Assiette	0.52	0.26

**Tableau VII.8.** Résultats de caractérisation après un broyage d'une heure. Les autres paramètres restent constants

Diamètre moyen = 483.44  $\mu\text{m}$

Diamètre du tamis ( $\mu\text{m}$ )	Refus (g)	Fraction (%)
850	4.26	2.13
600	22.32	11.16
425	65.22	32.61
300	104.52	52.26
212	1.58	0.79
150	1.48	0.74
Assiette	0.62	0.31

**Tableau VII.9.** Résultats de caractérisation après un broyage de 2 heures. Les autres paramètres restent constants.

Diamètre moyen = 459.17  $\mu\text{m}$

Diamètre du tamis ( $\mu\text{m}$ )	Refus (g)	Fraction (%)
850	1.38	0.69
600	20.04	10.02
425	51.6	25.8
300	122.66	61.33
212	1.9	0.95
150	1.7	0.85
Assiette	0.68	0.34

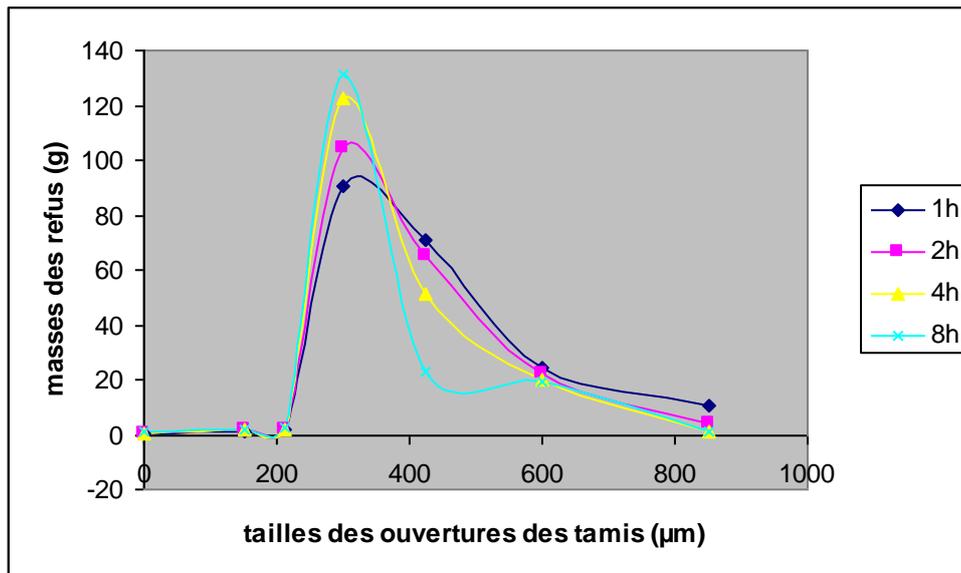
**Tableau VII.10.** Résultats de caractérisation après un broyage de 4 heures. Les autres paramètres restent constants.

Diamètre moyen = 437.28  $\mu\text{m}$

Diamètre du tamis ( $\mu\text{m}$ )	Refus (g)	Fraction (%)
850	1.16	0.58
600	19.58	9.79
425	23.18	21.59
300	131.3	65.65
212	2.24	1.12
150	2.02	1.01
Assiette	0.8	0.4

**Tableau VII.11.** Résultats de caractérisation après un broyage de 8 heures. Les autres paramètres restent constants.

Diamètre moyen = 429.60  $\mu\text{m}$



**Figure VII.4.** Distribution des tailles des particules de poudre après broyage de l’acier martensitique revenu à 200°C.  $V = 50 \text{ tr.min}^{-1}$  ;  $C_b = 2550\text{grs}$

**VII.2.3. Echantillon N° 03 de martensite revenue à 580°C**

**VII.2.3.1. Mesure de la dureté moyenne**

Le tableau suivant montre les résultats de mesure de la dureté sur différentes plages de l’échantillon N°03 de martensite revenue à 580°C. La procédure suivie est la même que celle suivie auparavant. La dureté moyenne du matériau est de : 252.55 Hv.

N° essai	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Microdureté (Hv, 0.1N)	259.6	260.9	270.9	291	296	245.1	201.5	247.6	231.8	266.6
N° essai	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
Microdureté (Hv, 0.1N)	196	270.9	248.9	272.4	272.4	250	175.3	265.1	268	260.9

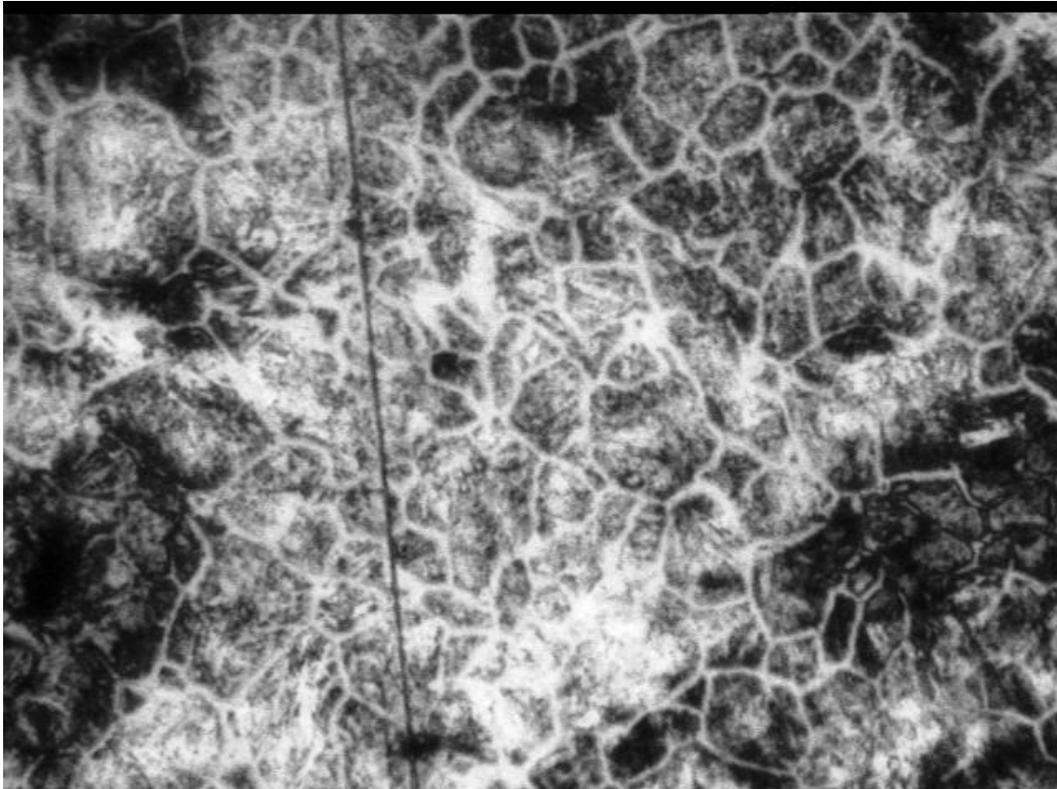
**Dureté moyenne = 252.55 Hv**

**Tableau VII.12.** Résultats de mesure de la dureté de l’échantillon N° 03de martensite revenue à 580°C.

**VII.2.3.2. Microstructure de l’échantillon**

Après un traitement thermique de revenu de la martensite, qui consiste en un chauffage et maintien de l’échantillon à 580°C pendant 1heure, suivis d’une trempe à l’eau, puis une préparation métallographique, révèlent une structure constituée d’un agrégat de ferrite et de cémentite globulaire fine. A cette température, on observe un retour complet de la maille cristalline de la martensite à la forme cubique centrée et la disparition des carbures de fer complexes ( $\epsilon$  et  $\chi$ ) antérieurement formés, au profit de la cémentite.

La cémentite se présente sous forme de petites taches, car au-delà de 450 °C et jusqu'à la température  $A_{c1}$ , le revenu de la martensite d'un acier au carbone provoque la coalescence des particules de cémentite (augmentation de taille et réduction de la densité numérique) et la restauration de la structure en lattes (élimination progressive ou non des parois de cellules et les dislocations internes). La photomicrographie de cette structure est montrée sur la **figure VII.5** ci-dessous :



**Figure VII.5.** Photomicrographie optique de l'échantillon N°03 de martensite revenue à 580 °C pendant 1 h. La structure est un agrégat de ferrite+cémentite globulaire fine. G=650x.

### VII.2.3.3. Broyage et distribution de taille dans la poudre élaborée

A partir d'un lingot de martensite ayant subi le traitement de revenu à 580 °C pendant 1 heure, des copeaux ayant une taille moyenne de l'ordre de 977 $\mu\text{m}$  ont été fabriqués par tournage. Ces copeaux ont ensuite été broyés à une vitesse de 50  $\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$  pendant des temps allant d'une heure jusqu'à 8h. Une fois broyée, la poudre obtenue a été caractérisée. Pour cela, une masse de 200grammes de cette poudre est tamisée pendant 10 minutes. Les résultats de ces expériences sont donnés dans les tableaux et courbes ci-dessous :

Diamètre du tamis ( $\mu\text{m}$ )	Refus (g)	Fraction (%)
850	39.6	21.74
600	32.6	17.90
425	50.1	27.51
300	52.7	28.94
212	2.8	1.53
150	2.2	1.20
Assiette	2.1	1.15

**Tableau VII.13.** Résultats de caractérisation après un broyage d'1 heure.

Diamètre moyen = 567.41  $\mu\text{m}$

Diamètre du tamis ( $\mu\text{m}$ )	Refus (g)	Fraction (%)
850	28.8	15.8
600	32.4	17.83
425	54.4	29.93
300	57.9	31.86
212	3.3	1.81
150	3.1	1.7
Assiette	1.8	0.99

**Tableau VII.14.** Résultats de caractérisation après un broyage de 2 heures.

Diamètre moyen = 540.9  $\mu\text{m}$

Diamètre du tamis ( $\mu\text{m}$ )	Refus (g)	Fraction (%)
850	19.7	10.99
600	31.7	17.68
425	56.1	31.3
300	63.2	35.26
212	3.8	2.12
150	3	1.67
Assiette	1.7	0.94

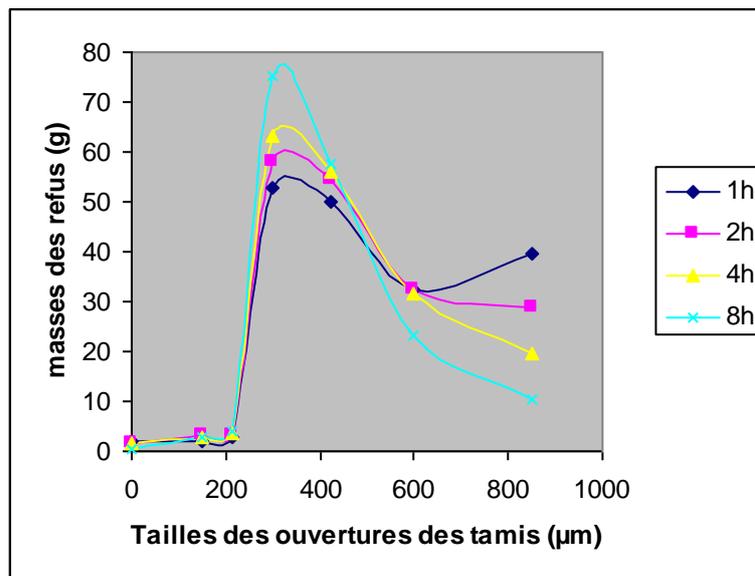
**Tableau VII.15.** Résultats de caractérisation après un broyage de 4 heures.

Diamètre moyen = 518.97  $\mu\text{m}$

Diamètre du tamis ( $\mu\text{m}$ )	Refus (g)	Fraction (%)
850	10.5	6.02
600	23.4	13.42
425	57.7	33.10
300	75.3	43.2
212	4	2.29
150	2.8	1.6
Assiette	0.6	0.34

**Tableau VII.16.** Résultats de caractérisation après un broyage de 8heures.

Diamètre moyen = 504.5  $\mu\text{m}$



**Figure VII.6.** Distribution des tailles des particules de poudre après broyage de l'acier martensitique revenu à 580°C.  $V = 50 \text{ tr. min}^{-1}$  ;  $C_b = 2550 \text{ grs}$ .

### VII.2.4. Echantillon N° 04 de structure ferrito-perlitique

#### VII.2.4.1. Mesure de la dureté moyenne

Le tableau suivant montre les résultats de mesure de la dureté Vickers sur différentes plages de l'échantillon N°04 ferrito-perlitique. La dureté moyenne du matériau est de : 159.42 Hv. La procédure suivie est la même que celle décrite auparavant.

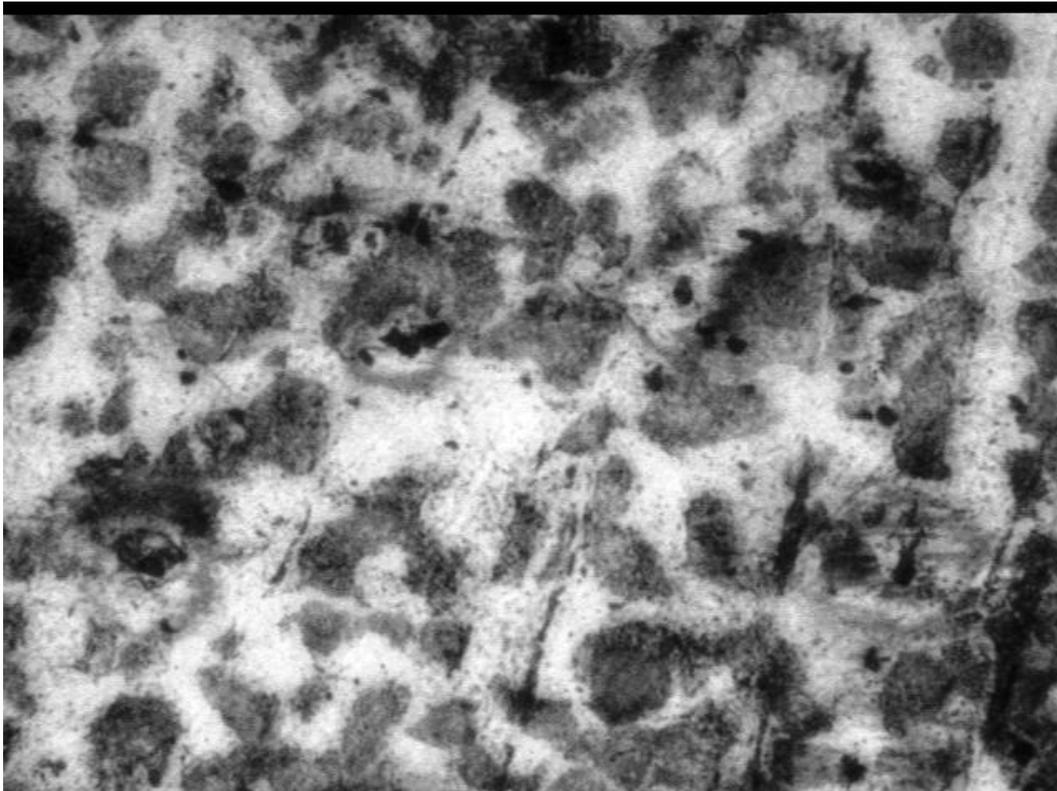
N° essai	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Microdureté (Hv, 0.1N)	137.7	165.1	178.4	187.3	176	155.7	167.2	110.6	103	157.7
N° essai	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
Microdureté (Hv, 0.1N)	150.1	155.1	182.3	175.3	148.4	192.4	200.6	160.3	140.4	144.9

Dureté moyenne = 159.42 Hv

**Tableau VII.17.** Résultats de mesure de la dureté de l'échantillon N°04 ferrito-perlitique.

#### VII.2.4.2. Microstructure de l'échantillon

Un traitement thermique de recuit, qui consiste en une austénitisation du lingot à 900°C pendant 1 heure, suivie d'un refroidissement lent réalisé dans le four jusqu'à la température ambiante, puis une préparation métallographique, révèlent une structure ferrito-perlitique. Ces deux phases semblent être dans un rapport volumique symétrique (50 % chacune). La ferrite semble constituer la matrice de la structure, tandis que la perlite est sous forme d'un réseau occupant les joints de grains. La photomicrographie de cette structure est montrée sur la figure VII.7 ci-dessous :



**Figure VII.7.** Photomicrographie optique de l'échantillon N°04 ferrito-perlitique. G=650x.

#### VII.2.4.3. Broyage et distribution de taille dans la poudre élaborée

A partir d'un lingot d'acier mi-dur ayant subi le traitement de recuit à 900°C pendant 1h , et présentant alors une structure ferrito-perlitique, des copeaux ayant une taille moyenne de l'ordre de 977 $\mu\text{m}$  ont été fabriqués par tournage. Ces copeaux ont ensuite été broyés à une vitesse de 50 tr.min<sup>-1</sup> dans un broyeur à boulets pendant des temps allant d'1h jusqu'à 8h. Une fois broyés, la poudre obtenue a été caractérisée. Pour cela, une masse de 200grammes de cette poudre est tamisée pendant 10 minutes. Les résultats de ces expériences sont donnés dans les tableaux et courbes ci-dessous :

Diamètre du tamis ( $\mu\text{m}$ )	Refus (g)	Fraction (%)
850	57.9	28.95
600	60.1	30.05
425	49.4	24.7
300	27.4	13.7
212	2.4	1.2
150	1	0.5
Assiette	0.8	0.4

**Tableau VII.18.** Résultats de caractérisation après un broyage d'1 heure.

Diamètre moyen = 644.46  $\mu\text{m}$

Diamètre du tamis ( $\mu\text{m}$ )	Refus (g)	Fraction (%)
850	42	21
600	59.2	29.6
425	55.1	27.55
300	36.3	18.15
212	2.4	1.2
150	1	0.5
Assiette	0.4	0.2

**Tableau VII.19.** Résultats de caractérisation après un broyage de 2 heures.

Diamètre moyen = 604.21  $\mu\text{m}$

Diamètre du tamis ( $\mu\text{m}$ )	Refus (g)	Fraction (%)
850	27.9	14.42
600	57	29.47
425	60.3	31.18
300	45	23.26
212	2	1.03
150	1	0.51
Assiette	0.2	0.1

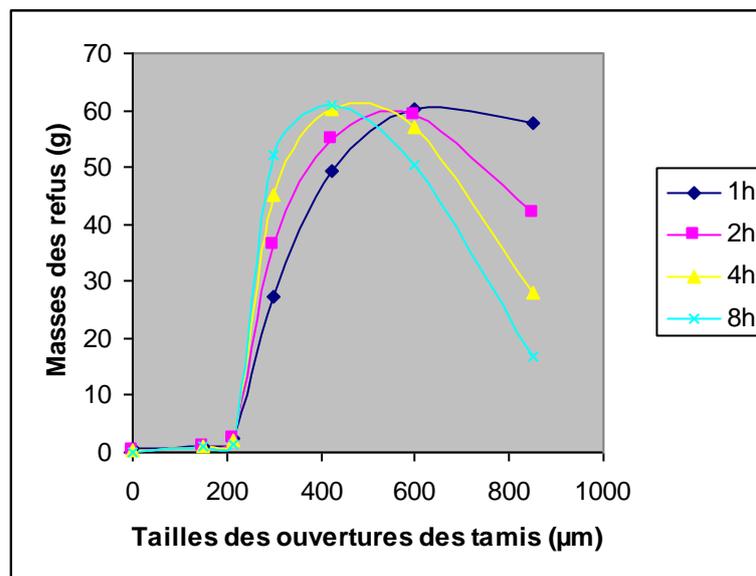
**Tableau VII.20.** Résultats de caractérisation après un broyage de 4 heures

Diamètre moyen = 583.97  $\mu\text{m}$

Diamètre du tamis ( $\mu\text{m}$ )	Refus (g)	Fraction (%)
850	16.7	9.15
600	50.4	27.63
425	60.8	33.33
300	52.1	28.56
212	1.3	0.71
150	1	0.55
Assiette	0.1	0.05

**Tableau VII.21.** Résultats de caractérisation après un broyage de 8heures

Diamètre moyen = 555.28  $\mu\text{m}$



**Figure VII.8.** Distribution des tailles des particules de poudres après broyage de l'acier ferrito-perlitique.  $V = 50 \text{ tr} \cdot \text{min}^{-1}$  ;  $C_b = 2550 \text{ grs}$

### VII.3. INFLUENCE DES VARIABLES DE BROyage SUR LE PRODUIT BROyé

#### VII.3.1. Influence du temps de broyage

Notons que toutes les courbes montrant la distribution de taille des particules, ont la même allure : celle d'une cloche. Ces courbes de distribution, sont caractéristiques pour tous les matériaux sous forme de poudre. Elles commencent par un point correspondant à un minimum, s'élèvent jusqu'à un pic correspondant au maximum et redescendent finalement vers un autre minimum, plus ou moins de même niveau que le premier, formant ainsi, une distribution gaussienne ou normale. Les minimums représentent les fractions de poudre qui se retrouvent retenues dans les tamis de plus grande ouverture (850  $\mu\text{m}$ ) d'une part, et la poudre de taille plus fine que la plus fine poudre retenue par les tamis de plus petite ouverture (150  $\mu\text{m}$ ), d'autre part.

La figure VII.9 suivante, contient les micrographies des refus de tamisage dans le cas de la poudre de l'échantillon martensitique.

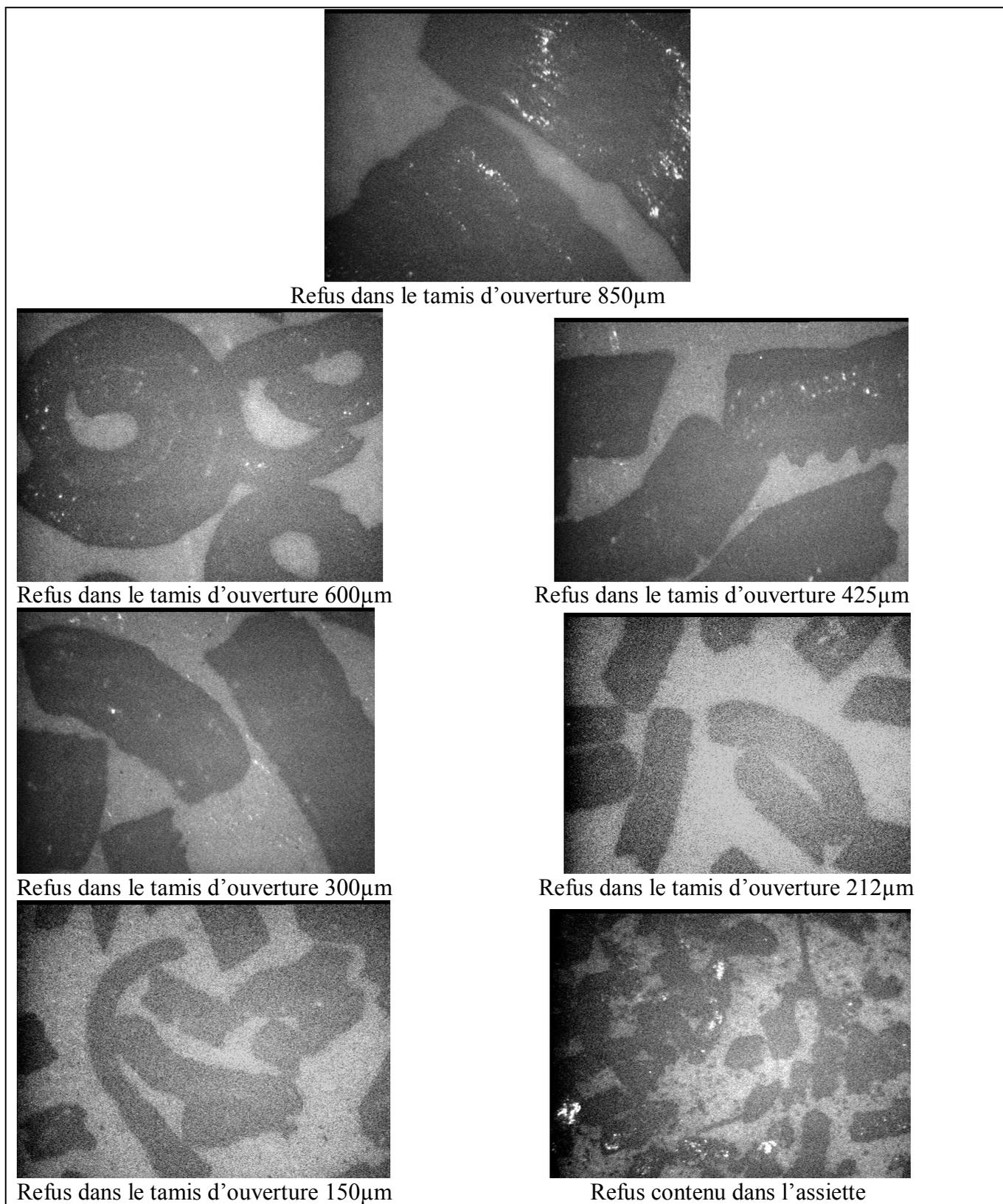


Figure VII.9. Micrographies montrant les formes des particules des différents refus pendant le tamisage.

Cette poudre très fine est récupérée dans l'assiette sur laquelle est posée la pile de tamis. Ces minimums représentent généralement des fractions très faibles de poudre surtout si le nombre de tamis utilisés est élevé. Le maximum de la courbe quant à lui représente la plus grande fraction de poudre retenue dans un tamis. Cette fraction représente généralement la taille de la majorité des particules de poudre. Cette taille moyenne des particules est proportionnelle à cette fraction et s'approche de l'ouverture du tamis qui l'a retenu. Les particules qui ont cette taille représentent la majorité dans une masse de poudre donnée, et influent proportionnellement sur la taille moyenne de toute la masse de poudre.

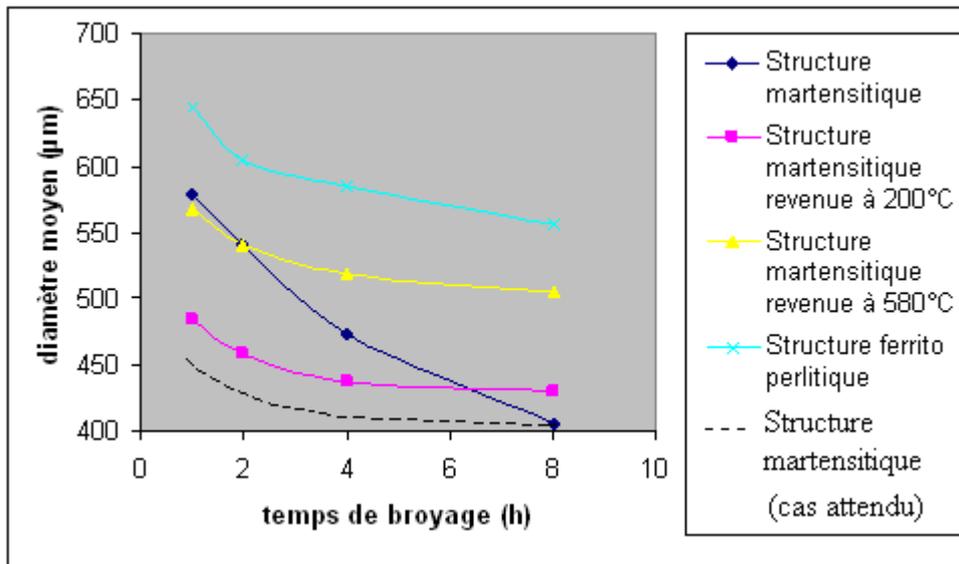
Les figures VII.2, VII.4, VII.6 et VII.8 précédentes montrent ce type de distribution de taille en cloche. On constate que :

- Les fractions de poudre grossière (850  $\mu\text{m}$ ) diminuent avec le temps de broyage, et cela quelque soit la structure du copeau de départ.
- Similairement, les fractions de poudre fine (<150  $\mu\text{m}$ ), augmentent avec l'augmentation du temps de broyage.
- Les fractions moyennes ( $\approx 300 \mu\text{m}$ ), représentant la majorité de la population de poudre, augmentent avec l'augmentation du temps de broyage.

Ce comportement est logique car la taille moyenne de la poudre obtenue tend à diminuer et à s'homogénéiser à mesure que le broyage progresse. Le tableau ci-dessous récapitule les diamètres moyens des différentes poudres en fonction du temps de broyage appliqué.

Durée de broyage	1h	2h	4h	8h
Structure martensitique	579,13	540.64	473.59	406.2
Structure martensitique revenue à 200°C	483.44	459.17	437.28	429.6
Structure martensitique revenue à 580°C	567.41	540.9	518.97	504.5
Structure ferrito perlitique	644.46	604.21	583.97	555.28

**Tableau VII.22.** Variation du diamètre moyen des différentes poudres en fonction du temps de broyage.



**Figure VII.10.** Variation du diamètre moyen des différentes poudres en fonction du temps de broyage.

La figure VII.10 illustre l'influence du temps sur le diamètre moyen des particules de poudre pour les quatre différentes structures. On remarque alors, qu'elles ont la même allure, elles décroissent plus rapidement durant la première heure de broyage, puisque la pente est plus forte dans l'intervalle de la première heure de broyage. Ceci s'explique par le fait que les copeaux introduits initialement dans la chambre du broyeur sont de taille suffisamment grande pour être pris entre les boulets et parois du broyeur et en subissent l'effet de fracture. Alors qu'au delà de ce temps (1h) de broyage, les copeaux sont déjà transformés en poudre et ne peuvent subir la fracture que dans le cas où les particules sont tassées sous forme d'amas de poudre, ce qui est de moins en moins probable vu la grande vitesse de rotation de la chambre de broyage entraînant les particules dans un mouvement chaotique qui les disperse.

Nous observons que les trois premières courbes sont parallèles montrant ainsi l'effet du durcissement structural imposé aux copeaux par les traitements thermiques appliqués. Ainsi les trois premières courbes sont superposées dans un ordre conforme à la dureté de l'acier qu'elle représente. C'est à dire plus l'acier est dur, plus il est fragile et plus il se désintègre plus facilement donnant des particules de poudre plus fines. Une exception est cependant observée pour l'acier martensitique surtout aux faibles temps de broyage. En effet nous nous attendions à ce que sa courbe représentative soit également parallèle aux autres comme celle que nous avons tracée en pointillés ce qui serait idéal. Cependant les résultats expérimentaux sont immuables et traduisent un comportement de l'acier qu'il faudrait expliquer.

Ainsi, en analysant de près les différentes structures, nous observons que les structures de revenu à 200 et 580 °C sont parsemées de carbures de fer ( $\epsilon$  et  $\gamma$  pour la première et  $Fe_3C$  pour la seconde) particulièrement au niveau des joints de grains. Sachant la nature des carbures qui sont par nature durs mais qui ont une très faible adhérence avec la matrice mère, ce qui provoque inévitablement une fragilité et une friabilité de ces aciers. En revanche, l'acier martensitique bien que très dur lui aussi, mais il est constitué d'aiguilles enchevêtrées solidaires les unes des autres.

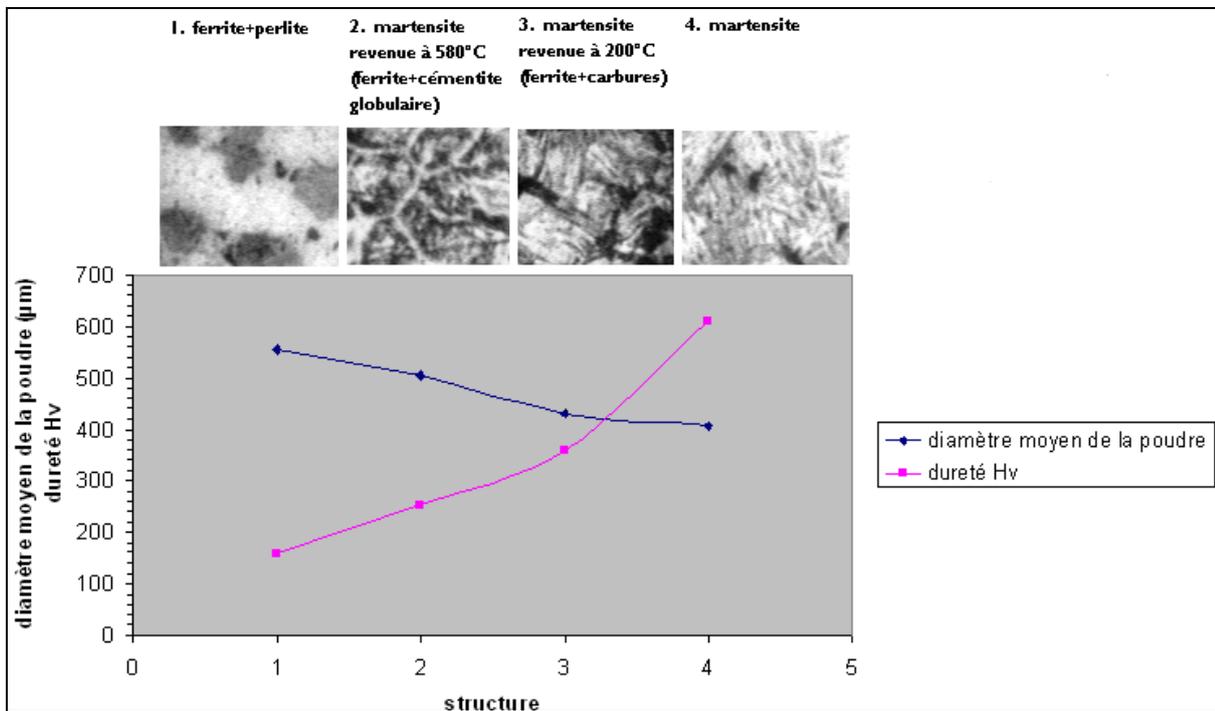
Nous pouvons ainsi dire que la solidarité des aiguilles martensitiques l’emporte sur la mauvaise adhérence des carbures surtout aux faibles temps de broyage. En effet au début du broyage, les chocs subis par les copeaux, désintègrent facilement les copeaux riches en carbures, tandis que les copeaux riches en martensite résistent et encaissent les chocs à cause de la solidarité mutuelle. Et ce n’est qu’après 8 heures de broyage lorsque l’acier est fortement disloqué et écroui que cette solidarité des aiguilles martensitiques est vaincue donnant une poudre plus fine.

**VII.3.2. Influence de la structure sur la dureté et la taille moyenne des particules Poudres**

Le tableau ci-dessous regroupe les duretés des aciers après traitements thermiques, ainsi que les diamètres moyens des particules de poudre après un broyage de 8 heures. Pour mieux montrer l’interdépendance entre la structure et l’aptitude au broyage, nous rassemblons les résultats des deux mesures (dureté et diamètre moyen) dans la **figure VII.11** qui montre deux courbes de tendance inverses.

Structure	1	2	3	4
Diamètre	555.28	504.5	429.6	406.2
Dureté Hv	159.42	252.55	360.2	609.85

**Tableau VII.23.** Variations de la dureté de l’acier et du diamètre moyen de la poudre en fonction des structures imposées.



**Figure VII.11.** Variations du diamètre moyen de la poudre et de la dureté Hv en fonction de la structure de l’acier.

### VII.3.2.1. Influence de la structure de l'acier sur la dureté

La structure martensitique présente la dureté la plus élevée (609 Hv). Cette dureté considérable connue des aciers trempés est due aux interfaces, aux dislocations, aux interstitiels de carbone et à la formation d'amas de carbone qui ancrent les dislocations (début d'évolution de la martensite au cours de la trempe du fait d'une température  $M_s$  relativement élevée (350°C), comme cela a été expliqué en détail dans la partie théorique.

La structure martensitique revenue à 200°C présente une dureté de 360 Hv, car la martensite revenue à cette température contient encore une forte densité de dislocations et une fine dispersion de carbures de type ( $\epsilon$ ). Ces fines particules de précipités dispersées dans la matrice sont des zones enrichies en atomes de carbone dissous, formant des petits amas en forme d'aiguilles responsables du durcissement puisqu'ils provoquent le blocage des plans de glissement des dislocations.

La structure revenue à 580°C présente une dureté d'environ 252 Hv. Bien que cette structure soit constituée de cémentite présentant une dureté assez élevée, à cette température de revenu, les grains grossissent et la cémentite même fine est coalescée ; ce qui provoque la diminution de la dureté.

En revanche, La structure ferrito-perlitique présente la dureté la plus faible de l'ordre de 159 Hv. Cette structure est presque 4 fois moins dure que la martensite, car elle est constituée de perlite et de ferrite qui sont de duretés moindres comparées aux duretés des autres structures constituées de cémentite, carbures, ou martensite. Vu la relation de cause à effet entre la structure et la dureté induite d'une part et la taille des particules de poudre d'autre part, il est attendu que les structures les plus dures produiront les poudres les plus fines, tandis que les plus ductiles produiront les poudres les plus grossières pour les mêmes conditions de broyage appliquées.

### VII.3.2.2. Influence de la structure sur la taille des particules

On sait qu'après un temps de broyage, les particules individuelles se déforment à un point où commencent à s'initier des fissures au niveau des joints de grains, qui se propagent pour finalement fracturer les particules. La désintégration des copeaux s'effectue d'abord au niveau des joints de gains, car ceux-ci sont considérés comme des imperfections et sont donc le siège de concentration de contraintes. On sait par ailleurs qu'un grain est un monocristal, et en tant que tel, sa résistance aux chocs (résilience) est très grande. Par contre, un joint de grain est un défaut structural qui marque un changement d'orientation durant la croissance des germes. Donc, durant le broyage mécanique, vu la faiblesse (basse cohésion) des interfaces, il est attendu que la concentration de contraintes s'effectue au niveau des interfaces. Lorsque cette contrainte atteint un seuil critique, la rupture du matériau devient inévitable.

Cette fissuration est notamment encouragée par la présence de dislocations dans le matériau, ce qui facilite sa propagation et finalement la fracture. Dans cette étude, on sait que le matériau le plus disloqué est la martensite suite à son élaboration par trempe. Comme rapporté dans la partie bibliographique, la martensite se forme par cisaillement ce qui induit la formation de fortes densités de dislocation dans le matériaux trempé. La dureté qui en résulte fragilise fortement le matériaux en diminuant dramatiquement sa résilience c'est à dire sa résistance aux chocs, d'où l'obtention d'une poudre plus fine pour cette structure surtout pour les longues périodes de broyage.

Par ailleurs, les revenus font diminuer la limite élastique après trempe car ils font augmenter la taille des grains en favorisant la disparition des dislocations. Plus le revenu est long ou chaud moins on aura de dislocations et plus le grain sera grand. Ce qui explique que la taille des particules des échantillons N°02 (martensite revenue à 200°C) et N°03 (martensite revenue à 580°C), ait varié proportionnellement à leurs températures de revenu.

Par ailleurs, Suite à son refroidissement lent dans le four, la structure ferrito-perlitique est mécaniquement la structure la plus ductile, la plus malléable, la moins dure et la moins fragile avec en plus le grain le plus grand. Par conséquent, durant le broyage, les copeaux qui ont cette structure nécessiteront plus de temps pour s'écrouir et durcir. Donc placés dans les mêmes conditions de broyage que les autres structures, ils présenteront des tailles de particules plus grandes.

### VII.3.3. Influence de la structure sur la fraction fine

La fraction fine représente les particules dont la taille est inférieure à la plus petite ouverture des tamis ( $150\mu\text{m}$ ), et qui sont retenues par l'assiette. Son étude est très importante car elle détermine l'influence de la microstructure initiale sur la fraction de poudre de taille très fine obtenue, et qui est extrêmement recherchée dans certaines applications industrielles comme : l'industrie chimique, mécanique, pharmaceutique et électronique. L'influence de la structure sur la fraction fine est illustrée dans la **figure VII.12** ci-dessous. A partir de la courbe, on constate que la masse de la fraction fine est la plus grande pour la structure martensitique, qu'elle baisse pour les structures revenues de façon inversement proportionnelle à la température de revenu, et qu'elle est la plus petite pour la structure ferrito-perlitique. Tel qu'il a été montré précédemment, au bout de 8h de broyage, c'est la martensite qui présente la taille moyenne de poudre la plus fine et qui est donc la plus broyable, suivie par la martensite revenue à  $200^{\circ}\text{C}$ , la martensite revenue à  $580^{\circ}\text{C}$  et enfin la structure ferrito-perlitique. C'est ce qui explique les masses des fractions fines obtenues aux différentes structures proportionnelles à leur broyabilité.

Structure	1	2	3	4
Fraction fine (g)	0.1	0.6	0.8	0.98

**Tableau VII.24.** Masse de la fraction fine en fonction de la structure de l'acier.

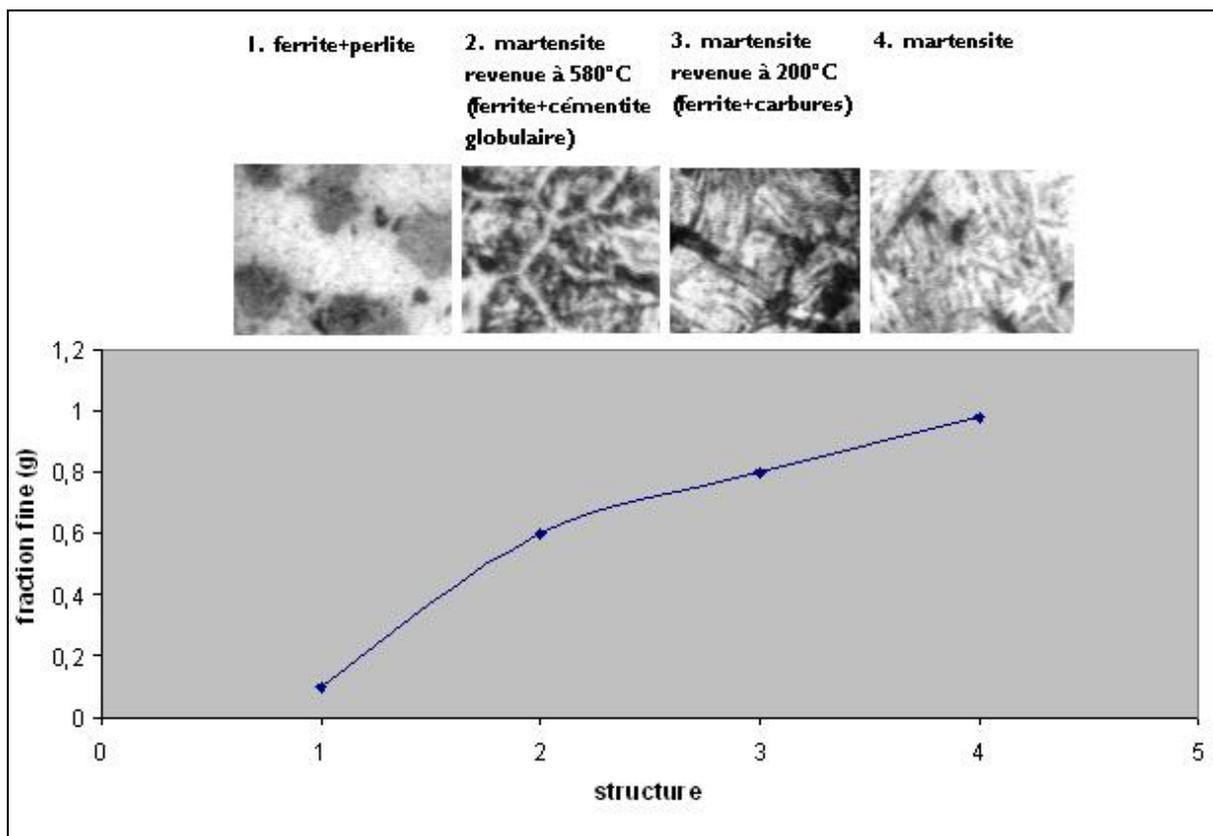


Figure VII.12. Variation de la fraction fine en fonction de la structure de l'acier.

### VII.3.4. influence du type de broyeur utilisé sur la taille des particules de poudre

Afin de comparer la taille des poudres issues du broyeur à boulets à celle des poudres issues du broyeur à lames à percussion, nous avons utilisé les données obtenues lors d'une précédente étude [39] de broyage de copeaux de structure ferrito-perlitique dans un broyeur à lames à percussion. Les résultats de ce broyage sont donnés dans le **tableau VII.25** ci-dessous. Pour ce qui est des résultats de broyage dans un broyeur à boulets, on utilisera les résultats obtenus précédemment lors du broyage de la structure ferrito-perlitique qui sont données dans le **tableau VII.26** ci-dessous. Les résultats de cette comparaison sont donnés dans la courbe de la **figure VII.13** ci-dessous.

Notons que dans le cas du broyage dans le broyeur à boulets, la taille initiale des copeaux est de 977  $\mu\text{m}$  et que dans le cas du broyage dans le broyeur à lames à percussion, elle n'est que de 318  $\mu\text{m}$ . Cependant, il a été démontré lors d'études antérieures par Ourahmoun [35], que l'influence de la taille initiale des copeaux sur le produit broyé était négligeable. Cette comparaison des tailles des poudres issues de deux broyeurs différents reste donc rationnelle même si l'on démarre de copeaux de tailles différentes.

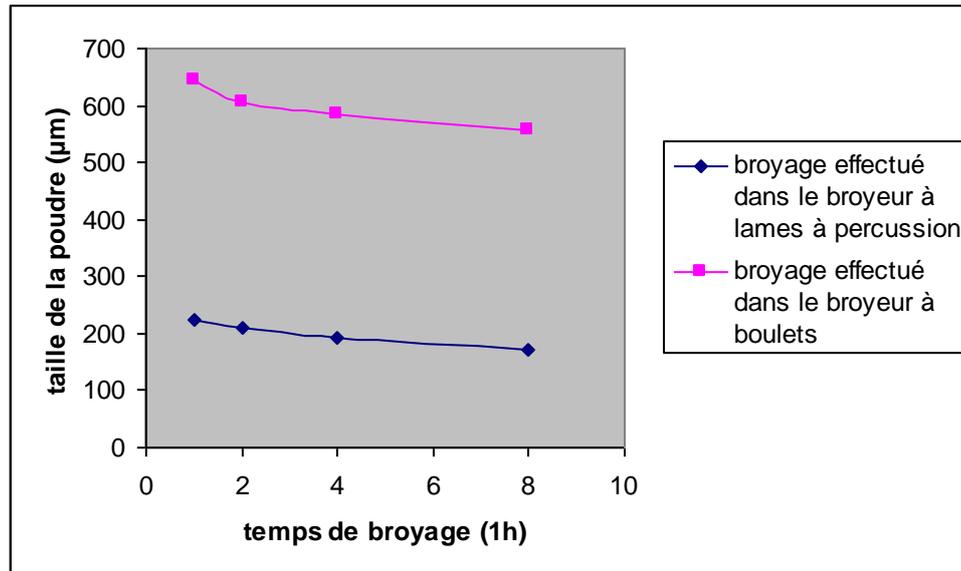
Temps de broyage	1h	2h	4h	8h
Diamètre moyen de la poudre ( $\mu\text{m}$ )	224	210	194	171

Tableau VII.25. Variation du diamètre moyen de la poudre élaborée dans un broyeur à lames à percussion en fonction du temps de broyage. [39]

Temps de broyage	1h	2h	3h	4h
Diamètre moyen de la poudre ( $\mu\text{m}$ )	644	604	583	555

**Tableau VII.26.** Variation du diamètre moyen de la poudre élaborée dans un broyeur à boulets en fonction du temps de broyage.

Les données de comparaison issues des tableaux VII.25 et VII.26 sont utilisées dans la figure ci-dessous pour mieux illustrer cette influence pour les deux méthodes d'élaboration.



**Figure VII.13.** Influence du type de broyeur utilisé sur la taille de la poudre en fonction du temps de broyage.

D'après cette figure, nous constatons que pour les mêmes conditions de broyage, la taille moyenne des particules de poudre élaborées dans un broyeur à percussion est d'un ordre de grandeur 3 fois plus fine que celle élaborée dans un broyeur à boulets. La raison réside dans le nombre et l'intensité des chocs reçus par les particules dans un même cycle.

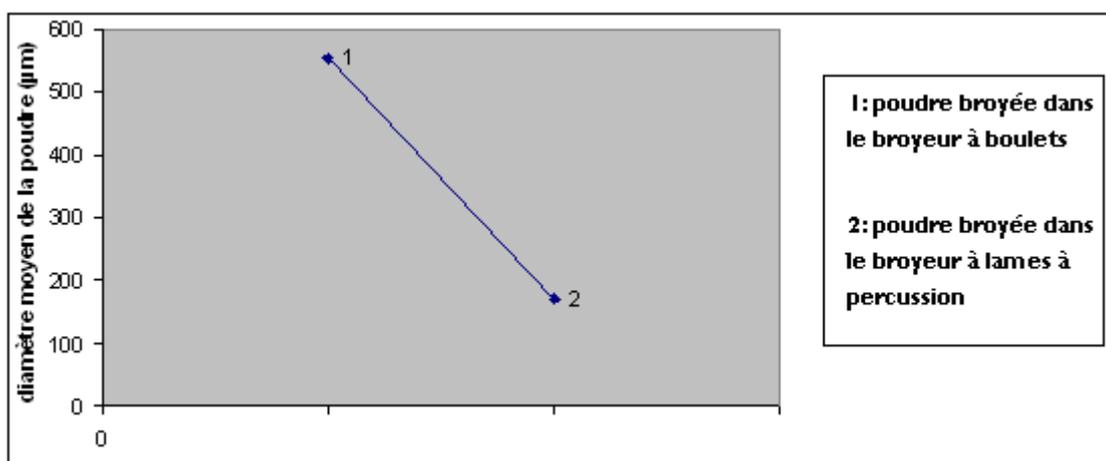
En effet, dans le cas du broyeur à lames à percussion, les phénomènes qui interviennent pendant le broyage sont :

- le cisaillement, qui a lieu dès la première heure de broyage. C'est le mécanisme dominant du broyage durant cette période car la taille des particules est assez grossière. Elle est plus grande que l'écartement entre les outils fixes et les outils mobiles, ce qui a comme conséquence de réduire rapidement la taille par cisaillement.
- la percussion, où les particules de poudre issues du cisaillement sont projetées à grande vitesse par les outils mobiles contre les outils fixes et les parois de la chambre. Ce micro-foreage par percussion à froid subi par les particules, provoque leur écrouissage puis une initiation et une propagation des fissures qui conduit ultimement à leur pulvérisation.
- l'attrition, qui est également un mécanisme important qui participe à l'affinage des particules, a lieu pendant toute la durée du broyage. C'est un mécanisme qui résulte du frottement inter-particules.

En plus de l'action combinée du cisaillement des copeaux, du micro forgeage et de l'attrition qui ont lieu tous en même temps dans la chambre de broyage, s'ajoute l'action de la grande vitesse de rotation (2000 tr/min), et celle de la charge broyante sous forme d'outils aigus. Ce qui conduit automatiquement à des poudres extrêmement fines,

En revanche, dans un broyeur à boulet, seul le phénomène d'impact intervient pour provoquer l'écrasement et la fracture des copeaux, ajouté à cela, la vitesse de rotation n'est que de 50 tr/min, et sachant la forme arrondie (donc moins tranchante) des boulets, cela implique un nombre de chocs moindre et moins violents reçus par les copeaux, en plus de l'absence totale de l'action de cisaillement. Combinées ensemble, ces raisons ne peuvent conduire qu'à l'obtention d'une poudre grossière comme cela a été révélé par la présente étude.

La **figure VII.14** ci-dessous, présente une comparaison en terme de diamètre moyen des particules pour les deux broyeurs pour des conditions précises de broyage (structure ferrito-perlitique et 8 heures de broyage).

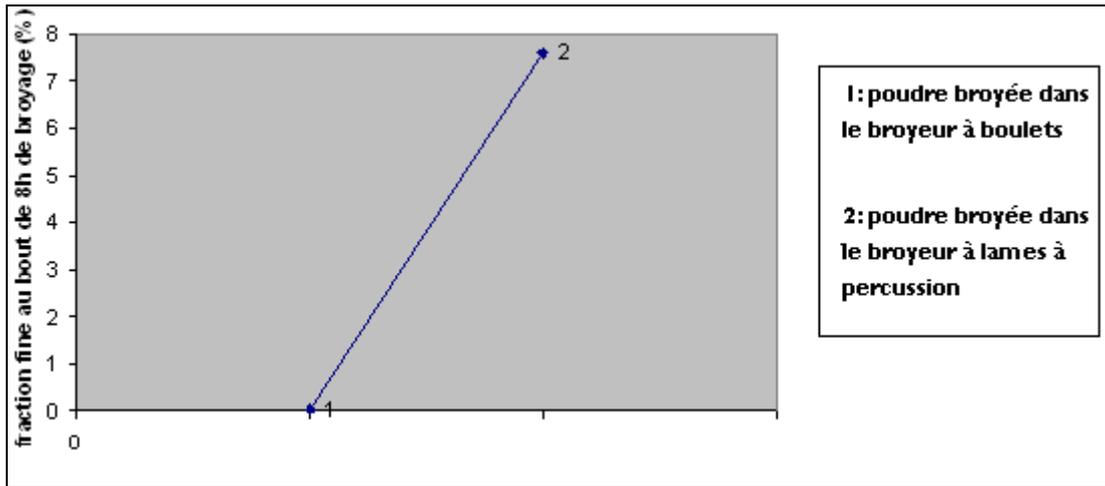


**Figure VII.14.** Influence du broyeur utilisé sur la taille de la poudre au bout de 8h de broyage.

On constate aisément que le broyeur à lames à percussion permet d'obtenir des tailles de poudre largement plus fines que celles obtenues avec le broyeur à boulets. Ceci est confirmé par la comparaison de la fraction fine dans le cas des deux broyeurs illustrée par les données du **tableau VII.27** et tracée dans la **figure VII.15** ci-dessous.

Type du broyeur	Broyeur à boulets	Broyeur à lames à percussion
Fraction fine au bout de 8h de broyage (%)	0.05	7.60

**Tableau VII.27.** Variation de la fraction fine selon le broyeur utilisé.



**Figure VII. 15.** Variation de la fraction fine selon le broyeur utilisé. Structure ferrito perlitique, broyée pendant 8 heures.

La masse de la fraction fine peut être considérée comme étant le rendement de l'action de broyage. Donc s'il faut optimiser le procédé, nous préconisons de broyer des copeaux d'acier à structure martensitique en utilisant un broyeur à percussion à haute énergie et grandes vitesses de rotation pendant des temps de broyage allant jusqu'à 8 heures. Car ce sont là les conditions qui donnent les fractions fines les plus importantes avec les tailles de particules les plus fines.

## CONCLUSION GENERALE

Le principal but du présent travail, est d'étudier l'influence d'un traitement thermique de durcissement, sur la taille des particules de poudre, obtenues par broyage mécanique, à partir de copeaux d'usinage d'un acier mi-dur. A l'issue de cette étude et des résultats obtenus, nous pouvons tirer les conclusions suivantes :

1. la taille des particules de poudre élaborée est directement influencée par la dureté des copeaux broyés, de sorte que plus cette dureté augmente, plus fine est la taille de la poudre. Cette dureté, dépend bien entendu, de la structure, à savoir, les types de phases formées après trempe et revenus et leurs tailles des grains.
2. Par comparaison, la poudre issue d'un broyage dans un broyeur à lames à percussion est d'avantage plus fine que celle issue d'un broyage dans un broyeur à boulets.
3. Le broyage des copeaux d'acier à structure martensitique en utilisant un broyeur à percussion à haute énergie et grandes vitesses de rotation pendant des temps de broyage allant jusqu'à 8 heures sont les conditions qui donnent les fractions fines les plus importantes avec les tailles de particules les plus fines.
4. Dans les études précédentes, on a varié plusieurs paramètres (le milieu de broyage, la masse initiale des copeaux à broyer, le temps de broyage, la vitesse de broyage,...). Cette fois ci on a introduit la structure comme paramètre principal, que l'on peut contrôler selon le traitement thermique de durcissement effectué. Ce qui nous permet de conclure que l'on peut contrôler la taille des particules de poudre par une combinaison de plusieurs paramètres externes liés au broyeur et internes liés au matériau et à sa structure.
5. Lors des premières heures de broyage, ce sont les structures de martensite revenue (agrégat ferrite, carbures ou agrégat ferrite, cémentite) qui sont les plus fines, bien que moins dures que la martensite, et ce, suite à la dispersion de leurs carbures ou cémentite au niveau des joint de grains. Cependant, la martensite elle, est constitué d'aiguilles enchevêtrées solidaires les unes des autres. Cependant la taille moyenne des particules reste toujours influencée par la dureté de la structure, la finesse du grain structural de la phase et des conditions favorables de broyage comme le temps, et la vitesse notamment.

## PERSPECTIVES

Les traitements thermiques de durcissement effectués dans cette étude, ont permis la fragilisation des copeaux, et donc, l'obtention d'une poudre d'avantage plus fine. Ceci dit, cette dernière pourrait être difficile à compacter suite à sa dureté importante due à l'écrouissage. On préconise alors pour les prochains travaux de :

- Effectuer des essais de compressibilité de la poudre issue des copeaux ayant subi les traitements thermiques de durcissement par trempé et revenus.
- Effectuer une analyse par microscopie électronique de l'état de surface des particules de la poudre après broyage, afin d'étudier sa rugosité.
- Etudier les différents moyens permettant la désoxydation de cette poudre après broyage, pour son éventuel compactage.
- Effectuer les différents traitements thermiques de recuit visant à adoucir cette poudre et lui rendre sa structure ferrito-perlitique initiale, afin de faciliter sa mise en forme par compactage.
- Etudier ensuite, la frittabilité de ces poudres.

Par ailleurs, la comparaison des tailles des poudres issues du broyeur à boulets, à celle des poudres issues du broyeur à lames à percussion, pour une même structure ferrito-perlitique, a permis de démontrer que les poudres issues du broyeur à lames à percussion étaient d'avantage plus fines que celles issues du broyeur à boulets utilisé dans notre travail. On préconise donc, pour les prochains travaux :

- Une étude de la broyabilité d'un acier mi-dur ayant subi ces mêmes traitements thermiques de durcissement par trempé et revenus, mais en utilisant un broyeur à lames à percussion.
- Une étude des différents domaines d'utilisation des poudres ayant subi des traitements thermiques de durcissement issues d'un broyage effectué d'une part, dans un broyeur à boulets et d'une autre part dans un broyeur à percussions.

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] **D.Bouvard**, « Métallurgie des poudres », Edition Hermes Science, Paris, 2002, pp 17-29.
- [2] **M.Senna, H.Kuno**, « Polymorphic transformation of PbO by isothermal wet ball milling », J. Am. Cerwn. Soc, Vol 54 N°5, May 1971.
- [3] **J.Philibert, A.Vignes, Y.Bréchet, P.Combrade**, « Métallurgie du minerai au matériau » 2<sup>ème</sup> édition, Dunod, Paris, 2002.
- [4] **A.A, Griffith**, Trans. Roy. Soc. Lond, Vol A221, 1921, p 163.
- [5] **J.J, Gilvarry, B.M, Borgstrom**, « Fracture and communiton of brittle solids » AIME Tranc, vol 220, 1961, p 380.
- [6] **M. Grafoute**, « Etude des propriétés structurales et modélisation de poudres nanostructurées de fer obtenue par broyage mécanique », thèse doctorat, université de Maine, 2004.
- [7] **A. Kwade**, « Determination of the most important grinding mechanism in stirred media mills by calculating stress intensity and stress number », powder Technology, 105, 1999, pp 382-388.
- [8] **H.G, Domazer**, « New milling process for fine grinding of powder alloys in a gaz-tight attrition mill », Powder Metall. Int, Vol 10 N°3, 1978, p 150.
- [9] **S.Galdeano**, « Influence des conditions de broyage sur la distribution de nano-particules magnétiques (Fe, Co) dans une matrice de cuivre », thèse doctorat université de paris 7, 2001.
- [10] **R.Hogg, A.J.Dynys**, « Fine aggregated powders », Powder Technology, 122, 2002, pp 122-128.
- [11] **G.Y.Chin**, « Advances in Powder Technology », American Society for Metals, 1981, p5.
- [12] **C.Chaussin; G.Helly**, « Elaboration des métaux », Ed dunod, Tome 2, 1984.
- [13] **A.J.Yule, J.J.John**, « Atomization of Metals for Powders Production and Spary Deposition », Oxford University Press, 1994.
- [14] **Richardson, F.D, Jeffes, H.H.E**, « The Thermodynamique of Substances of Insert in Iron and Steel making from 0°C To 2400°C, Journal of the Iron and Steel Institute », Vol 160, 1984, p 261.
- [15] **R. Kieffer ; W. Hotop**, Fer et Acier Frittés, Ed dunod, 1959.
- [16] **R.MEYER**, « Poudres Métalliques, Techniques de l'ingénieur », Fasc. M862, 2003.
- [17] **C.Suryanarayana**, « Non-equilibrium processing of materials », Pergamon Press, Oxford, 1999.
- [18] Metals Hand Book, Ed 9, Vol 7, p 25.
- [19] **G.Cizeron**, « La revue de Métallurgie/Science et Génie des Matériaux », Mai 1994, pp 392-683.
- [20] **Rose, E.Sullivan, R.M.E**, « A Treastise on the internal Mechanics of Ball, Tube, and Rod Mills », Chemical Publishing Co, New York, 1958.
- [21] U.S. Patent 4 172 720, Oct 1979.
- [22] British Patent 1 224 736, Jan 1969.
- [23] **Seelig.P.R, Wulff.J**, « The Pressing Operation in the Fabrication of Articles by Powder Metallurgy », Trans. Aime, Vol 166, pp 492-500, 1946.
- [24] **A. Kasser**, « Cours de Métallurgie des Poudres », 2007.
- [25] Particle size and size distribution, Metals Handbook, Vol 07, pp 214-232.
- [26] **T. Alain**, « Particle size measurement, vol 1 : powder sampling and particle size measurement », 5ème edition, Chapman and Hall, USA, 1997.
- [27] **T. Allen**, « Etude des structures : Granulométrie », Techniques de l'ingénieur, Vol. {PII}, P1044, 1988.

- [28] **R. OURAHMOUNE, Dr.A.Kasser**, « Elaboration et Caractérisation d'une Poudre d'Acier obtenue par Broyage Mécanique des Copeaux d'Usinage », Mémoire de Magistère, ENP, 2004, pp 33-66.
- [29] **R. M. Germain**, « Powder Metallurgy sciences », Second Edition, MPIF, Princeton, USA, 1994.
- [30] **M.F.Ashby, D.R.Jones**, « An Introduction to Microstructures, Processing and Design ». Butterworth Heinemann edition, 1999, pp 123-128.
- [31] **J. Barralis, G. Maeder**, « Précis de Métallurgie, Elaboration, Structures-Propriétés et Normalisation, 5<sup>ème</sup> édition », AFNOR, Paris, Avril 1990, pp 71-91.
- [32] **A.Roos, B.Millet**, « Précis de Métallurgie Appliquée, 3<sup>ème</sup> édition », Technique et Documentation (Lavoisier), 1982.
- [33] **G.Murry** « Techniques de l'Ingénieur », 1990, M1126, pp 2-20.
- [34] **N.Bouaouadja**, « matériaux tome 1 », office des Publications universitaires, 1992, pp 217-221.
- [35] **R.Ourahmoune, Dr.A.Kasser**, « Conception et réalisation d'un broyeur à lames et élaboration d'une poudre de bronze », Thèse PFE, ENP, 2003, pp 85-87.
- [36] **Harris, C.C**, « On the limit of Communiton », Trans. Soc. Mining eng, March 1967, pp 17-30.
- [37] **L.Habarkan, J.L.Brouwer**, « Base de la Métallographie », p 25.
- [38] **F.mernache, Dr.A.Kasser**, « Etude de la frittabilité des poudres d'un acier mi-dur obtenues par broyage mécanique », Mémoire de magistère, ENP, 2007, p 98.
- [39] **H.Boulainine, Dr.A.Kasser**, « Influence d'un traitement thermique préalable sur la broyabilité d'un acier mi-dur », Mémoire de PFE, ENP, 2007, p 42.