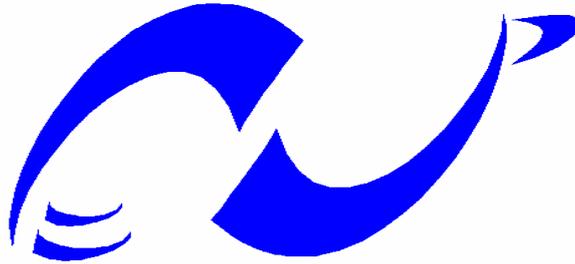


REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère d'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
Ecole Nationale Polytechnique

DEPARTEMENT DE METALLURGIE

Mémoire de fin d'études

Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Métallurgie

Thème :

**COMPACTAGE ET FRITTAGE D'UNE POUDRE
D'ALUMINIUM OBTENUE PAR BROUAGE
MECANIQUE**

Proposé et dirigé par : Mr A.DAIMELLAH

Etudié par : Mr Sofiane. DJERAF

2005 /2006

Dédicaces

Ce travail est dédié :

- *A ma mère et à la mémoire de mon père*
- *A mes chers frères et soeurs*
- *A tous mes amis*
- *A tous mes collègues*
- *ET a tous ceux qui m'ont aidé de près ou de loin.*

Remerciements

Qu'il me soit permis de remercier et d'exprimer ma profonde gratitude en premier lieu à Mr. DAIMELLAH mon promoteur, pour m'avoir confié un travail aussi intéressant et pour ses conseils, ses encouragements et son suivi attentif.

Que monsieur le président du jury, trouve ici mes remerciements pour m'avoir fait l'honneur de présider mon jury et que les membres du jury trouvent ici l'expression de ma profonde gratitude.

Je remercie tous ceux et celles qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

ملخص

في هذه الدراسة، قمنا بإعداد و تحديد مميزات مكبوس الألمنيوم بطريقة تعدينية باستعمال المسحوقات. هذه الطريقة تتركب من ثلاث عمليات أساسية : تحديد مميزات الحبيبات ،التصليب على البارد ثم التلييد و قد حاولنا إعداد هذا المكبوس مع أفضل المميزات الممكنة، و ذلك بتغيير القطر المتوسط للحبيبات بالإضافة إلى تغيير ضغط التصليب و زمن التلييد.

المفاتيح : التعدين باستعمال المسحوقات، الألمنيوم ، تحديد مميزات المسحوقات ، التصليب، التلييد.

RESUME

Dans cette étude, nous avons élaboré et caractérisé un comprimé d'aluminium par le procédé de fabrication usuel de la métallurgie des poudres. Ce procédé comprend trois opérations essentielles : la caractérisation de la poudre, le compactage à froid et le frittage.

Nous avons essayé de traduire le comportement du comprimé d'aluminium ou cour du compactage et du frittage, en faisant varier la taille moyenne des particules, la pression du compactage, et le temps de frittage.

Mots clés : métallurgie des poudres, aluminium, caractérisation de poudre, compactage, frittage.

ABSTRACT

In this study, we have worked and characterized an aluminum tablet by the usual manufacturing process of the metallurgy of the powders. This involves three essential operations: characterization of the powder, Cold compaction, controlled sintering.

We tried to translate the behaviour of compressed of aluminium or court of the compaction and sintering, while varying the average size of the particles, the pressure of the compaction, and the time of sintering.

Key words: metallurgy of the powders, aluminum, characterization of powder, compaction, sintering.

LISTE DES SYMBOLE ET DES UNITÉS

Symboles	Signification	Unité
v	Vitesse de précipitation	$m \cdot s^{-1}$
g	Accélération de la pesanteur	$m \cdot s^{-2}$
d	Densité	$gr \cdot cm^{-3}$
d_a	Densité apparente	$gr \cdot cm^{-3}$
μ	Viscosité du fluide	Poiseuille
D	Diamètre	m
V	volume	m^3
m	Masse de poudre	g
X	Fraction massique de poudre	%
P	Pression	MPa
R	Résistance de l'aggloméré	$MN \cdot m^{-2}$
R_0	Résistance du matériau dense	$MN \cdot m^{-2}$
H	Hauteur	m
W	Travail	J
S	Surface	m^2
γ	Tension de surface	$J \cdot m^{-2}$
T	Température	°C
t	Temps	s
ρ	Densité relative	%
ε	Porosité fractionnelle	%
Φ_m	Taille de diamètre moyen des poudres	μm

SOMMAIRE

Partie I : REVUE BIBLIOGRAPHIQUE.

INTRODUCTION GENERALE.....	01
CHAPITRE I : PRODUCTION ET CARACTERISATION DES POUDRES.....	03
I.1 PRODUCTION DES POUDRES METALLIQUES.....	03
I.1.1 Procédé physique.....	03
I.1.2 Procédé mécanique.....	04
I.1.3 Procédé chimique.....	05
I.1.4 Procédé électrolytique.....	06
I.2 CARACTERISATION DES POUDRES.....	07
I.2.1 L'échantillonnage.....	07
I.2.2 Tests chimiques.....	07
I.2.3 Analyse granulométrique.....	08
a) Caractérisation par tamisage	08
b) Caractérisation par sédimentation.....	08
c) Caractérisation par microscopie.....	09
I.2.4 Caractérisation de la forme des particules.....	10
I.2.5 Compressibilité	10
I.2.6 Coulabilité et densité apparente.....	11
CHAPITRE II : COMPACTAGE.....	12
II.1 INTRODUCTION.....	12
II.2 TECHNIQUE DE COMPACTAGE.....	12
II.2.1 Compactage axial à simple et double action.....	12
II.2.2 Compactage isostatique.....	14
II.2.3 Autres techniques de compactage.....	14
a) Laminage des poudres.....	14
b) Le moulage par injection.....	15
c) Extrusion à froid.....	15
II.3 MECANISME DE COMPACTAGE.....	16
II.3.1 Distribution des contraintes et de la densité.....	16

II.4	RELATION ENTRE LES PARAMETRES DE COMPACTAGE.....	17
II.4.1	Densité-pression	17
II.4.2	Résistance-densité.....	18
II.4.3	Résistance-pression de compactage.....	19
II.4.4	Influence des caractéristiques des poudres.....	19
	CHAPITRE III : FRITTAGE.....	20
III.1	INTRODUCTION.....	20
III.2	FORCE MOTRICE LORS DU FRITTAGE.....	21
III.3	MECANISME DU FRITTAGE.....	21
III.3.1	Evaporation-condensation (ou sublimation).....	21
III.3.2	Diffusion superficielle.....	22
III.3.3	Diffusion en volume	22
III.3.4	Ecoulement plastique	22
III.3.5	Phénomènes chimiques superficiels	22
III.3.6	Recristallisation	22
III.3.7	Grossissement des grains.....	23
III.4	STADE DE FRITTAGE	23
III.4.1	Stade initial	23
III.4.2	Stade intermédiaire	23
III.4.3	Stade final	23
III.5	FACTEUR INFLUENCANT LE FRITTAGE	24
a)	Le temps	24
b)	La température.....	24
c)	L'atmosphère.....	24
d)	La densité à vert.....	24
	CHAPITRE IV : L'ALUMINIUM.....	25
IV.1	INTRODUCTION.....	25
IV.2	L'ALUMINIUM INDUSTRIEL (Al ≥ 99 %)......	25
IV.3	PROPRIETE DE L'ALUMINIUM	26
IV.3.1	Propriétés physiques.....	26
a)	Propriété atomiques et cristallines.....	26
b)	Densité.....	26
c)	Propriétés thermiques.....	26
IV.3.2	Propriétés mécaniques.....	27
IV.3.3	Propriétés chimiques.....	28

a) Réaction d'oxydation de l'aluminium.....	28
b) Action de l'eau sur l'aluminium.....	29

Partie II : PARTIE EXPERIMENTALE ET RESULTATS

CHAPITRE V : PROCEDURE EXPERIMENTALE.....	30
V.1 INTRODUCTION.....	30
V.2 OBJECTIF OU BUT DE TRAVAIL.....	30
V.3 PRESENTATION DU MATERIAU.....	30
V.4 CARACTERISATION DES POUDRES	31
V.4.1 Séparation granulométrique (tamisage).....	31
V.4.2 Caractérisation de la forme par microscope optique.....	32
V.4.3 calcul de la densité apparente de différente taille de poudre	32
V.5 PREPARATION DES ECHANTILLONS.....	33
V.5.1 Description de la balance utilisée.....	33
V.5.2 La pesée.....	33
V.6 COMPACTAGE DES POUDRES.....	34
V.7 FRITTAGE DES COMPRIMES.....	34
V.8 PREPARATION METALLOGRAPHIQUE.....	36
a) L'enrobage.....	36
b) Le polissage.....	36
V.9 ETUDE METALLOGRAPHIQUE.....	37
CHAPITRE VI : RESULTATS ET INTERPRETATION.....	38
VI.1 INTRODUCTION.....	38
VI.2 CARACTERISATION DES POUDRES.....	38
VI.2.1 Distribution de la taille.....	38
VI.2.2 Forme des poudres	40
VI.2.3 densité apparente.....	41

VI.3 COMPACTAGE DES POUDRES.....	42
VI.3.1 Influence de la pression et de la taille sur la densité.....	42
VI.4 ANALYSE DE LA POROSITE APRES FRITTAGE.....	45
VI.4.1 Influence du temps de frittage sur la porosité.....	45
VI.4.2 Influence de la pression de compactage sur la porosité.....	48
VI.4.3 Influence de la taille des particules sur la porosité.....	50
CONCLUSION GENERALE.....	51
ANNEXE.....	52
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	56

PARTIE I

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

INTRODUCTION GENERALE

La métallurgie des poudres (MDP) constitue l'ensemble des procédés de mise en forme pour l'obtention des semi-produits ou de pièces finies, à partir de poudres métalliques. Les poudres agglomérées généralement par compactage, subissent un traitement thermique par chauffage ou frittage soit à l'état solide, soit à l'état partiellement liquide mais toujours en présence d'une phase solide. De ce fait les produits ainsi obtenus couvrent une grande étendue de propriétés chimiques, physiques, et mécaniques et ce sans encourir de perte de matériau.

Comparable dans son principe à la formation des roches sédimentaires ou à celle des glaciers, la métallurgie des poudres s'est tout d'abord inspirée des techniques millénaires de la céramique, d'où le nom qui lui est également donnée de « céramique métallique ».

Bien qu'appliquée de façon fragmentaire depuis l'antiquité, la MDP a connu ses premières applications à la fin du XIX^e siècle pour la fabrication des filaments en osmium pour lampes à incandescence, mais ce n'est que vers 1930 qu'elle prit un essor industriel avec la fabrication des coussinets autolubrifiants et des carbures pour outils.

Aujourd'hui, l'émergence d'une nouvelle génération de matériaux, tels que les composites, les cermets, les réfractaires, les amorphes, etc. et les exigences des nouvelles technologies de l'espace, de l'automobile et de l'électronique font de la MDP une technologie prometteuse. Son industrie ne cesse de se développer, et a connu durant la dernière décennie une croissance de 7 à 10% par an. Une telle croissance est due essentiellement à l'avantage de cette technique de mise en forme :

- Diminution des pertes de matières premières ;
- Diminution ou élimination de l'usinage ;
- Contrôle précis de la composition et des propriétés physiques et mécaniques ;
- Contrôle précis des dimensions et du fini de surface ;
- Fabrication des pièces complexes ;
- Possibilité de combiner des matériaux qui ne peuvent l'être par d'autres méthodes ;
- Possibilité de remplacer des assemblages de plusieurs pièces par une seule pièce.

Cependant, la MDP comporte certaines limitations. Celles-ci se résument principalement en deux grandes catégories : géométriques et mécaniques.

En effet, le procédé ne permet de presser des pièces que selon un axe, il est donc impossible de faire, par exemple, des filets, ou de trous transversaux. De plus, les pièces ne sont pas denses à 100%, les propriétés mécaniques sont donc affaiblies, ceci peut poser certains problèmes, particulièrement lorsque les pièces sont soumises à des chargements cycliques.

Le processus habituel de mise en œuvre de la métallurgie des poudres comporte essentiellement 4 opérations :

1. Production des poudres : plusieurs méthodes ont été développées, parmi elles, on peut distinguer :
 - les méthodes physiques ;
 - les méthodes mécaniques ;
 - les méthodes chimiques ;
 - les méthodes électrolytiques.
2. Caractérisation des poudres ;
3. Mise en forme de ces poudres par compactage ;
4. Et chauffage du comprimé à haute température inférieure à la température de fusion sous atmosphère contrôlée pour déclencher les opérations de diffusion, cette opération est appelé « FRITTAGE ».

On aura à la fin un produit poreux ou dense selon les conditions.

Pour cerner les différentes facettes de MDP, nous avons introduit dans la partie bibliographique cinq chapitres. Après l'introduction, le chapitre (I) présente les différentes méthodes de production des poudres, ainsi leurs caractérisations. Le chapitre (II) parle de compactage durant le quel se fait la majeure partie de la densification. Le frittage fait l'objet de chapitre (III). En guise d'introduction à la partie expérimentale, le chapitre (IV) est réservé à l'aluminium.

Dans notre réalisation nous avons étudié le comportement d'une poudre d'aluminium obtenue par broyage mécanique pendant le frittage. Nous avons essayé de voir l'influence des principaux paramètres, tels que : la taille des poudres, la pression du compactage, et le temps du frittage, sur le processus de densification, ainsi que sur la microstructure qui en résulte. Les résultats sont présentés et discutés dans le chapitre (VI).

Nous terminons ce travail par une conclusion générale inspirée des expériences réalisées.

CHAPITRE I

PRODUCTION ET CARACTERISATION DES POUDRES

I.1 PRODUCTION DES POUDRES METALLIQUES

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

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

I.1.1 Procédé physique

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

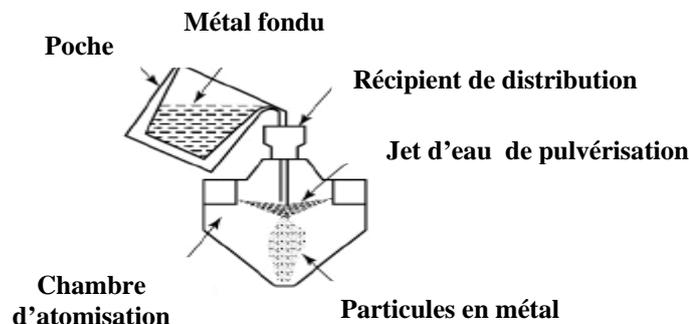


Figure I.1 : Vue schématique d'un atomiseur [2]

Un autre procédé de production des poudres est la méthode de l'électrode tournante, qui consiste à fusionner par un arc électrique le bout frontal d'une barre métallique tournant à grande vitesse (environ 200 tr/min) [4]. Ainsi, sous l'action des forces centrifuges inculquées à la barre, le métal liquide est désintégré puis projeté dans l'espace dans un plan vertical, circulaire et perpendiculaire à la barre. Ainsi, les gouttelettes liquides se solidifient dans l'atmosphère contrôlée de la chambre donnant une poudre à particules sphériques de surface lisse et libre de toute porosité. Cette méthode est utilisée pour la production des poudres hautement alliées. L'écart de taille entre les particules est très faible. Ce procédé a été conçu et développé par la compagnie américaine *Whittaker Nuclear Metal Division* [3]. La technique est montrée schématiquement dans la figure ci-dessous :

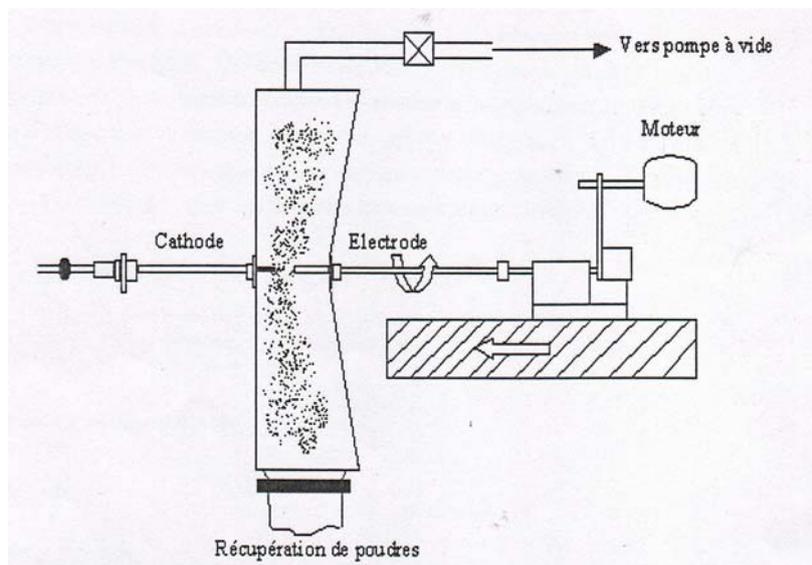


Figure I.2 : Pulvérisateur à électrode tournante [3]

I.1.2 Procédé mécanique

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

Les broyeurs à mâchoires, à marteaux et à cylindres sont très utilisés pour le broyage grossier. Le broyage fin suit fréquemment le concassage préliminaire, car celui-ci donne rarement une poudre immédiatement utilisable [4]. Deux principaux procédés de broyage sont importants :

- Le procédé Marco Mesh

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

- Le procédé Cold Stream

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

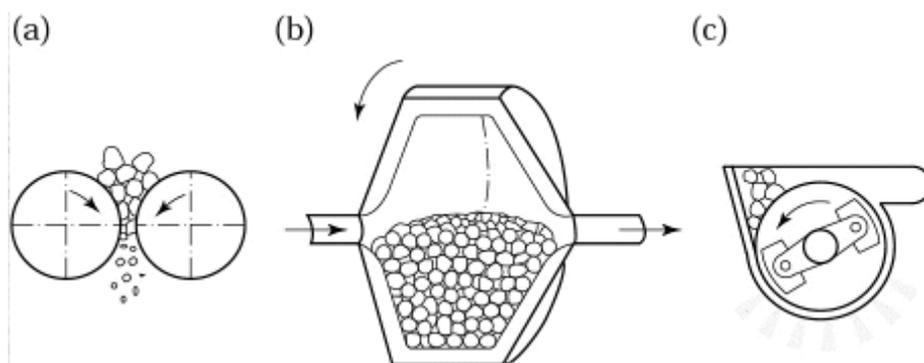


Figure I.3 : Exemple de broyeurs [6].

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

I.1.3 Procédé chimique

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

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

séparation magnétique et recuit réducteur fournit une poudre de taille allant de 10 à 150 μm [8].

Le procédé de décomposition des métaux carbonyles est utilisé pour la préparation des poudres de fer et de nickel très pures. Ces carbonyles liquides à bas point d'ébullition [43 °C pour $\text{Ni}(\text{CO})_4$ et 103 °C pour $\text{Fe}(\text{CO})_5$], se forment en faisant passer de l'oxyde de carbone sous une pression de 200 bars sur le métal. La décomposition du carbonyle à la pression atmosphérique entre 200 et 300 °C, fournit une poudre à particules sphéroïdales dont la taille varie entre 1 et 50 μm [8].

I.1.4 Procédé électrolytique

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

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

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

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

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

I.2 CARACTERSATION DES POUDRES

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

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

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

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

I.2.1 L'échantillonnage

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

I.2.2 Tests chimiques

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

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

I.2.3 Analyse granulométrique

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

L'analyse granulométrique s'effectue par divers procédés. Lorsque les dimensions des grains sont grandes (40 à 500 microns), on utilise une série de tamis. Pour les grains fins (1 à 40 microns), on peut dénombrer les particules au microscope ou employer des procédés basés sur la formule de Stokes (sédimentation : chute libre; chute dans une colonne liquide ou gazeuse animée d'un mouvement ascendant uniforme) [2].

a) Caractérisation par tamisage

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

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

b) Caractérisation par sédimentation

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

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

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

Où

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

c) Caractérisation par microscopie

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

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

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

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

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

I.2.4 Caractérisation de la forme des particules

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

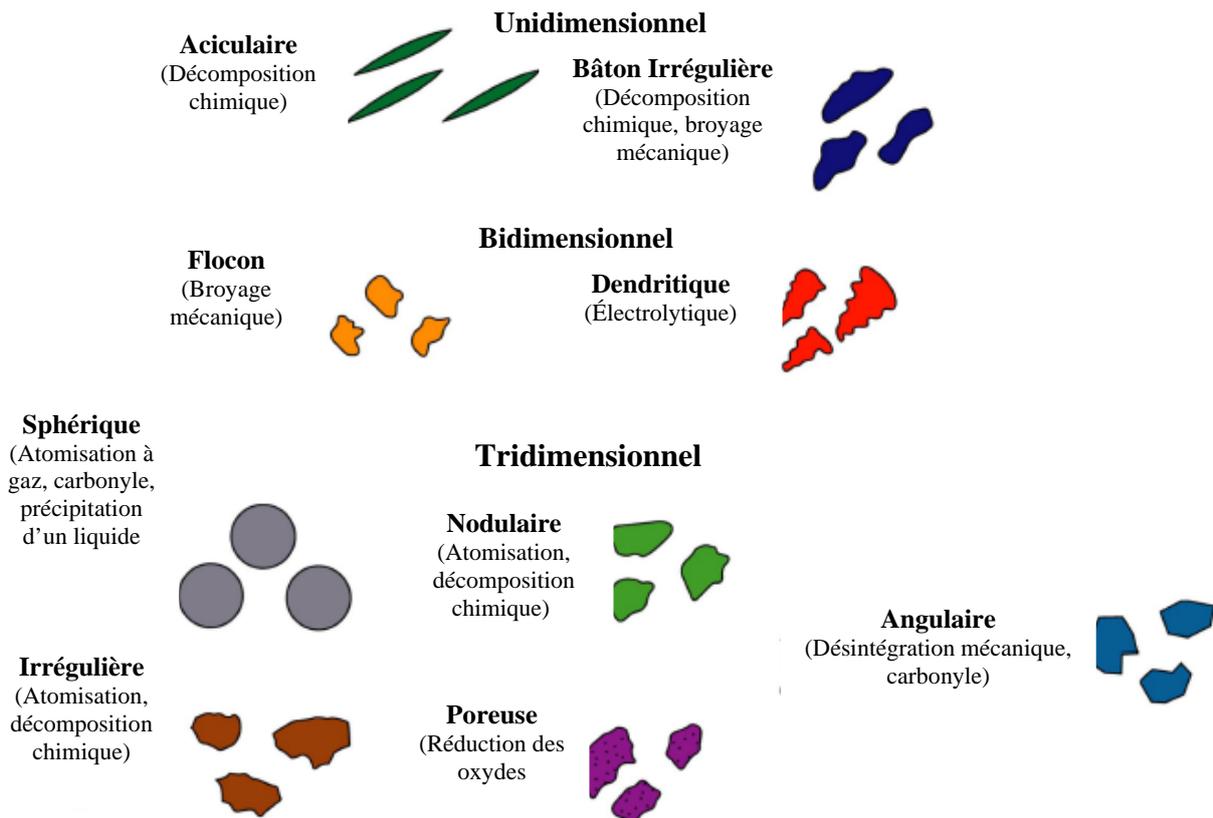


Figure I.4 : Les différentes variétés de forme des particules de poudre et leur méthode d'obtention [9].

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

I.2.5 Compressibilité

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

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

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

I.2.6 Coulabilité et densité apparente

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

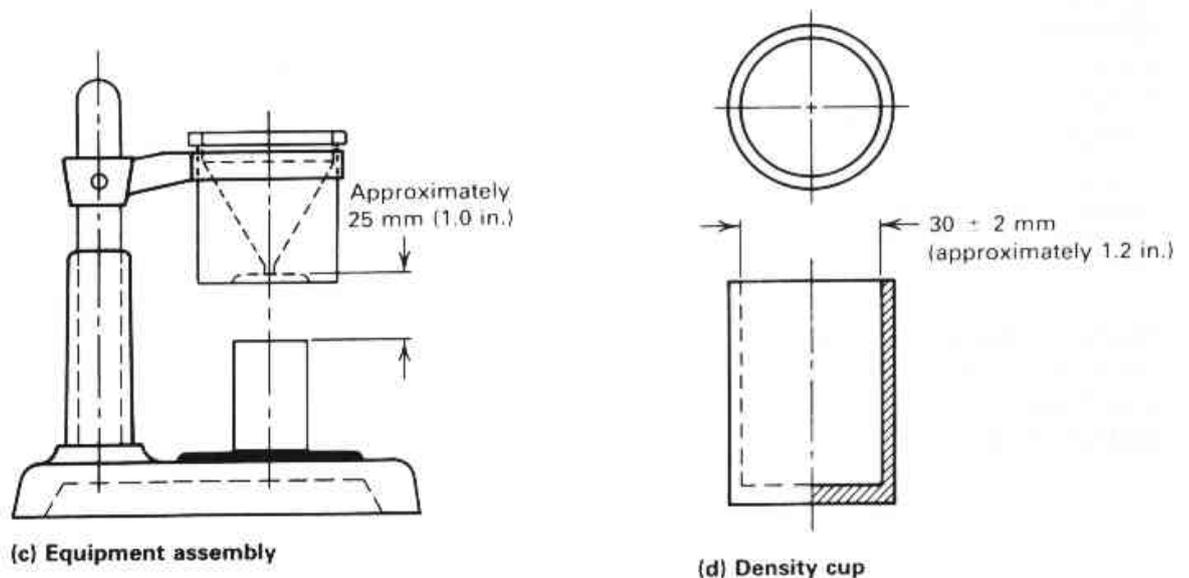


Figure I.5 : appareil de Hall [9].

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

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

CHAPITRE II

COMPACTAGE

II.1 INTRODUCTION

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

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

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

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

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

II.2 TECHNIQUE DE COMPACTAGE

II.2.1 Compactage axial à simple et double action

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

Pendant le compactage aux matrices rigides, une pression verticale ou horizontale est appliquée à la poudre à travers un ensemble de poinçons qui à leurs tours mobilisent une pression latérale perpendiculaire à l'axe de la matrice. Si l'un

des poinçons est fixe, l'autre est mobile, ce compactage est appelé : *compactage à simple action*. Si tous les poinçons sont mobiles, ce compactage est appelé : *compactage à double ou multi- action*, figure (II.1).

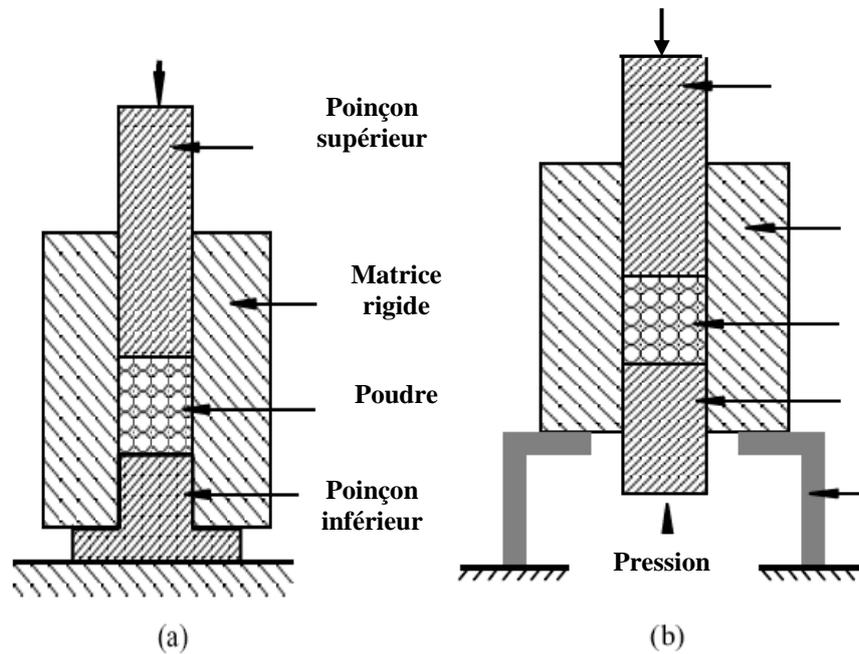


Figure II.1 : a) compactage à simple action, b) compactage à double action.

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

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

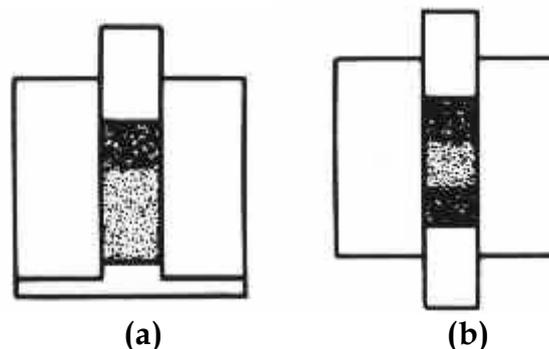


Figure II.2 : Représentation schématique de distribution de la densité dans un aggloméré de poudre [11].

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

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

II.2.2 Compactage isostatique

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

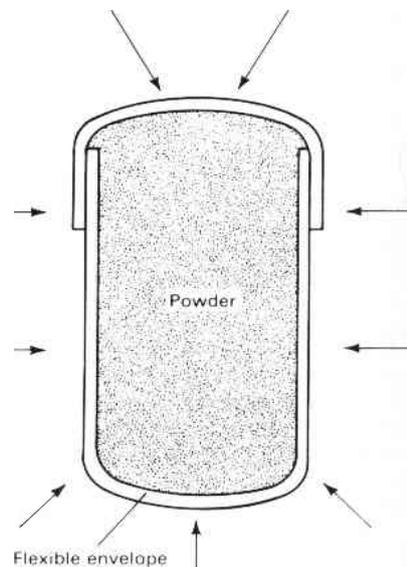


Figure II.3 : Exemples de dispositifs de compactage isostatique [11].

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

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

II.2.3 Autres techniques de compactage

a) Laminage des poudres

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

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

bandes, de 2 à 6 mm d'épaisseur, que l'on passe immédiatement dans le four de frittage. Par la suite, on effectue d'autres passes de déformation avec recuits successifs jusqu'à l'obtention des propriétés désirées.

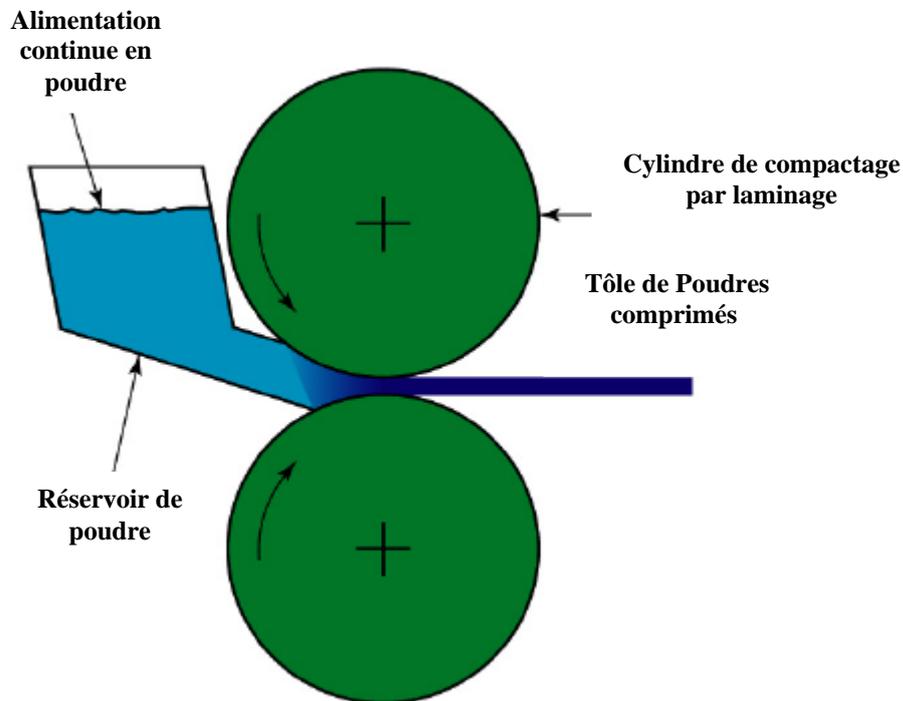


Figure II.4 : Compactage des poudres par laminage [13].

b) Le moulage par injection

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

c) Extrusion à froid

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

II.3 MECANISME DE COMPACTAGE

Durant le compactage, on observe plusieurs phénomènes :

- Un stade initial caractérisé par le réarrangement des particules de poudres dans la colonne de la matrice, obtenu par de faibles pressions. Les grands pores sont éliminés par effondrement des ponts interparticules.

- Dans le stade secondaire, les particules de poudres sont déformées élastiquement puis plastiquement par verrouillages inter-particules, sous l'effet d'une grande pression, les zones de contact deviennent aplaties et donc le soudage à froid des particules sous l'effort de cisaillement contribue à la cohésion de l'aggloméré. Pendant la déformation plastique, la poudre durcit par écrouissage rendant difficile la compression ultérieure.

- Le troisième stade s'annonce par la fragmentation des particules sous l'effet de l'écrouissage. Ce stade est atteint aux hautes pressions.

II.3.1 Distribution des contraintes et de la densité

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

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

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

Où :

P : est la pression appliquée (MPa).

V : est le volume relatif (%)

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

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

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

Où :

d : est la densité du comprimé

P : est la pression appliquée

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

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

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

II.4 RELATION ENTRE LES PARAMETRES DE COMPACTAGE

II.4.1 Densité-pression

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

$$\ln \frac{\varepsilon}{\varepsilon_0} = -K \cdot P \dots\dots\dots (II.3)$$

Où :

ε : est la porosité fractionnelle

ε_0 : est la porosité apparente au début de la compression

P : est la pression appliquée

K : est une constante de proportionnalité.

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

$$\ln \varepsilon = B - K_1 \cdot P - K_2 \cdot P \dots\dots\dots (II.4)$$

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

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

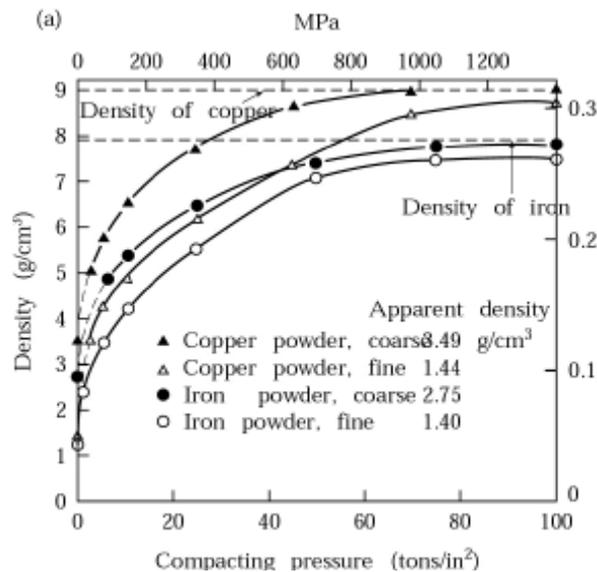


Figure II.5 : Variation de la densité en fonction de la pression pour différentes poudres métalliques [15].

II.4.2 Résistance-densité

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

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

$$R = C \cdot R_0 \cdot d^m \dots\dots\dots (II.5)$$

Avec :

$$m > 1$$

C : est une constante

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

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

II.4.3 Résistance-pression de compactage

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

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

Où B est une constante qui dépend du matériau.

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

II.4.4 Influence des caractéristiques des poudres

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

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

CHAPITRE III

FRITTAGE

III.1 INTRODUCTION

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

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

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

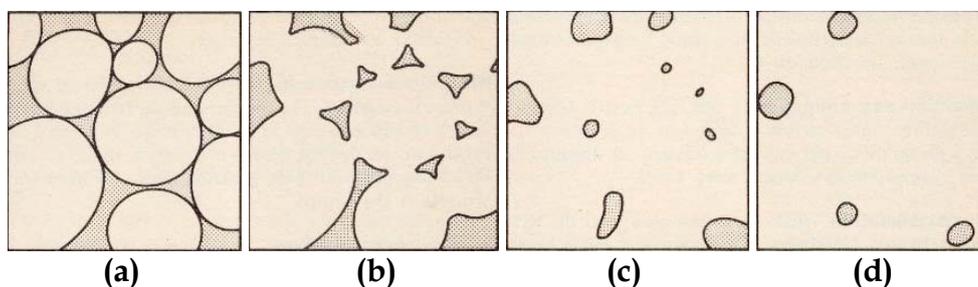


Figure III.1 : Stades successifs du frittage de poudre sphérique : **a)** liaison entre grains ; **b)** développement des surfaces de contact ; **c)** fermeture et isolement des pores ; **d)** arrondissement et élimination des pores [10].

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

III.2 FORCE MOTRICE LORS DU FRITTAGE

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

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

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

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

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

Où : γ est la tension de surface (en J.m⁻²)

III.3 MECANISME DU FRITTAGE

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

III.3.1 Evaporation-condensation (ou sublimation)

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

III.3.2 Diffusion superficielle

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

III.3.3 Diffusion en volume

Elle se produit à une température qui est environ, en ($^{\circ}\text{C}$), la moitié de la température de fusion en degrés ($^{\circ}\text{K}$). C'est le phénomène le plus important du frittage. Il résulte de la mobilité interne des atomes dans les grains et du phénomène classique de diffusion par suite des gradients de concentrations. Ce phénomène est fonction du temps.

III.3.4 Ecoulement plastique

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

III.3.5 Phénomènes chimiques superficiels

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

III.3.6 Recristallisation

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

III.3.7 Grossissement des grains

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

III.4 STADE DE FRITTAGE

Durant le frittage, on distingue trois stades :

III.4.1 Stade initial

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

III.4.2 Stade intermédiaire

Ce stade est caractérisé par une importante densification qui s'accompagne d'un grossissement de grain et une importante croissance du diamètre des ponts. Il est à noter que pratiquement toute la densification de l'agrégat se produit durant ce stade. La structure des pores est aussi à ce moment beaucoup plus lisse. Les pores eux-mêmes sont interconnectés et possèdent une structure cylindrique. Il devient à ce moment plus facile de considérer l'ensemble d'un point de vue particules-pores plutôt que d'un point de vue de ponts entre particules.

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

III.4.3 Stade final

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

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

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

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

III.5 FACTEURS INFLUENCANT LE FRITTAGE

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

a) Le temps

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

b) La température

Elle joue un rôle important lors du frittage. En général, plus cette température est élevée, plus le frittage se produit rapidement. Elle est difficile à définir théoriquement, car elle dépend de nombreux facteurs. On admet que la température minimale de frittage à partir de laquelle le maintien durant un temps limité permet l'obtention des caractéristiques essentielles, exprimée en (°K), est voisine des deux tiers ou des trois quarts de la température de fusion en (°K).

c) L'atmosphère

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

d) la densité à vert

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

CHAPITRE IV

L'ALUMINIUM

IV.1 INTRODUCTION

Bien qu'il ne soit passé dans le domaine industriel qu'à la fin du XIX siècle, après la découverte par Paul Louis Toussaint Héroult et Charles Martin Hall du procédé de fabrication par électrolyse, l'aluminium est devenu le premier des métaux non ferreux. Sa légèreté, son inaltérabilité pratique, sa bonne conductivité électrique et thermique, et la grande résistance mécanique de certains alliages, lui donnent de larges débouchés. Ainsi, il est particulièrement utilisé dans les secteurs industriels tels que : les transports, l'industrie électrique, l'emballage, le bâtiment et toutes les autres industries de transformation. Sa consommation a régulièrement doublé tous les huit ans depuis le début du siècle, jusqu'aux années soixante-dix.

La vulgarisation des possibilités et des techniques d'emploi de ce métal a permis aux différents secteurs de l'industrie de prendre conscience des avantages de l'aluminium. Tant d'efforts n'ont fait que favoriser la croissance des débouchés pour ce métal. Le rythme de croissance d'utilisation depuis le début de siècle, atteint le double tous les 10 ans [19].

Environ 60% de la production de l'aluminium rentre dans l'élaboration des alliages légers. Ce sont des alliages à caractéristiques moyennes (bonne résistance à la corrosion, mise en forme facile, etc.), qui ont permis l'extension des domaines d'application souvent en compétition avec d'autres matériaux [20].

IV.2 L'ALUMINIUM INDUSTRIEL (Al ≥ 99 %)

L'aluminium industriel contient généralement 0,5% d'impureté, principalement du fer et du silicium. Mais il peut être obtenu presque par raffinage électrolytique (Al >99,99%). Ces impuretés peuvent avoir des effets différents sur certaines propriétés. ainsi, la conductivité électrique par exemple diminue avec toutes les additions ou impuretés. ce point est important pour l'utilisation de l'aluminium dans les conducteurs électrique [21].

L'effet des impuretés et additions sur d'autres paramètres peut être résumés comme suit :

- le **Ti** (de 0,05 à 0,1%) et le **B** (de 0,005 à 0,01%) affinent le grain lors de la solidification ;
- la **Zr** (< 0,2%) inhibe le grossissement des grains.
- le **Si** (de 0,5 à 0,8%) abaisse la tenue à la fissuration à chaud, mais augmente la tenue au fluage ;
- le couple (**Ni +Fe**) augmente la tenue mécanique à chaud ;

- le composé (Cu+Ni +Sn+Pb) doit être inférieur à 0,1% pour augmenter la résistance à la corrosion ;
- le couple (Cr et Mn) est favorable à la résistance à la corrosion.

IV.3 PROPIETE DE L'ALUMINIUM

IV.3.1 Propriétés physiques

a) Propriété atomiques et cristallines

- numéro atomique..... 13
- masse atomique..... 26,947

L'aluminium a une structure cubique à faces centrées avec les caractéristiques suivantes :

- rayon atomique..... 1,4286 Å
- distance interatomique..... 2,858 Å

b) Densité

L'aluminium à 99,996% a une densité de 2,699 gr/cm³ à 20°C.

La densité augmente légèrement lorsque le titre du métal baisse. Elle est par exemple de 2,705 à 20°C pour Al à 99,5%.

Au point de fusion, la densité est :

- 2,55 gr/cm³ à 660°C (phase solide) ;
- 2,382 gr/cm³ à 660°C (phase liquide).

Ce qui correspond à une contraction volumique de 6,6% à la solidification. La densité de l'aluminium liquide en fonction de la température T (°C) est déterminée par la formule suivante :

$$d = 2,382 - 0,000273(T - 660) \dots\dots\dots (IV.1)$$

c) Propriétés thermiques

Point de fusion	660,24°C pour Al à 99,996%
Chaleur de fusion	92 μth/g
Point d'ébullition	2056°C sous 760 mm Hg
Tension de vapeur	0,00062mm Hg à 660°C 1 mm Hg à 1030°C

Tableau IV.1 : Quelques caractéristiques thermiques de l'aluminium

Coefficient de dilatation moyen

Intervalle de température	Coefficient de dilatation moyen x 10 ⁶
20-100	23,8
20-200	24,6
20-300	25,4
20-400	26,5
20-500	27,7
20-600	28,7

Tableau IV.2 : Valeur du coefficient de dilatation thermique moyen de l'aluminium en fonction de la température

Capacité thermique massique à 20°C : $c = 950 \text{ J.Kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$

Conductibilité thermique à 20°C : $\lambda = 217,6 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$

Résistivité électrique à 20°C : $\rho = 2,63 \text{ }\mu\Omega.\text{m}$

La conductibilité électrique de l'aluminium est égale à 65% celle du cuivre.

IV.3.2 Propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques intrinsèques de l'aluminium sont les suivantes :

Module d'élasticité..... 6700 Kg/mm²

Module de torsion..... 2700 Kg/mm²

Coefficient de Poisson..... 0,34

Les caractéristiques mécaniques de l'aluminium varient beaucoup selon la nature des impuretés et leur teneur, ainsi que suivant la genèse du corroyage et du recuit du métal.

Pour l'aluminium raffiné le plus pur, à 99,999% on a trouvé sur un fil de 1,5 mm recuit pendant 113 h à 130°C les caractéristiques suivantes [22] :

Charge de rupture..... 5,2 Kg/mm²

Allongement..... 62%

Le tableau ci-dessous [22], donne les chiffres couramment admis pour l'aluminium raffiné et l'aluminium ordinaire commerciaux laminés :

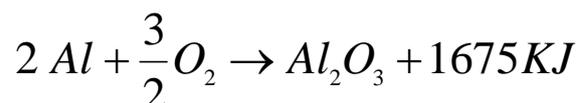
Type de métal	Etat du métal	Charge de rupture Kg/mm ²	Limite élastique à (0,2%) Kg/mm ²	Allongement %	Dureté brinell
99,997	Recuit	5	2	60	14
	Ecroui mi-dur	8	6	18	24
	Ecroui dur	13	9	10	31
99,5	Recuit	8	4	42	20
	Ecroui mi-dur	11	10	10	29
	Ecroui dur	18	15	15	47

Tableau IV.3 : Quelques caractéristiques mécaniques de l'aluminium pur aux états aux recuits écrouis, mi-dur, et écroui dur

IV.3.3 Propriétés chimiques

a) Réaction d'oxydation de l'aluminium

L'aluminium est un métal éminemment oxydable :



Il est cependant inaltérable dans l'air parce qu'il se recouvre, à froid d'une mince couche protectrice d'alumine anhydre Al_2O_3 , très adhérente et très compacte, son volume étant 1,28 fois celui du métal qui lui a donné naissance.

Une couche fraîche d'alumine naturelle a une épaisseur de l'ordre de 0,01 μm ; à froid. Il faut plus d'un an pour qu'elle atteigne 0,1 μm .

Par chauffage à l'air sec, on a une oxydation plus rapide. Par exemple à une température de 500°C, nous avons la formation des couches suivantes :

- sur Al à 99,99%, la couche fraîche de 0,1 μm passe à 0,07 μm en 12h pour se stabiliser vers 0,09 μm après 48h.

- sur Al à 99,5%, la couche d'oxyde atteint 0,6 μm après 250h à 500°C et continue à croître.

Pour obtenir la combustion de l'aluminium (employée la pyrotechnie), il faut le projeter dans une flamme sous forme de poudre ou de fil fin.

b) Action de l'eau sur l'aluminium

Entre 0 et 100°C, l'eau pure n'attaque pas l'aluminium. Il y a simplement augmentation de l'épaisseur de la couche d'oxyde : par-dessus la couche naturelle d' Al_2O_3 anhydre, s'édifie une couche d'un complexe de $Al_2O_3 \cdot H_2O$ cristallisée (böhmite), on obtient ainsi, par ébullition dans l'eau distillée, une couche totale de 0,4 μm au bout d'une heure ; elle peut atteindre plusieurs μm si l'on prolonge l'ébullition.

Si l'on amalgame l'aluminium, le mercure empêche la formation de la couche protectrice d' Al_2O_3 ; le métal est alors rapidement attaqué par l'eau, avec la formation de longues arborescences d'alumine hydratée.

L'eau sous pression, à température supérieure à 100°C, attaque un peu l'aluminium à 99,5% et beaucoup plus rapidement l'aluminium raffiné à 99,99%. La couche de böhmite croît rapidement, atteignant 10 μm en 15 h à 165°C ; de plus, il y a une rapide attaque inter cristalline et la formation d' $Al_2O_3 \cdot H_2O$ aux limites des grains provoque une expansion de l'échantillon, dont la surface arrive à doubler en quelques heures ; il y a ensuite désagrégation par déchaussement des grains.

on a pu corriger ce phénomène par addition de fer et de nickel à l'aluminium raffiné : un alliage à 0,5% Fe + 0,5% Ni résiste plusieurs milliers d'heures dans l'eau à 350°C.

PARTIE II

PARTIE EXPERIMENTALE ET RESULTATS

CHAPITRE V

PROCEDURE EXPERIMENTALE

V.1 INTRODUCTION

Dans cette étude, nous avons entrepris de consolider une poudre d'aluminium en utilisant le compactage à froid, suivi d'un frittage à haute température pour déclencher les processus de diffusion inter-particules.

Nous nous sommes penchés particulièrement sur l'influence des divers paramètres : taille des particules, pression de compactage, temps de frittage sur le processus de densification, car il s'agit évidemment et avant tout, d'obtenir un matériau dense.

L'ensemble des résultats obtenus et mesurés ont été discutés et interprétés dans le chapitre (VI).

V.2 OBJECTIF DU TRAVAIL

L'objectif de notre travail est la connaissance du comportement de l'aluminium pendant le frittage pour dégager les conditions optimales de frittage donnant la meilleure densification et les meilleures propriétés requises pour ce genre de matériaux.

V.3 PRESENTATION DU MATERIAU

Le matériau est une poudre obtenue par broyage mécanique à percussion des copeaux d'usinage d'aluminium. Cette poudre a subi un écrouissage continu, ce qui la rend plus dure, et plus fragile. Elle présente une multitude de formes de particules : irrégulière, nodulaire, flocon, sphérique...etc [22].

La poudre était exposée durant son stockage à l'air ambiant, ce qui a accélérée son oxydation et l'augmentation d'épaisseur d'alumine. Elle présente divers impuretés (fer, carbone,..) à cause des chocs subis avec les lames et les parois de broyage lors de sa production.

V.4 CARACTERISATION DES POUDRES

La taille et la forme des particules sont deux grandeurs importantes dans la caractérisation des poudres. Pour déterminer ces grandeurs, on procède à la séparation granulométrique par tamisage pour déterminer la taille et la distribution de taille et à la microscopie optique pour apprécier la forme.

V.4.1 Séparation granulométrique (tamisage)

Dans le but d'étudier l'influence de la taille des particules sur le frittage, nous avons pensé à séparer un échantillon de cette poudre en cinq lots de granulométries différentes. Pour cela, nous nous sommes servi d'une colonne de quatre tamis de calibres respectifs : 106 μm , 75 μm , 53 μm , 38 μm .

Les tamis sont placés dans cet ordre du haut vers le bas.

Une masse de 140g de poudre est placée dans le tamis supérieur de la série de tamis. La série est ensuite disposée sur un vibreur de telle manière qu'elle soit prise entre un système de deux anneaux. Un anneau inférieur qui supporte la série de tamis et un anneau supérieur pour la fixer au corps du vibreur. De cette manière les vibrations générées par le vibreur sont entièrement transmises à la série de tamis. Les particules se déplacent dans un mouvement aléatoire, ce qui permet après un temps de 10 à 12mn, d'obtenir la séparation de la quantité initiale de poudre en plusieurs fractions. La taille moyenne des particules retenues par un tamis est calculée comme étant la moyenne des ouvertures du tamis supérieur et celle du tamis qui les retient.

Nous avons obtenu donc cinq lots de poudre de granulométries suivantes :

Lots de poudres	Diamètre des tamis (μm)	Taille moyenne ϕ des poudres sur chaque tamis (μm)
Lot n°(1)	106	128
Lot n°(2)	75	90,5
Lot n°(3),	53	64
Lot n°(4),	38	45,5
Lot n°(5),	< 38	19

Tableau V.1 : Taille moyenne des poudres sur chaque tamis

V.4.2 Caractérisation de la forme par microscope optique

Comme l'analyse par tamisage ne permet pas de caractériser la forme des poudres et ne peut pas être utilisée pour les poudres très fines, à cause de l'indisponibilité des tamis fins, on peut utiliser la microscopie comme méthode d'analyse de ces particules en utilisant un microscope optique, qui permet d'observer des surfaces en relief, et qui ne sont pas nécessairement dans un même plan focal.

V.4.3 calcul de la densité apparente de différente taille de poudre

La densité apparente détermine comment la matrice de la pièce doit être afin de prévoir la poudre nécessaire pour rencontrer la densité indiquée. Les poudres de densité apparente élevée sont préférées, parce que l'outillage peut être rendu plus court et ainsi plus fort.

Pour mesurer la densité apparente des échantillons de poudre de différente taille moyenne, on place une masse $m = 1,6 \text{ g}$ de poudre de taille connue dans la matrice, et on calcul le volume V occupé par cette poudre selon l'équation suivante :

$$V = \frac{\pi \cdot D^2}{4} H \dots\dots\dots(V.1)$$

Avec H la hauteur (cm) du cylindre occupée par la poudre dans la matrice, et D son diamètre qui est égale à 1 cm.

La densité apparente d_a est calculée comme suit :

$$d_a = \frac{m}{v} = \frac{4 \cdot m}{\pi \cdot D^2 \cdot H} = \frac{2,037}{H} \left(\frac{\text{g}}{\text{cm}^3} \right) \dots\dots\dots(V.2)$$

V.5 PREPARATION DES ECHANTILLONS

V.5.1 Description de la balance utilisée

La balance utilisée est un appareil électronique à affichage digital. Sa capacité de pesée maximale est de 60 grammes. Sa précision est de $\pm 0,001$ grammes. Grâce à sa précision, cette balance a été utilisée systématiquement pour calculer les pourcentages massiques de différentes tailles des poudres. Pour une bonne précision, il est primordial de mettre l'appareil à niveau en jouant sur les quatre appuis de la balance de façon à avoir une surface horizontale de la palette grâce à une bulle d'air circulaire qu'il faut placer à l'intérieur d'un grand cercle.

V.5.2 La pesée

Elle consiste à peser des masses de 1,6 g de différente taille de poudre d'aluminium. Ces pesées doivent se faire avec beaucoup de prudence, car toute erreur dans la pesée des différents constituants pourrait influencer négativement sur la microstructure de l'alliage fritté à obtenir. Afin d'étudier l'influence de certains paramètres sur la densification de la poudre d'aluminium, nous avons préparé trois échantillons de diamètre moyen des particules différent, comme illustré dans le tableau ci-dessous :

Les échantillons	Pourcentage des tailles	Taille moyenne ϕ_m des poudres correspond à chaque échantillon (μm)
Echantillon (1) type I	50% de : $\phi = 128 \mu\text{m}$ + 50% de : $\phi = 90,5 \mu\text{m}$	$\phi_m = 109,25$
Echantillon (2) type I	50% de : $\phi = 64 \mu\text{m}$ + 50% de : $\phi = 45,5 \mu\text{m}$	$\phi_m = 54,75$
Echantillon (3) type I	100% de : $\phi = 19 \mu\text{m}$	$\phi_m = 19$

Tableau V.2 : la taille moyenne des échantillons de poudre

V.6 COMPACTAGE DES POUDRES

Le comprimé est obtenu en appliquant une force axiale par le poinçon mobile supérieur sur la poudre libre. La poudre étant disposée dans une matrice rigide entre deux poinçons mobiles. Le mouvement relatif des poinçons, permet à ces derniers de mobiliser un compactage axial qui densifie ainsi le compact.

L'opération de compactage a été réalisée en utilisant la presse hydraulique du département de génie civil (E.N.P). Ainsi, nous avons fabriqué des échantillons en utilisant des pressions de : 510 MPa, 765 MPa, et 1020 MPa.

Après le compactage, on calcule la densité des comprimés de la même façon qu'on a calculé la densité selon l'équation (V.2), en suite on calcule le paramètre de densification comme suit :

$$\text{paramètre de densification(\%)} = \frac{\text{densité du comprimé} - \text{densité apparente de poudre}}{\text{densité théorique} - \text{densité apparente de poudre}}$$

La densité théorique de l'aluminium est égale 2,7 g/cm³.

V.7 FRITTAGE DES COMPRIMÉS

Le frittage est l'opération de traitement thermique, effectuée sous atmosphère contrôlée. Il permet une liaison physico-chimique intime, entre les particules de poudre préalablement agglomérées ou à l'état libre. Sous l'influence combinée de la température et du temps, le produit seulement aggloméré à froid, devient un matériau cohérent plus ou moins dense selon les conditions de frittage.

Dans cette étude, les comprimés réalisés à froid par compactage à froid, sont frittés sous vide. Pour cela, on utilise un tube à paroi épaisse en acier faiblement allié, dont le bout frontal est soudé. Pour empêcher la contamination et le soudage du comprimé avec la paroi du tube, on utilise un sable siliceux comme environnement dont lequel est enterré l'échantillon. Ainsi, une poignée de sable est d'abord injectée au fond du tube soudé, on procède par la suite à l'introduction du comprimé de poudre, d'une façon verticale pour s'assurer que l'échantillon tombe au milieu du sable loin de la paroi du tube. Une deuxième poignée de sable est ensuite ajoutée au dessus du comprimé, pour s'assurer que ce dernier est bien entouré par du sable de tous les cotés. Une fois cette opération terminée, l'autre bout ouvert du tube est relié à une pompe à vide par l'intermédiaire d'un tuyau flexible. Une fois que les joints sont étanches grâce à un système de collier, la pompe est mise sous tension pendant

5 minutes environ, pour évacuer la majorité de l'oxygène de l'air est s'assurer un vide primaire minimum.

A l'issue de cette opération, le tube est introduit dans un four tubulaire déjà réglé à la température de frittage choisie. L'extrémité du tube contenant l'échantillon, est placée au milieu du four (au voisin du thermocouple), comme le montre la figure (V.1) suivante :

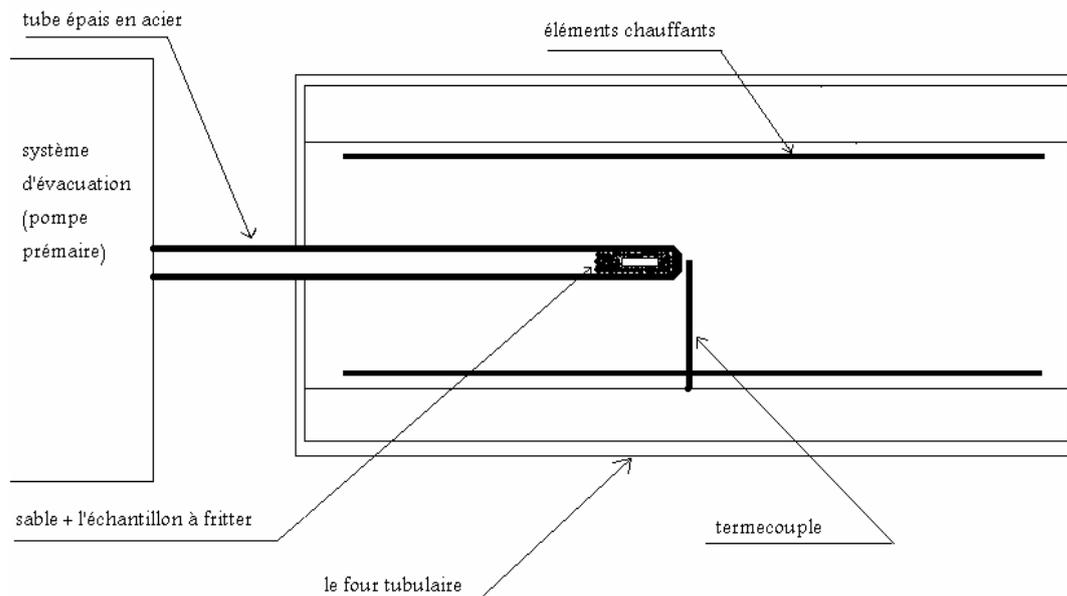


Figure V.1 : Montage schématique montrant la procédure du frittage dans un four tubulaire

Une fois la durée du frittage, le tube est retiré du four puis laissé se refroidir à l'air tout en le maintenant sous vide. Lorsque la température du tube s'approche de l'ambiante, on éteint la pompe à vide, on déconnecte le tube et on retire l'échantillon. Cette opération est répétée pour toutes les conditions de frittage étudiées.

Nous avons réalisé ainsi des essais à la température de 600°C, pendant des temps : 30, 50, et 70 minutes, afin d'étudier l'influence du temps de frittage sur le taux de porosité.

V.8 PREPARATION METALLOGRAPHIQUE

Les échantillons sont d'abord découpés dans la direction transversale, à l'aide d'une tronçonneuse à disque abrasif, sous haute lubrification d'eau. Les bavures qui restent après le découpage sont éliminées à la meule.

Pour caractériser au microscope, les échantillons doivent être parfaitement polis, en utilisant les méthodes de polissage connues et disponibles. Pour une bonne observation, les échantillons sont polis jusqu'à l'état miroir. En résumé, trois étapes sont nécessaires pour permettre une observation au microscope optique :

- L'enrobage ;
- Le polissage ;
- L'attaque chimique si nécessaire.

a) L'enrobage

C'est un procédé de moulage qui consiste à envelopper l'échantillon dans une résine polymérisante ou dans une bakélite. Cette opération est nécessaire pour faciliter la manipulation surtout des échantillons minces. Le montage dans la résine auto durcissante se réalise à froid, tandis que le montage dans la poudre de bakélite se réalise à chaud dans une presse. Dans notre cas, nous avons utilisé l'enrobage à froid.

Il s'effectue dans des moules en plastique dans lesquels est placé l'échantillon sur sa face transversale au dessus duquel on verse la résine liquide. Après solidification l'échantillon est retiré du moule pour passer au polissage.

b) Le polissage

C'est un procédé servant à poli et façonner la surface à étudier au moyen d'abrasifs et sous lubrification à l'eau. La surface polie ne doit présenter aucune rayure susceptible de gêner l'observation microscopique. Le polissage a été effectué avec des papiers abrasifs dans l'ordre suivant :

- polissage grossier avec papier émeri : 180 - 400 - 600,
- polissage fin avec papier émeri : 1000 - 1200,
- finition sur un feutre à l'aide d'une suspension d'alumine de 1 puis 0,3 μm .

V.9 ETUDE METALLOGRAPHIQUE

L'observation microscopique a été effectuée sur un microscope optique au niveau du département de métallurgie de l'ENP. Le microscope optique est équipé d'une caméra numérique qui permet de transformer l'image et de l'envoyer à un micro-ordinateur pour subir les traitements requis. Le logiciel de la machine, permet de calculer les différents paramètres d'une microstructure tels que la fraction volumique d'une phase, la taille des grains et la photomicrographie. Dans ce cas précis, deux images ont été prises pour chaque échantillon. La première pour montrer la porosité au niveau de la surface, la deuxième au cœur de l'échantillon.

Ces photomicrographies ont été exploitées pour calculer la fraction volumique de la porosité en utilisant la technique du comptage ponctuelle. Cette technique de caractérisation utilise un gabarit de 100 nœuds placé sur l'écran de l'ordinateur. La micrographie est alors projetée sur la grille, et le comptage peut commencer. La règle à observer ici est la suivante. Si le nœud tombe à l'intérieur de la phase ciblée, le point est compté comme étant égal à 1. Si en revanche le nœud tombe sur la frontière de deux phases différentes, le point est compté 1/2. Puisque la grille est composée de 100 nœuds, le nombre de coïncidences compté donne directement la fraction volumique de la phase analysée.

CHAPITRE VI

RESULTATS ET INTERPRETATION

VI.1 INTRODUCTION

Dans cette étude, nous avons comme variables : la taille des particules, la pression de compactage et le temps de frittage.

Nous avons ainsi effectué trois essais :

1) dans le premier essai, nous avons fait varier la taille moyenne des particules de poudre d'aluminium. Cette variation s'est fait dans les mêmes proportions.

2) pour le deuxième essai, nous avons travaillé avec trois pressions de compactage différentes : 510 MPa, 765 MPa, 1020 MPa.

3) le dernier essai a été réalisé pour étudier l'influence du temps de frittage sur la densification des comprimés de poudre. Les périodes de temps choisies pour fritter nos comprimés sont prises dans l'ordre suivant : 30, 50 et 70mn. la température de frittage est fixée à 600°C.

Nous avons essayé à travers ce travail, de mettre en évidence l'influence de ces paramètres sur le processus de densification et la microstructure produite.

VI.2 CARACTERISATION DES POUDRES

VI.2.1 Distribution de la taille

La poudre d'aluminium a été caractérisée par tamisage pour déterminer leurs tailles et leurs distributions de tailles. Tandis que la caractérisation de forme, est faite par la comparaison des photomicrographies de poudre, avec les photos étalons de la norme 3252 de l'International Standards Organisation présenté à l'annexe (1).

La taille de diamètre moyenne Φ_m de la population des poudres est calculée, selon l'équation suivante :

$$\Phi_m = O_1 \cdot X_1 + \sum_{i=2}^{i=n} \frac{O_{i-1} + O_i}{2} \cdot X_i + \frac{O_n}{2} \cdot X_{n+1} \dots \dots \dots (VI.1)$$

Où :

X_1, \dots, X_n , sont les fractions massiques retenues par les tamis d'ouvertures : O_1, \dots, O_n , et X_{n+1} est la fraction massique de l'assiette.

Les ouvertures des tamis sont choisis de tels sorte que :

$$O_{n+1} = \sqrt{2} \cdot O_n \dots\dots\dots(VI.2)$$

Avec : $n = 6$.

Après avoir tamisé une masse $m = 1661,5$ g de poudre par étape, on procède à la pesée et l'addition des différents refus, puis déterminer leur fraction X par rapport à la masse totale m .

Les résultats de tamisage de la poudre d'aluminium, sont donnés dans le tableau(VI.1) ci-dessous :

Ouverture des tamis (μm)	Masse des refus (gr)	Fraction massique (%)
O_1 : 212	1431,1	X_1 : 86,13
O_2 : 150	39,4	X_2 : 2,37
O_3 : 106	21,2	X_3 : 1,28
O_4 : 75	24,1	X_4 : 1,45
O_5 : 53	20,59	X_5 : 1,24
O_6 : 38	17,9	X_6 : 1,02
l'assiette (< 38)	33,19	X_7 : 2
Somme des masse des refus	1587,48	95,5

Tableau VI.1 : Répartition granulométrique de la poudre d'aluminium

Les pertes en quantité de poudre durant la pesée et le transfert de poudres est de 4,5 % de la masse tamisée.

En utilisant les données de ce tableau dans l'équation (VI.1), on peut calculer la taille moyenne des particules de poudre. Le résultat de calcul donne une taille de :

$$\Phi_m = 191,47 \mu\text{m}$$

Ces résultats de tamisage peuvent être utilisés pour montrer la distribution de taille des particules qui est montrée dans la figure (VI.2) ci-dessous :

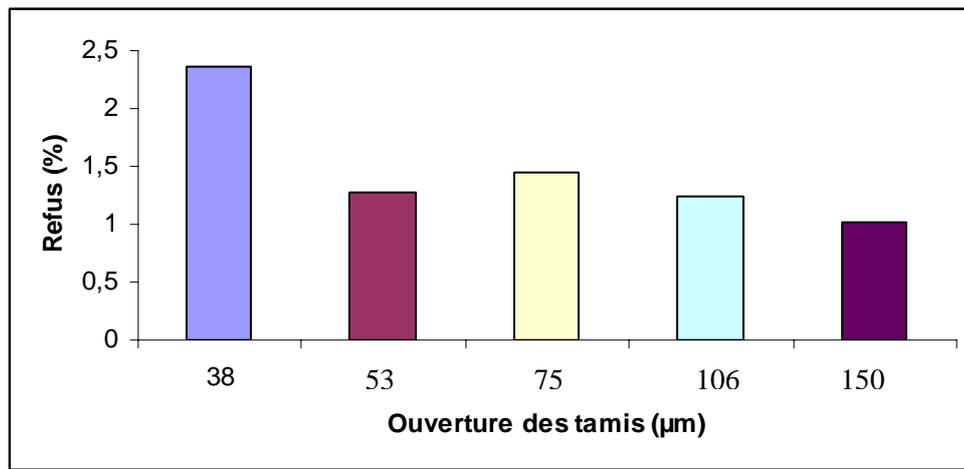


Figure VI.1: Courbe de distribution des tailles dans la poudre l'aluminium

La figure (V.I) montre cette distribution qui s'apparente à une cloche dans l'intervalle des ouvertures de tamis, entre 50 µm et 100 µm, et qui est caractéristique d'un matériau sous forme d'une poudre, mais qu'elle corresponde à un faible refus (entre 1% et 1,5%). Ce qui a pour conséquence d'avoir une insuffisance de poudre de taille souhaitée pour le compactage.

Par contre on remarque que la plus grande quantité de poudre est de taille grossière (> 106µm), et qui n'est pas utilisée pour la consolidation.

Donc pour avoir une quantité suffisante de poudre de taille (< 106 µm), et qui est souhaitable pour la mise en forme par compactage, il faut optimiser les paramètres de broyage en augmentant le temps, la vitesse de broyage, et la charge à broyer pour avoir une quantité plus grande de fraction fines (< 212 µm) [22].

VI.2.2 Forme des poudres

La caractérisation de forme, est faite par la comparaison des photomicrographies prises sur les poudres utilisée, avec les photos étalons de la norme 3252 de l'International Standards Organisation [9]. La morphologie des particules de poudre présente différentes formes : irrégulière, nodulaire, flocon et sphérique.

Ces formes sont illustrées par la figure (VI.2) :

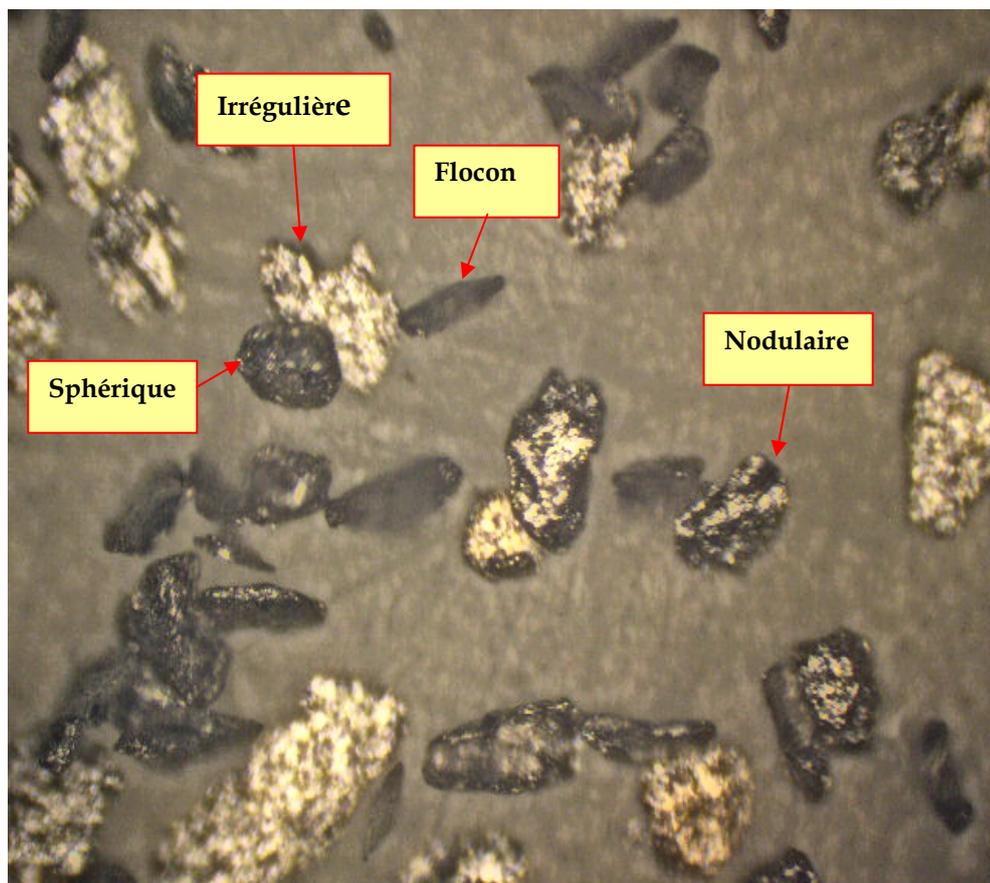


Figure VI.2: Photomicrographie de la poudre de l'aluminium obtenue par microscope optique G= 650 X.

VI.2.3 densité apparente

Les densités apparentes correspondant aux différents échantillons sont données dans le tableau (VI.2) :

Les échantillons	Diamètre moyen (μm)	Hauteur du cylindre (cm)	Densité apparente (g/cm^3)
Echantillon (1)	$\phi_m = 109,25$	1,63	1,25
Echantillon (2)	$\phi_m = 54,75$	1,56	1,31
Echantillon (3)	$\phi_m = 19$	1,52	1,34

Tableau VI.2 : densité apparente des poudres de différentes tailles.

En utilisant les résultats donnés dans le tableau ci-dessus, nous montrons l'évolution de la densité apparente de poudre de chaque échantillon en fonction de leur taille comme suit :

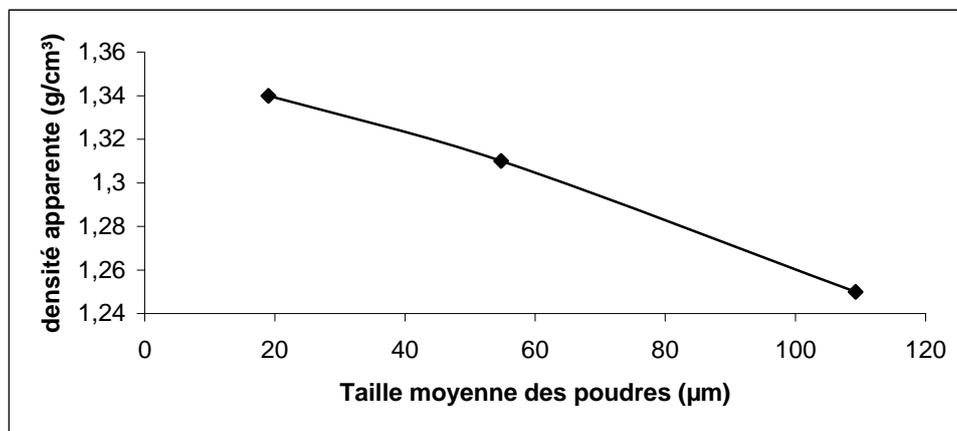


Figure VI.3 : L'évolution de la densité apparente des poudres en fonction de leurs tailles.

Selon la courbe ci-dessus on remarque que la densité apparente augmente au fur et à mesure que la taille des poudres diminue, car plus les particules sont petites, plus la surface spécifique de la poudre est grande. Ce qui augmente le frottement entre les particules et diminue plus tard la densité apparente cela est dû à la forme

des particules qui empêchent les surfaces de se toucher les unes avec les autres que sur des points, en laissant derrière eux du vide.

VI.3 COMPACTAGE DES POUDRES

VI.3.1 Influence de la pression et de la taille sur la densité

Après avoir compacté les échantillons de différentes tailles avec les pressions : 510 MPa, 765 MPa, et 1020 MPa, on calcule la densité des comprimés et le paramètre de densification de chaque échantillon pour voir l'influence de la pression sur la densité. Les résultats sont donnés au tableau suivant :

Les échantillons	Diamètre moyen (μm)	Pression de compactage (MPa)	Hauteur du comprimé (cm)	Densité du comprimé (g/cm^3)	Paramètre de densification (%)
Echantillon (1)	$\phi_m = 109,25$	510	0,90	2,26	69,65
		765	0,89	2,29	71,72
		1020	0,86	2,37	77,42
Echantillon (2)	$\phi_m = 54,75$	510	1,00	2,04	52,52
		765	0,98	2,08	57,24
		1020	0,92	2,21	64,75
Echantillon (3)	$\phi_m = 19$	510	1,01	1,92	42,65
		765	0,95	2,04	51,47
		1020	0,91	2,16	60,30

Tableau VI.3 : Evolution de la densité des comprimés à la pression de compactage de différente taille de poudres.

Les résultats de tableau peuvent être représentés par les courbes des figures (VI.4) et (VI.5) :

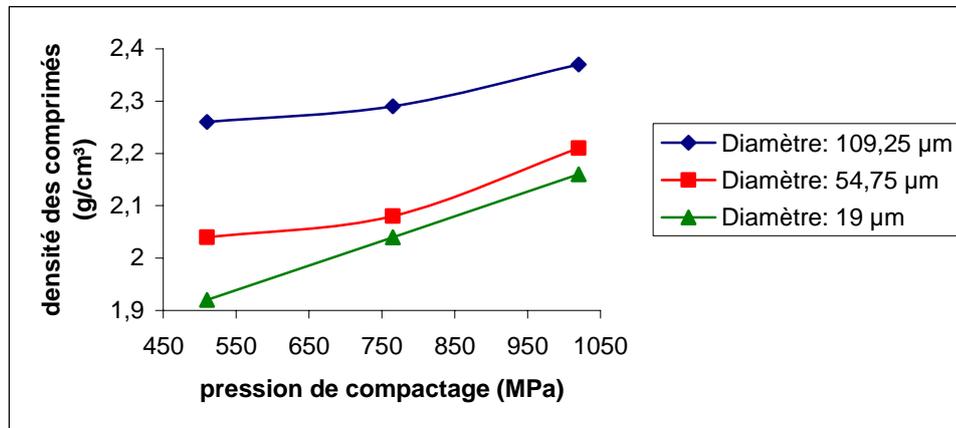


Figure VI.4 : variation de la densité à vert en fonction de pression de compactage de différente taille de poudre.

D'après les courbes de la figure ci-dessus, on remarque que la densité augmente avec la pression de compactage. Elle est plus grande pour les poudres de taille grossière présentée par l'échantillon (1) et diminue au fur et à mesure que la taille des poudres diminue, car celles-ci sont caractérisées par une grande surface spécifique qui implique d'importantes forces de frottement interparticules, ce qui influe négativement sur la résistance à vert et rendent la compression difficile à de hautes densités.

L'augmentation de la densité est faible pour des pressions inférieures à 750 MPa, qui correspond au stade initial caractérisé par le réarrangement des particules de poudres dans la colonne de la matrice et l'élimination des grands pores par effondrement des ponts interparticules.

A partir de 750 MPa, on remarque que la densité subit une augmentation plus grande, ou les particules de poudres sont déformées élastiquement puis plastiquement par verrouillages interparticules. Les zones de contact deviennent aplaties, donc l'augmentation rapide de la densité.

Ce mode d'augmentation n'est pas observé pour les poudres fines de taille 19 µm présentée par l'échantillon (3) qui est linéaire. Ceci est dû peut être à la taille homogène des particules qui tendent vers la forme sphérique, et à l'égalité de la surface spécifique, donc à une même force de frottement interparticules.

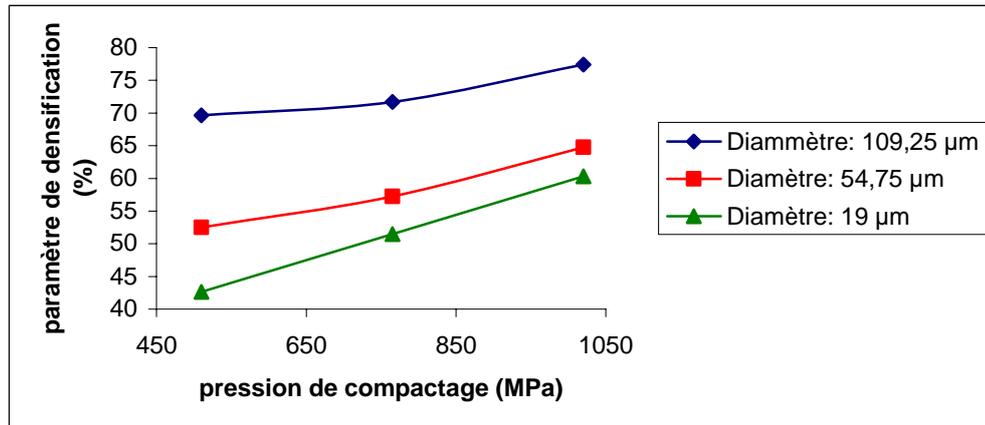


Figure VI.5 : variation de paramètre de densification sur la pression de compactage.

La courbe ci-dessus qui présente le paramètre de densification en fonction de la pression de compactage, renseigne sur l'influence de la taille et sur le taux de densification qui est plus grand pour des particules grossière et pour des grandes pressions.

VI.4 ANALYSE DE LA POROSITE APRES FRITTAGE

VI.4.1 Influence du temps de frittage sur la porosité

Le tableau (VI.4) donne le résultat obtenu pour le calcul de taux de porosité de l'échantillon (2) à la température de 600°C et une pression de 765 MPa :

Les échantillons	Temps de frittage (mn)	Taux de porosité (%)
Échantillon (2)	30	31,5
	50	18
	70	9

Le tableau (VI.4) : Résultat obtenu par comptage ponctuel sur l'échantillon (2) fritté à une température de 600°C et compacté sous une pression de 765 MPa.

Ce résultat peut être représenté par la courbe suivante :

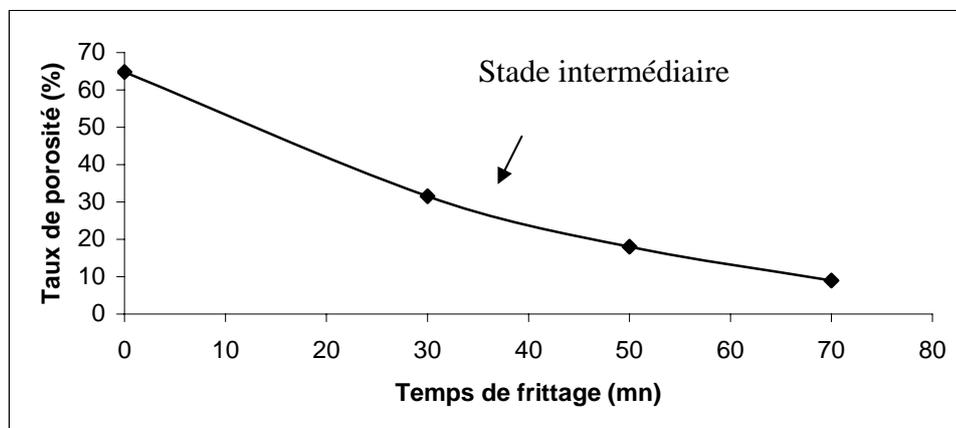


Figure VI.6: Influence du temps de frittage sur la porosité

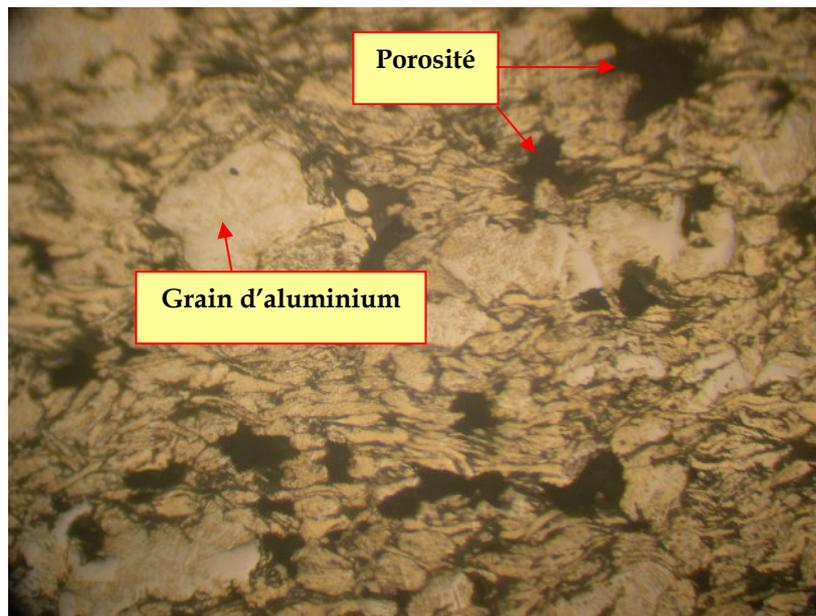
D'après la courbe, on a la porosité diminuée au fur et mesure que le temps du frittage augmente.

Avant frittage le taux de densification qui était à 64,75% et devient de l'ordre de 68,5% pour un frittage à 600 °C pendant 30 mn. Cette augmentation est due à la baisse importante de l'énergie de surface, ainsi que des surfaces libres, elle correspond au stade initial de frittage.

Après un prolongement du temps de 50 mn, le taux de densification augmente à 82%, cette importante densification correspond au stade intermédiaire de frittage, caractérisé par l'interconnexion des pores qui possèdent une structure cylindrique, comme montré à la figure (VI.6.a) de la page suivante. Ce qui est conforme à la littérature du frittage.

En effet, nous savons que le frittage est un phénomène thermiquement activé, mais il dépend du temps. Le facteur temps influe sur la quantité de matière transportée pour fermer les pores. Le frittage n'est pas un phénomène physique instantané, car les mécanismes de transport de matière se déroulent dans le temps.

C'est ainsi que la densification devient de l'ordre de 91% pour un temps de frittage de 70 mn, cette étape correspond toujours au stade intermédiaire car les pores sont toujours connectés entre eux.



(a) 50 mn, (X650)



(b) 70mn, (X650)

Figure VI.7 : Evolution de la porosité pour l'échantillon en aluminium (2) comprimé à 765 MPa et fritté à 600°C

VI.4.2 Influence de la pression de compactage sur la porosité

Le tableau (VI.5) donne le résultat obtenu pour le calcul de taux de porosité de l'échantillon (2) à la température de 600°C et un temps de frittage de 50 mn :

Les échantillons	Pression de compactage (MPa)	Taux de porosité (%)
Échantillon (2)	510	31,5
	765	18
	1020	11,5

Ce résultat est représenté sur la courbe suivante :

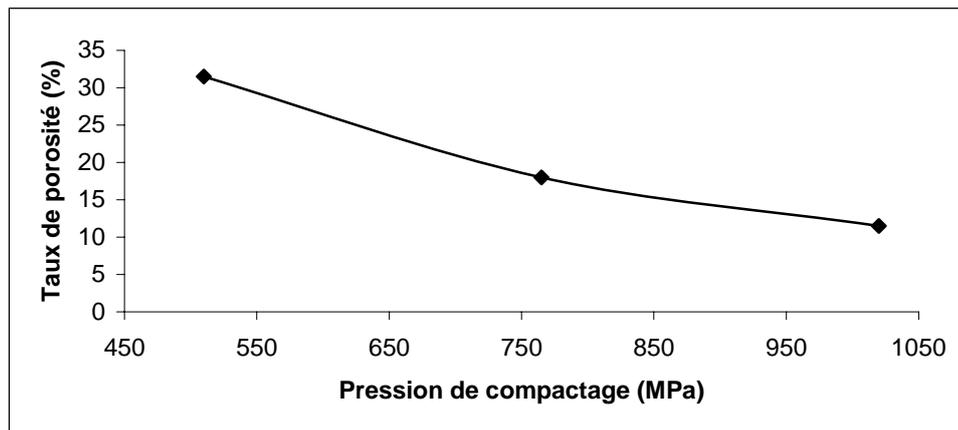
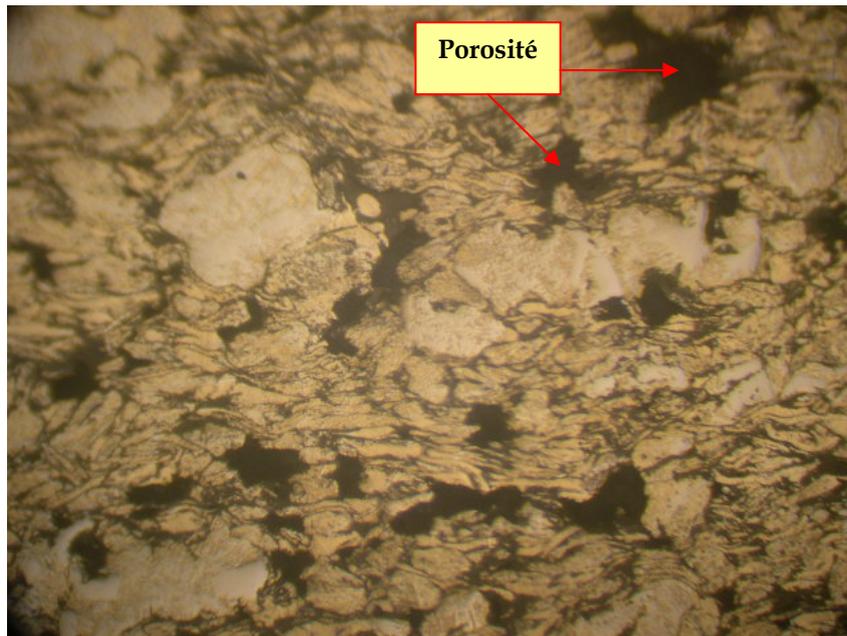


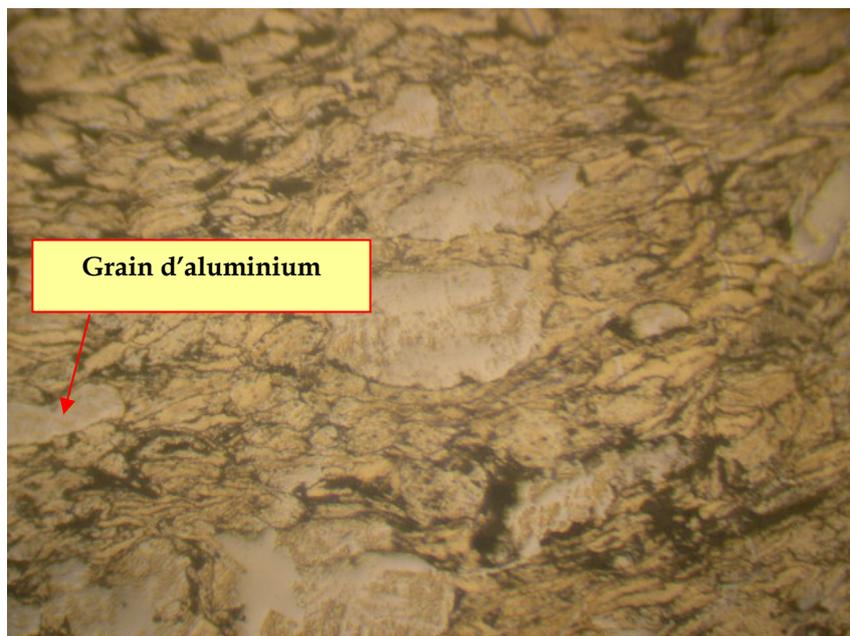
Figure VI.7: Influence de la pression de compactage sur la porosité.

D'après la courbe, nous pouvons conclure que la porosité diminue si l'on augmente la pression de compactage pour une température et un temps de maintien constants.

L'augmentation de la pression de compactage provoque un écroutissage supplémentaire de la poudre. Cet écroutissage se fait par une importante énergie emmagasinée dans le matériau. La libération de cette énergie pendant le frittage provoque la recristallisation, donc la densification de la poudre, comme est illustré sur la figure (VI.8) :



765 MPa, (X650)

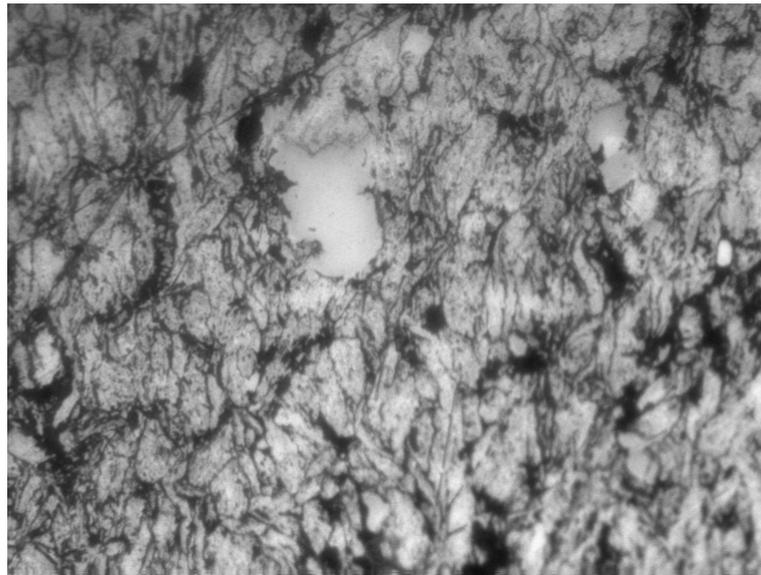


1020 MPa, (X650)

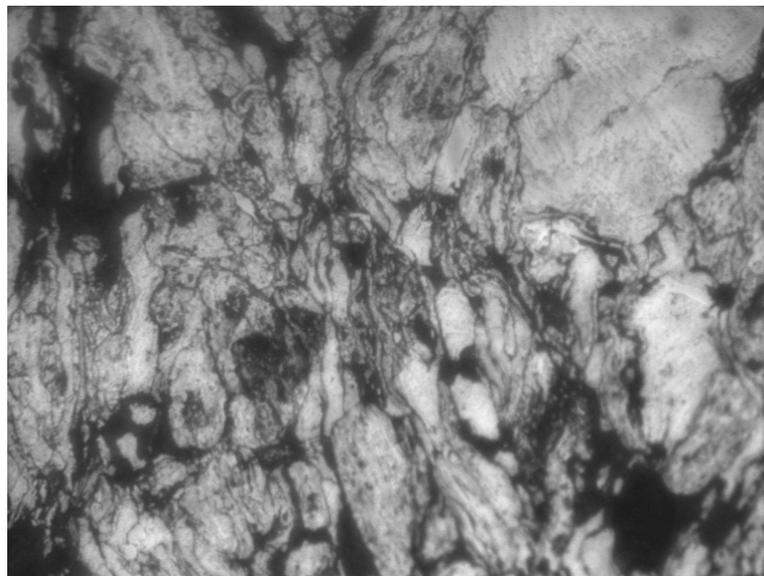
Figure VI.8 : Evolution de la porosité pour l'échantillon (2) fritté à 50 mn.

VI.4.3 Influence de la taille des particules sur la porosité

A cause de l'oxydation de la plupart des échantillons lors de frittage, et le manque de moyens (microscopie) pour prendre des photos sur la microstructure des comprimés fritté, on n'a pu étudier l'influence de la taille des particules sur le taux de porosité, mais on a observé que les échantillons composés de taille plus petites, favorise le frittage et accélère son processus, donc diminue la taux de porosité et augmente la densification, comme illustre la figure suivante :



Echantillon (3), $\phi_m = 19\mu\text{m}$, (X650)



Echantillon (2), $\phi_m = 54,75 \mu\text{m}$, (X650)

Figure VI.9 : Influence de la taille des particules sur la porosité sur deux échantillons compactés à 765 MPa, et frittés à 50mn

CONCLUSION GENERALE

Dans ce travail, nous avons essayé d'étudier les influences des paramètres de densification d'une poudre d'aluminium tels que : la taille des particules, la pression de compactage, et le temps de frittage.

Au vu des résultats obtenus et la discussion précédente, on peut conclure que :

- La taille des particules influe directement sur la cinétique de densification. Une taille plus fine de moins de 20 μm accélère le frittage.
- L'augmentation de la pression de compactage augmente la densification jusqu'à 80%, ce but n'est pas atteint dans notre cas, car la poudre est écrouie à cause de la couche d'oxyde qu'elle présente. Mais une augmentation de pression de plus de 1020 MPa peut augmenter de plus la densification.
- Le temps influe également sur la densification pendant le frittage. Plus on augmente le temps, plus la densification s'améliore.
- Dans notre cas une augmentation de température de plus de 600°C et un maintien du temps de plus 70 mn, peu engendre une meilleure densification.

A la fin de ce travail et afin de bien terminer ce que nous avons commencé, nous proposons pour une perspective d'étude :

- Faire une analyse chimique de la poudre d'aluminium.
- Eliminer la couche d'oxyde par une déformation mécanique à chaud, ou par traitement chimique (décapage).
- Une caractérisation plus profonde de la poudre de l'aluminium pour des températures de frittage plus élevées au dessous de 600°C et un temps de maintien de 40 à 60mn.
- Une analyse par microscope électronique pour étudier la morphologie des pores observés dans l'alliage en question.
- Etudier l'influence des additions des poudres d'autres métaux sur l'aluminium.

Annexe (1)

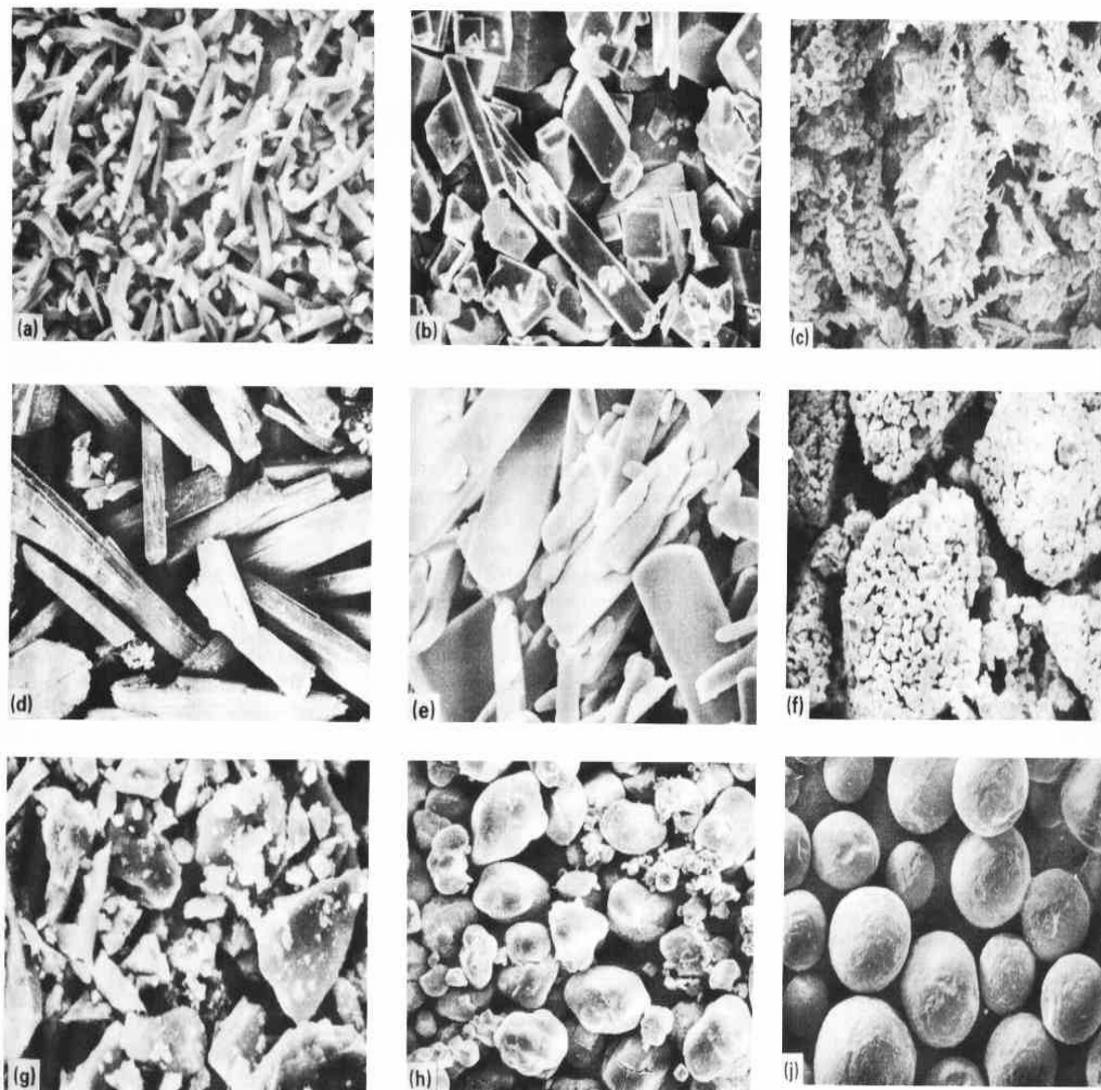


Figure2-1: formes communes de particules suivant ISO3252 [10].

- (a) aciculaire, (b) angulaire, (c) dendritique,
(d) fibreuse, (e) flocon, (f) granulaire,
(g) irrégulière, (h) nodulaire, (i) sphéroïdale.

Annexe (2)

2. DENSITE APPARENTE

La densité apparente d'une poudre en métal dépend de densité du métal plein, de taille et distribution de taille des particules, de forme, de superficie et de rugosité de différentes particules. Elle est particulièrement fortement affectée par la taille des poudres.

Généralement, la densité apparente :

- 1) diminue avec la taille des particules décroissantes ;
- 2) diminue pendant que la forme de particules devient moins sphérique et plus irrégulière ;
- 3) diminue avec l'augmentation de la rugosité extérieure ;
- 4) est fréquemment commandé par de diverses tailles de mélange des particules.

La distribution d'une variété de taille des particules affecte considérablement la densité apparente. La quantité relative des particules les plus grosses et les plus fines et le pourcentage des particules entre les deux extrémités déterminent la densité apparente

Une manière efficace d'augmenter la densité apparente d'une poudre est de remplir les espaces entre les particules par d'autre de taille plus petites. L'addition des poudres sphérique fines augmente efficacement la densité apparente, alors que l'opposé est vrai pour des poudres de flocon [9].

2.1 Taille des particules : La taille des particules décroissante diminue généralement la densité apparente. Plus les particules sont petites, plus la surface spécifique de la poudre est grande. Ce phénomène augmente le frottement entre les particules et diminue plus tard la densité apparente. Les particules des poudres qui montrent le frottement très bas en raison de leurs sphéroïdisations (comme les particules sphérique de poudre d'acier inoxydable), ne démontrent pas cette caractéristique.

L'effet de la taille est particulièrement significatif pour la taille des particules moins de 20 μm . Le tableau (2.1) montre l'effet de la taille des particules de poudre d'aluminium obtenue par atomisation, sur la densité apparente [9] :

aille moyenne des particules (μm)	Densité apparente (g/cm^3)
5,8	0,62
6,8	0,75
15,5	0,98
17,0	1,04
18,0	1,09

Tableau (2.1) : effet de la taille des particules de poudre d'aluminium sur sa densité apparente [9].

2.2 Forme des particules

La densité apparente diminue avec la forme des particules moins sphérique, en raison d'augmentation de la superficie de friction et de moins uniformité des particules de poudre. Les poudres sphériques, qui sont normalement produites par atomisation, ont fréquemment des densités apparentes élevées, environ 50% de la densité théorique du métal. Les sphères sont les plus susceptibles de formées du paquet sans jeter sur un pont ou arquer pour créer les espaces vides ; elles tendent à déplacer facilement l'un après l'autre à cause de leurs surfaces douces. À l'autre extrémité les particules des poudres de formes de flocon, qui ont souvent des densités apparentes moins de 10% de la densité théorique. Celles-ci sont utiles principalement comme colorants, en raison de leur basse densité apparente qui permet d'obtenir des mélanges utilisée en peinture.

La plupart des poudres utilisées pour être compactées sont de forme irrégulière, la figure (2.1) illustre l'effet de la forme de particules sur la densité apparente [9] :

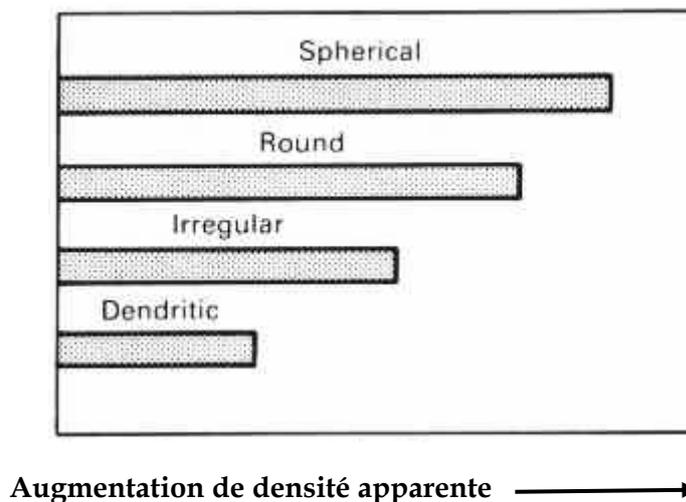


Figure 2.1 : Effet de forme des particules de poudre sur la densité apparente [9].

2.3 Rugosité

La rugosité décroissante tend à réduire les forces de friction entre les particules d'arrangement. Cette tendance augmente ainsi la densité apparente en permettant aux particules de se déplacer plus efficacement pour remplir les espaces libres entre les particules précédemment arrangées.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

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

- [15] R. W. GERMAN. "Powder metal science", p. 127, (1984).
- [16] G. CIZERON, "Le frittage sous son aspect physico-chimique", institut de céramique française, p1-17, (1968).
- [17] ANDRE VO VAN. "Modélisation numérique et expérimentale du procédé de frittage en métallurgie des poudres", Mémoire de maîtrise, Université Laval, Québec, (1998), p 25-29, (juin 1998),
- [18] Pichet. G, "caractérisation et optimisation de l'atmosphère de frittage pour le système fer-cuivre-carbone", Mémoire de maîtrise, Université Laval, Québec, (1996).
- [19] Ingénieurs du groupe de Pechiney-aluminium, Vol 1. Ed Eyrolles, p339-342-357, (1964).
- [20] R. Ferhoum, "réalisation et caractérisation d'un multi-matériau à base d'alliage d'aluminium « AS 12 »", Thèse de Magister, ENP, (Octobre 2002).
- [21] J. Barralis et G. Maeder, "précis de métallurgie". 6 éd, p124-127, (1995).
- [22] S. MOUCHACHE, "Elaboration et caractérisation d'une poudre d'aluminium obtenue par broyage mécanique des copeaux d'usinage", PFE, ENP, (2005).